

**Penentuan Kadar Ammonia pada Pupuk ZA dengan
Metode Spektrofotometri Sinar Tampak Menggunakan
Ekstrak Ubi Ungu (*Ipomoea batatas*)**

SKRIPSI

**Oleh:
Syifa Ananda
175090207111021**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2021**





**Penentuan Kadar Ammonia pada Pupuk ZA dengan
Metode Spektrofotometri Sinar Tampak Menggunakan
Ekstrak Ubi Ungu (*Ipomoea batatas*)**

SKRIPSI

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

Oleh:
Syifa Ananda
175090207111021



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG

2021



LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Penentuan Kadar Ammonia pada Pupuk ZA dengan Metode Spektrofotometri Sinar Tampak Menggunakan Ekstrak Ubi Ungu (*Ipomoea batatas*)

Oleh:

**SYIFA ANANDA
175090207111021**

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji pada tanggal 07 Juli 2021 dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia

Pembimbing I

Dra. Hermin Sulistyarti, Ph.D.
NIP. 196405291988022001

Pembimbing II

Barlah Rumhayati, S.Si, M.Si, Ph.D.
NIP. 197409292000032001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya



Yuhani Ponce Prananto, S.Si., M.Sc.
NIP. 198106202005011002



LEMBAR PERNYATAAN SKRIPSI

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Syifa Ananda
NIM : 175090207111021
Jurusan : Kimia

Penulis Skripsi berjudul :

Penentuan Kadar Ammonia pada Pupuk ZA dengan Metode Spektrofotometri Sinar Tampak Menggunakan Ekstrak Ubi Ungu (*Ipomoea batatas*)

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain orang-orang yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam Skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata Skripsi 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, 12 Juli 2021

Yang menyatakan



Syifa Ananda

NIM. 175090207111021

Penentuan Kadar Ammonia pada Pupuk ZA dengan Metode Spektrofotometri Sinar Tampak Menggunakan Ekstrak Ubi Ungu (*Ipomoea batatas*)

ABSTRAK

Salah satu kandungan terpenting pupuk ZA adalah ammonia, diperlukan metode penentuan kadar ammonia pada pupuk ZA yang cepat, efektif, dan mendukung prinsip *green chemistry*, maka dari itu, dilakukan penentuan kadar ammonia pada pupuk ZA dengan metode spektrofotometri sinar tampak menggunakan ekstrak ubi ungu. Namun, metode ini perlu ditentukan kondisi optimumnya. Penelitian ini dilakukan untuk menentukan kondisi optimum waktu reaksi dan konsentrasi ekstrak. Ekstrak antosianin dari ubi ungu dapat berubah warna seiring perubahan nilai pH, sehingga dapat menjadi indikator keberadaan ammonia (NH_3) yang bersifat basa. Ion ammonium (NH_4^+) pada pupuk ZA diubah menjadi NH_3 dengan proses destilasi menggunakan NaOH yang ditambahkan secara berlebih, NH_3 yang terbentuk ditampung oleh larutan ekstrak ubi ungu. Larutan penampung dihubungkan dengan larutan sampel oleh pipa U dan dilakukan pemanasan untuk menguapkan NH_3 yang terbentuk. Larutan penampung dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum 610 nm dan absorbansi larutan dibandingkan dengan kurva baku ammonia 0; 50; 100; 150; 200; 250 mg/L. Konsentrasi ekstrak ubi ungu optimal yang ditambahkan dipelajari pada 2,5; 4; 5; 10; 12,5; 15%, waktu reaksi optimal untuk pembacaan absorbansi oleh alat spektrofotometer yaitu 5-60 menit dengan interval 5 menit. Hasil analisis menggunakan spektrofotometer menunjukkan bahwa konsentrasi ekstrak optimal pada 4%, waktu reaksi optimal pada menit ke 5, serta menurut metode ini, sampel pupuk ZA memiliki kadar ammonia sebesar $5,061 \pm 0,238\%$.

Kata kunci: Ammonia, ubi ungu, spektrofotometri, reagen alami, optimasi metode



Determination of Ammonia in Zwavelzure Ammoniak (ZA) Fertilizer by Visible Spectrophotometry Method Using Purple Sweet Potato Extract (*Ipomoea batatas*)

ABSTRACT

Ammonia is one of the most important aspect of chemical composition on ZA fertilizer. A quick and effective method for determining ammonia in ZA fertilizer is needed, thus, determination of ammonia in ZA fertilizer by visible spectrophotometry method using purple sweet potato extract should be conducted. Nevertheless, each condition of this method should be determined. The aim of this research is to determine the optimum reaction time optimum extract concentration, and method's selectivity. Anthocyanin extract from purple sweet potato could change colour due to changes in pH. Therefore, it could show the presence of the alkaline NH_3 . NH_4^+ from ZA fertilizer is converted into NH_3 by a distillation process using excessive addition of NaOH, NH_3 gas formed and gathered by purple sweet potato extract solution. The extract solution and the sample solution are connected by U-shaped tube. The sample solution should be heated to make sure if the NH_3 gas fully evaporated. Afterwards, the extract solution's absorbance is measured using spectrophotometer. The absorbance of this solution should be compared with ammonia standard curve (0; 50; 100; 150; 200; 250 mg/L) on the wavelength 610 nm. Optimization of extract's concentration was performed by varying the concentration of purple sweet potato extract in 2,5; 4; 5; 10; 12,5; 15%. Optimization of time reaction was performed by varying the time reaction between purple sweet potato and ammonia for 5-60 minutes (recorded every 5 minutes). The result of the analysis using spectrophotometer showed that the optimum extract concentration was at 4%, the optimum time reaction was at 5 minutes, and according to this method, the sample has an ammonia content of $5,061 \pm 0,238\%$.

Keywords: Ammonia, purple sweet potato, spectrophotometry, natural reagent, method optimization

DAFTAR ISI

| | |
|-----------------------------------|------------------------------|
| LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI..... | Error! Bookmark not defined. |
| LEMBAR PERNYATAAN SKRIPSI | ii |
| ABSTRAK | iv |
| ABSTRACT | v |
| KATA PENGANTAR..... | vi |
| DAFTAR ISI..... | viii |
| DAFTAR GAMBAR | xi |
| DAFTAR TABEL | xii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiii |
| DAFTAR ISTILAH DAN LAMBANG..... | xv |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| 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 | 5 |
| 2.1 Ammonia..... | 5 |
| 2.2 Pupuk ZA | 8 |
| 2.3 Ubi Ungu | 10 |
| 2.4 Antosianin | 12 |
| 2.5 Warna Ekstrak Antosianin..... | 14 |
| 2.6 Spektrofotometri UV-Vis..... | 16 |
| BAB III METODE PENELITIAN..... | 21 |



| | | |
|--|---|-----------|
| 3.1 | Tempat dan Waktu Penelitian..... | 21 |
| 3.2 | Alat dan Bahan Penelitian | 21 |
| 3.2.1 | Alat penelitian..... | 21 |
| 3.2.2 | Bahan penelitian | 21 |
| 3.3 | Tahapan Penelitian | 21 |
| 3.4 | Prosedur Kerja | 22 |
| 3.4.1 | Uji Pendahuluan Reagen Alam..... | 22 |
| 3.4.2 | Preparasi Larutan Stok..... | 22 |
| 3.4.2.1 | Pembuatan Ekstrak Ubi Ungu 50% (b/v) | 22 |
| 3.4.2.2 | Pembuatan Larutan Ammonia 1000 mg/L..... | 22 |
| 3.4.2.3 | Pembuatan Larutan Sulfat 1000 mg/L..... | 23 |
| 3.4.3 | Penentuan Kondisi Optimum..... | 23 |
| 3.4.3.1 | Optimasi Waktu Reaksi | 23 |
| 3.4.3.2 | Optimasi Konsentrasi Ekstrak Ubi Ungu..... | 24 |
| 3.4.4 | Pembuatan Kurva Baku Standar Ammonia | 24 |
| 3.4.5 | Penentuan Kadar Ammonia dalam Sampel | 24 |
| 3.4.6 | Uji Selektivitas Metode dengan Penambahan Konsentrasi Sulfat sebagai Pengganggu..... | 26 |
| 3.4.7 | Analisis Data..... | 26 |
| 3.4.7.1 | Perhitungan Persamaan Regresi Linear dan Koefisien Korelasi | 26 |
| 3.4.7.2 | Perhitungan Standar Deviasi..... | 27 |
| 3.4.7.3 | Perhitungan % Akurasi | 27 |
| 3.4.7.4 | Perhitungan % Kesalahan | 27 |
| 3.4.7.5 | Uji T..... | 27 |
| 3.4.7.6 | Penentuan Kadar Ammonia dalam Sampel | 28 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN | | 29 |



| | | |
|---|--|-----------|
| 4.1 | Penentuan Kondisi Optimum | 29 |
| 4.1.1 | Optimasi Waktu Reaksi..... | 30 |
| 4.1.2 | Optimasi Konsentrasi Ekstrak | 31 |
| 4.2 | Pembuatan Kurva Baku Standar Ammonia..... | 34 |
| 4.3 | Penentuan Kadar Ammonia pada Pupuk ZA..... | 35 |
| 4.4 | Uji Selektivitas Metode dengan Penambahan Konsentrasi Sulfat sebagai Pengganggu..... | 38 |
| BAB V KESIMPULAN DAN SARAN | | 41 |
| 5.1 | Kesimpulan..... | 41 |
| 5.2 | Saran..... | 41 |
| DAFTAR PUSTAKA..... | | 42 |
| LAMPIRAN | | 47 |



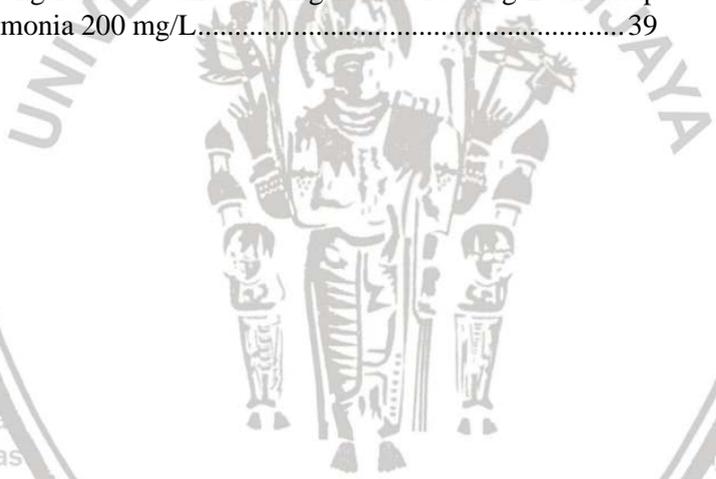
DAFTAR GAMBAR

| | |
|---|----|
| Gambar 2.1. Reaksi yang terjadi pada penentuan kadar nitrogen ammonia dengan metode fenat | 6 |
| Gambar 2.2. Struktur kimia antosianin | 13 |
| Gambar 2.3. Perkiraan perubahan struktur peonidin-3-(6"-kaffeol)-sophorosida-5-glukosida karena pH | 15 |
| Gambar 2.4. Warna ekstrak ubi ungu pada berbagai pH | 16 |
| Gambar 2.5. Bagian-bagian alat spektrofotometer..... | 18 |
| Gambar 3.1. Rangkaian Alat Pipa U..... | 25 |
| Gambar 4.1. Spektra sinar tampak ekstrak ubi ungu dengan ammonia | 29 |
| Gambar 4.2. Grafik hubungan antara waktu dengan absorbansi larutan yang terbentuk dari reaksi ammonia dengan antosianin pada ekstrak ubi ungu..... | 30 |
| Gambar 4.3. Pengamatan optimasi konsentrasi ekstrak..... | 32 |
| Gambar 4.4. Kurva hubungan antara konsentrasi ammonia dengan absorbansi pada berbagai variasi konsentrasi ekstrak ubi ungu | 33 |
| Gambar 4.5. Grafik hubungan konsentrasi ammonia terhadap absorbansi..... | 35 |
| Gambar 4.6. Perubahan warna ekstrak ubi ungu sebelum dan setelah destilasi | 35 |
| Gambar 4.7. Pengamatan larutan pengujian kadar ammonia pada sampel pupuk ZA..... | 37 |
| Gambar 4.8. Distribusi spesi ammonia pada perbagai pH | 38 |
| Gambar 4.9. Pengamatan larutan uji selektivitas metode | 39 |



DAFTAR TABEL

| | |
|--|----|
| Tabel 4.1. Nilai koefisien determinasi dan kemiringan pada berbagai variasi konsentrasi ekstrak ubi ungu..... | 33 |
| Tabel 4.2. Hasil pengukuran sampel menggunakan metode uji* | 36 |
| Tabel 4.3. Pengaruh ion sulfat 50 mg/L dan 100 mg/L terhadap pengujian ammonia 200 mg/L..... | 39 |



DAFTAR LAMPIRAN

| | | |
|-------------|---|----|
| Lampiran A. | Tahapan Penelitian..... | 47 |
| Lampiran B. | Skema Kerja | 48 |
| B.1 | Preparasi Ekstrak Ubi Ungu 50% (b/v)..... | 48 |
| B.2 | Preparasi Larutan Stok Ammonia 1000 ppm..... | 48 |
| B.3 | Preparasi Larutan Sulfat 1000 ppm | 49 |
| Lampiran C. | Perhitungan dan Pembuatan Larutan | 49 |
| C.1 | Preparasi Larutan Ammonia..... | 49 |
| C.1.1 | Larutan Stok Ammonia 1000 ppm | 49 |
| C.1.2 | Larutan Deret Standar Ammonia..... | 49 |
| C.2 | Preparasi Larutan Ekstrak Ubi Ungu..... | 50 |
| C.3 | Pembuatan Larutan Sulfat..... | 50 |
| Lampiran D. | Analisis Data..... | 51 |
| D.1 | Optimasi Waktu Reaksi | 51 |
| D.1.1 | Uji T antara Absorbansi Menit Ke-5 dengan Menit Ke-60 | 52 |
| D.1.2 | Uji ANOVA Optimasi Waktu Reaksi..... | 52 |
| D.2 | Optimasi Konsentrasi Ekstrak | 53 |
| D.2.1 | Ekstrak Ubi Ungu 2,5% | 53 |
| D.2.2 | Ekstrak Ubi Ungu 4% | 54 |
| D.2.3 | Ekstrak Ubi Ungu 5% | 55 |
| D.2.4 | Ekstrak Ubi Ungu 10% | 56 |
| D.2.5 | Ekstrak Ubi Ungu 12,5% | 57 |
| D.2.6 | Ekstrak Ubi Ungu 15% | 58 |
| D.3 | Penentuan Kadar Ammonia dalam Pupuk ZA..... | 59 |



| | |
|--|----|
| D.4 Uji Selektivitas Metode dengan Penambahan Konsentrasi Sulfat 50 ppm sebagai Pengganggu..... | 61 |
| D.5 Uji Selektivitas Metode dengan Penambahan Konsentrasi Sulfat 100 ppm sebagai Pengganggu..... | 62 |
| Lampiran E. Dokumentasi Penelitian..... | 64 |



DAFTAR ISTILAH DAN LAMBANG

| Simbol/singkatan | Keterangan |
|------------------|--|
| ZA | <i>Zwavelzure Ammonia</i> |
| BSN | Badan Standarisasi Nasional |
| UV | <i>Ultraviolet</i> |
| Visible | Sinar tampak |
| Buffer | Larutan yang dapat mempertahankan pH |
| Hidrolisis | Pemecahan senyawa melalui penambahan air |
| Korelasi | Nilai keterkaitan dua variabel |





BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Saat ini, teknologi berkembang dengan pesat dan memberikan manfaat, termasuk pada bidang pertanian, teknologi dapat meningkatkan hasil produksi pertanian, namun tetap ada berbagai kendala yang muncul. Salah satu kendala yang dihadapi petani saat proses produksi tanaman pangan yaitu hilangnya unsur hara yang terkandung pada tanah dan diserap akar tanaman untuk kelangsungan hidup tanaman tersebut. Maka dari itu, diperlukan pemupukan untuk menambah unsur hara yang hilang [1].

Pemberian pupuk berfungsi untuk menyempurnakan kebutuhan unsur hara tanaman serta dapat memperbaiki struktur tanah. Nitrogen merupakan salah satu unsur hara yang sangat dibutuhkan pada proses pertumbuhan vegetatif tanaman, karena nitrogen berperan untuk pembentukan daun hijau segar dan mengandung serat. Pupuk anorganik mengandung unsur nitrogen, pupuk anorganik yang sering ditemukan di pasaran yaitu pupuk urea dan pupuk ZA. Teknologi pada bidang pemupukan terus berkembang, mengacu pada prinsip dan tujuan untuk meningkatkan produktivitas pertanian dan kelestarian lingkungan, sehingga berbagai jenis dan merek pupuk buatan bermunculan dan beredar di pasaran [1]. Namun, pupuk buatan ini belum teruji kualitas dan juga kesesuaian kandungannya dengan yang tertera pada label kemasan pupuk tersebut. Salah satu kandungan utama pupuk ZA adalah nitrogen ammonia. Diperlukan suatu upaya perlindungan terhadap petani, melalui pengujian kualitas pupuk di laboratorium dengan suatu metode penentuan kadar ammonia pada pupuk ZA yang cepat, otomatis, dan efektif sehingga dapat diketahui kualitas pupuk ZA.

Beberapa metode analisis seperti metode formol, metode Kjeldahl, metode fenat, metode biru indofenol dan metode OPA dapat dilakukan untuk penentuan kadar ammonia. Namun, metode ini memerlukan prosedur yang rumit, bahan kimia yang beracun, waktu analisis lama, suhu tinggi atau menggunakan katalis yang mengandung logam [2]. Sebagai pengganti dari metode analisis tersebut, digunakan metode spektrofotometri sinar tampak dengan

pereaksi alami yang dapat mengurangi penggunaan bahan kimia yang beracun dan memanfaatkan potensi bahan alam yang ada di sekitar.

Saat ini, prinsip *green chemistry* sangat penting untuk mencapai metode analisis yang ramah lingkungan dan menggunakan produk alami sebagai pereaksi, bukannya zat kimia sintetis yang beracun. Ketika melakukan analisis kimia. Ekstrak alami dari tumbuhan seperti kubis merah, bunga dahlia, dan tumbuhan lainnya dapat dimanfaatkan sebagai indikator asam-basa. Antosianin merupakan salah satu senyawa alami yang dapat digunakan sebagai indikator pH. Sianidin, delphinidin, pelargonidin, peonidin, malvidin, dan petunidin adalah jenis antosianidin yang sering ditemui di bunga, buah, dan sayur seperti ubi ungu. Ammonia yang bersifat basa dapat bereaksi dengan antosianin dari ekstrak ubi ungu sebagai reagen indikator alami [3].

Berdasarkan pernyataan tersebut, pada penelitian ini akan mengkaji mengenai penentuan kadar ammonia dalam sampel pupuk ZA secara spektrofotometri dengan ekstrak ubi ungu sebagai pereaksi serta pengujian selektivitasnya. Maka penelitian ini mengambil judul “Penentuan Kadar Ammonia pada Pupuk ZA dengan Metode Spektrofotometri Sinar Tampak Menggunakan Ekstrak Ubi Ungu (*Ipomoea batatas*)”.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan beberapa rumusan masalah dalam penelitian sebagai berikut:

1. Bagaimana kondisi optimum waktu reaksi yang dibutuhkan untuk melaksanakan metode penentuan kadar ammonia pada pupuk ZA secara spektrofotometri sinar tampak dengan ekstrak ubi ungu sebagai pereaksi?
2. Bagaimana kondisi optimum konsentrasi ekstrak yang dibutuhkan untuk melaksanakan metode penentuan kadar ammonia pada pupuk ZA secara spektrofotometri sinar tampak dengan ekstrak ubi ungu sebagai pereaksi?
3. Bagaimana korelasi hubungan antara konsentrasi ammonia dengan absorbansi zat antosianin yang didapat dari ekstrak ubi ungu?
4. Bagaimana tingkat selektivitas metode penentuan kadar ammonia pada pupuk ZA secara spektrofotometri sinar tampak dengan ekstrak ubi ungu sebagai pereaksi?



1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan beberapa batasan masalah dalam penelitian sebagai berikut:

1. Karakterisasi antosianin yang telah diekstraksi dari ubi ungu dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 400-800 nm
2. Karakterisasi antosianin yang telah bereaksi dengan ammonia dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 400-800 nm
3. Variasi konsentrasi ekstrak ubi ungu yang digunakan sebagai pereaksi 2,5-15%
4. Variasi konsentrasi deret standar ammonia yang digunakan 0-250 mg/L
5. Variasi waktu reaksi yang dilakukan yaitu 5-60 menit
6. Sampel penelitian yang digunakan berupa pupuk ZA

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian sebagai berikut:

1. Menentukan waktu reaksi optimum pada metode penentuan kadar ammonia secara spektrofotometri sinar tampak dengan ekstrak ubi ungu sebagai pereaksi
2. Menentukan konsentrasi ekstrak ubi ungu optimum pada metode penentuan kadar ammonia secara spektrofotometri sinar tampak dengan ekstrak ubi ungu sebagai pereaksi
3. Mengkaji korelasi hubungan antara konsentrasi ammonia dengan absorbansi zat antosianin yang didapat dari ekstrak ubi ungu
4. Menguji selektivitas metode penentuan kadar ammonia secara spektrofotometri sinar tampak dengan ekstrak ubi ungu sebagai pereaksi

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian sebagai berikut:

1. Untuk petani, penelitian ini diharapkan memberikan informasi mengenai cara mengawasi kualitas pupuk yang digunakan saat proses pemupukan tanaman
2. Untuk ilmu pengetahuan, penelitian ini diharapkan dapat menjadi salah satu sumber informasi ilmiah yang berguna untuk pengembangan ilmu pengetahuan yang berkaitan dengan

penentuan kadar ammonia dengan pereaksi alami, yang salah satunya adalah dari ekstrak ubi ungu

3. Untuk peneliti lainnya, penelitian ini diharapkan dapat menjadi suatu referensi yang berkaitan dengan penentuan kadar ammonia secara spektrofotometer dengan ekstrak ubi ungu



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ammonia

Ammonia adalah gas dengan rumus kimia NH_3 yang tidak berwarna, bersifat sangat mengiritasi, higroskopis, dan berbau menyengat, memiliki titik didih -33°C . Ammonia memiliki densitas sekitar 0,6 kali densitas udara pada suhu yang sama dan dapat terbakar pada suhu dan konsentrasi tinggi. Ammonia mudah dikompresi membentuk cairan jernih tak berwarna. Ammonia biasanya berasal dari sisa pakan ikan, pengolahan limbah, pengolahan batu bara, aktivitas mikroba, industri kimia, air seni, tinja, dan oksidasi zat organik [4].

Kelarutan ammonia di dalam air sangat besar. Namun dengan kenaikan suhu, kelarutan ammonia akan menurun secara tajam. Ammonia bereaksi dengan air secara reversibel, menghasilkan ion ammonium dan ion hidroksida, dengan persamaan reaksi seperti berikut [5]:



Ammonia tidak terurai sempurna dalam air, sehingga ammonia termasuk ke dalam golongan basa lemah. Setiap ion hidroksida yang terbentuk akan menambah pH larutan dan merubah suasana larutan menjadi basa. Apabila ion hidroksida atau ammonium bereaksi lebih lanjut dengan ion atau senyawa lain dalam air, maka kesetimbangan reaksi tersebut akan tetap terjaga dengan pembentukan ammonia lebih banyak lagi [5].

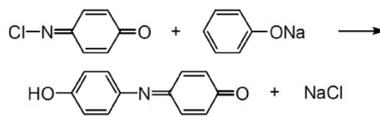
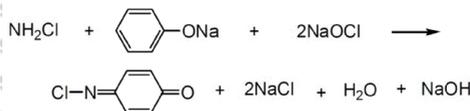
Ammonia dan garam-garam ammonia adalah senyawa yang kelarutannya besar di dalam air. Ion ammonium dengan rumus NH_4^+ adalah kation poliatomik bermuatan positif yang merupakan transisi dari ammonia. Ammonia dapat membentuk senyawa kompleks dengan berbagai ion logam. Di dalam air, ammonia memiliki dua bentuk yaitu ammonia terionisasi dan ammonia tidak terionisasi. Ammonia yang terionisasi memiliki sifat toksik yang cukup rendah, sedangkan ammonia yang tidak terionisasi lebih bersifat toksik dan dapat mengganggu syaraf hewan air, sedangkan Ketika kadar oksigen terlarut rendah, toksisitas ammonia dalam air meningkat. Adanya bakteri pengurai sangat mempengaruhi kadar oksigen yang secara alami terlarut dalam air [6].



Dapat terlihat dari hasil uji in vitro binatang di laboratorium bahwa ammonia bersifat beracun. Paparan akut untuk garam ammonium mempunyai nilai LD50 sebesar 350-750 mg/kg berat badan. Dosis tunggal untuk berbagai jenis garam ammonium sebesar 200-500 mg/kg berat badan mengakibatkan kerusakan ginjal, menyebabkan edema paru, dan disfungsi sistem saraf. Dosis ammonium klorida 0,9% (sekitar 290 mg ammonia per kg berat badan per hari) pada air minum bisa menghambat pertumbuhan janin tikus hamil [7].

Aktivitas mikrobiologi bisa menurunkan kandungan fenol dan BOD, mereduksi sulfat menjadi sulfid, juga mengubah keseimbangan nitrit-nitrat ammonia. Apabila ammonia disimpan pada temperatur ruang, dalam waktu lama, dan tidak segera diawetkan atau diperiksa akan sangat berpengaruh terhadap hasil pemeriksaan dan menyebabkan bau yang cukup menyengat. Hal ini dikarenakan berkurangnya kandungan oksigen terlarut dalam air. Oksigen terlarut pada air berfungsi untuk mengoksidasi senyawa-senyawa kimia oleh mikroorganisme, sehingga akan menyebabkan pencemaran air [8].

Terdapat berbagai macam metode untuk menentukan nitrogen ammonia dalam air, yaitu metode fenat, metode fenat terotomasi, metode formol, metode Nessler, metode kjeldahl, dan metode selektif-ion [9]. Namun, menurut BSN [10], pengujian nitrogen ammonia pada pupuk ZA dilakukan dengan metode formol atau biasa disebut titrasi formaldehid.



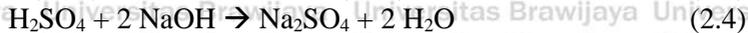
Gambar 2.1. Reaksi yang terjadi pada penentuan kadar nitrogen ammonia dengan metode fenat

Prinsip metode fenat yaitu terbentuknya senyawa kompleks indofenol yang berwarna biru dan menyerap cahaya pada panjang gelombang 600-660 nm. Namun metode fenat ini terganggu apabila turbiditas dan juga jika alkalinitas larutan analit > 500 mg/L CaCO₃. Maka dari itu, diperlukan destilasi sampel terlebih dahulu untuk meminimalkan gangguan [11]. Prinsip metode fenat terotomasi sama saja dengan metode fenat, perbedaannya terletak pada sistem otomatis berupa aliran kontinu terdapat pada metode fenat terotomasi, sehingga dapat dilakukan analisa sampel dalam jumlah yang lebih besar dalam suatu periode waktu [9]. Reaksi yang terjadi pada penentuan kadar nitrogen ammonia dengan metode fenat ditunjukkan pada **Gambar 2.1** [9].

Prinsip metode Nessler yaitu reaksi reagen Nessler dengan nitrogen ammonia yang menghasilkan larutan kompleks berwarna kuning coklat yang absorbansinya berbanding lurus dengan konsentrasi ammonia pada sampel, mengikuti hukum Lambert-Beer. Kadar ammonia ditentukan dengan spektrofotometri. Pada analisa dengan metode Nessler, kisaran kandungan nitrogen ammonia yang dapat ditentukan yaitu 20 µg/L hingga 5 mg/L, bila sampel memiliki kadar yang lebih besar, dapat dilakukan pengenceran sampel terlebih dahulu. Berikut ini merupakan reaksi ammonia dengan reagen Nessler [9]:



Prinsip metode Formol yaitu menentukan jumlah gugus amina pada asam amino maupun pada senyawa lain dengan cara menambahkan formaldehida ke dalam larutan sampel yang sudah dinetralkan, formaldehida akan bereaksi dengan gugus amina pada sampel, membebaskan sejumlah H⁺ yang setara dengan jumlah seluruh gugus amina yang bereaksi. Dari sejumlah H⁺ yang dibebaskan itu, dapat diperkirakan jumlah gugus amina yang setara dengan titrasi asam basa menggunakan NaOH. Berikut ini merupakan reaksi pada penentuan kadar ammonia metode Formol [12]:



Penentuan kadar nitrogen ammonia dengan metode Kjeldahl dapat dilakukan ketika sampel sudah didestilasi, lalu sampel diberi buffer borat pH 9,5, larutan hasil destilasi nitrogen-ammonia ditampung ke dalam larutan penampung asam borat, larutan ini



ditambahkan indikator campuran metil merah – metil biru, kemudian dititrasi dengan asam sulfat 0,02 N sampai dicapai suatu titik akhir titrasi. Berikut ini merupakan reaksi yang terjadi pada penentuan kadar nitrogen ammonia dengan metode Kjeldahl [9]:



Prinsip metode elektroda selektif-ion yaitu elektroda dengan membran semi permeabel yang bersifat hidrofobik digunakan untuk pemisahan larutan ammonium klorida pada elektroda, nitrogen ammonia yang terlarut (NH_3 dan NH_4^+) akan berubah menjadi $\text{NH}_3 - \text{N}$ pada pH larutan > 11 , sehingga ditambahkan basa sampai pH melebihi 11. Dengan metode ini, $\text{NH}_3 - \text{N}$ terdifusi melalui membran, menyebabkan bertambahnya pH larutan internal, perubahan pH ini akan terdeteksi oleh elektroda gelas. Metode ini dapat mengukur analit dengan kadar nitrogen - ammonia 0,03 – 1400 mg/L [13].

2.2 Pupuk ZA

Pupuk merupakan sumber unsur hara buatan yang dibutuhkan untuk melengkapi kebutuhan unsur hara tanaman. Saat proses pertumbuhan, perkembangan, dan proses reproduksi, tumbuhan memerlukan nutrisi berupa air dan zat mineral. Nutrisi tersebut akan diserap melalui akar, daun, dan juga batang tanaman. Setiap nutrisi mempunyai fungsinya masing-masing dan saling mendukung satu sama lain. Nutrisi yang cukup juga berpengaruh pada peningkatan produktivitas pertanian [14].

Tanaman membutuhkan unsur hara seperti nitrogen, fosfor, dan kalium dalam jumlah banyak. Nitrogen merupakan komponen utama protein dan berpengaruh secara cepat dalam meningkatkan pertumbuhan tanaman secara umum. Fosfor berfungsi untuk menyebarkan energi ke seluruh bagian tanaman, merangsang tumbuh kembang akar, dan juga merangsang pertumbuhan tanaman. Sedangkan kalium berfungsi untuk mengaktivasi enzim dan dapat membantu proses pembentukan protein, gula, dan karbohidrat serta meningkatkan daya tahan tanaman terhadap penyakit-penyakit tanaman dan menguatkan jaringan tanaman [15]. Sulfur, magnesium, seng, tembaga, kalsium, besi, dan boron merupakan unsur hara yang dibutuhkan tanaman dalam jumlah kecil. Pada pupuk, biasanya unsur nitrogen ditemukan berupa senyawa nitrat, ammonium, amin, dan sianida. Contohnya yaitu kalium nitrat, ammonium fosfat, kalsium

sianida, dan urea. Pupuk nitrogen terdapat dalam berbagai bentuk, yaitu kristal, prill, tablet, cair, dan pelet [16].

Pupuk dibedakan menjadi dua jenis, yaitu pupuk anorganik dan organik. Pupuk anorganik adalah pupuk yang melalui proses pembuatan di pabrik dengan cara kimia. Contoh pupuk anorganik yaitu phonska, pelangi, urea, dan lain-lain. Keunggulan penggunaan pupuk anorganik yaitu dapat meningkatkan produktivitas tanaman secara signifikan. Namun dalam jangka panjang, penggunaan berlebihan pupuk anorganik dapat memberi akibat buruk terhadap kondisi tanah, mampu mengubah pH tanah menjadi asam, kurang mampu menyimpan air, dan membuat tanah menjadi cepat keras, sehingga menurunkan produktivitas tanaman [15].

Sedangkan pupuk organik merupakan pupuk yang terdiri dari bahan alami, berasal dari hewan maupun tanaman yang sudah melalui proses rekayasa. Pupuk organik dapat berupa cairan dan juga padatan. Pupuk organik digunakan untuk memperbaiki sifat biologi, fisik, dan kimia tanah melalui bahan organik yang dikandungnya. Sumber bahan organik yang dapat digunakan untuk pembuatan pupuk organik yaitu kompos, pupuk hijau, pupuk kandang, limbah ternak, dan sisa panen (sabut kelapa, tongkol jagung, dan jerami). Pupuk organik memiliki keunggulan, yaitu mengurangi pencemaran lingkungan, mencegah degradasi lahan, meningkatkan kualitas lahan secara berkelanjutan dan meningkatkan kualitas maupun kuantitas produksi pertanian. Namun, pupuk organik juga memiliki kekurangan, yaitu mengandung unsur hara yang jumlahnya sedikit, membutuhkan waktu yang relatif lama untuk menghasilkan nutrisi yang siap diserap oleh tanaman, memiliki kelarutan yang relatif rendah, dan respon tanaman ketika diberi penambahan pupuk organik tidak sebaik saat tanaman diberi pupuk anorganik. Oleh karena itu, penggunaan pupuk organik tidak sebanyak pupuk anorganik, karena dianggap kurang memenuhi kebutuhan nutrisi tanaman secara efektif [15].

Pupuk ZA (Zwavelzure Ammoniak) atau ammonium sulfat merupakan salah satu pupuk anorganik yang juga bisa berperan untuk membunuh tanaman pengganggu (gulma). Pupuk ZA dibuat untuk memberikan unsur hara nitrogen dan belerang tambahan pada tanaman. Apabila dibandingkan dengan jenis pupuk lainnya, seperti urea atau ammonium nitrat, pupuk ZA memiliki kandungan nitrogen yang lebih sedikit, sehingga biaya pemupukan per kualitas nitrogen



yang diberikan pada usaha pertanian agak meningkat. Meskipun seperti itu, pupuk ZA juga dapat memberi kandungan unsur hara lainnya yaitu belerang. Dibandingkan dengan pupuk lainnya, pupuk ZA memiliki beberapa keunggulan, yaitu mengandung unsur nitrogen dan belerang. Pada pupuk nitrogen lainnya, seperti urea, ammonium nitrat, dan natrium nitrat tidak terdapat kandungan belerang. Keunggulan lainnya yaitu ion ammonium dapat langsung diserap oleh tanaman, sehingga bantuan mikroorganisme tanah untuk mengurai ion ammonium menjadi unsur nitrogen tidak terlalu dibutuhkan, sedangkan pupuk urea tetap membutuhkan mikroorganisme untuk mengurai urea menjadi unsur nitrogen [17].

Pupuk ZA biasa digunakan sebagai *adjuvant* semprot pertanian untuk fungisida, insektisida, dan herbisida yang dapat larut dalam air. Pupuk ZA atau ammonium sulfat dapat mengikat kation-kation kalsium dan besi pada air, dan juga pada sel. Selain itu, pupuk ZA juga dapat digunakan sebagai *adjuvant* yang cukup efektif bagi glyphosate, glufosinate dan herbisida 2,4-D (amina). Pupuk ZA berbentuk granula higroskopik atau kristal putih, memiliki rumus molekul $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ dengan berat molekul 132,14 g/mol. Pupuk ZA pada umumnya mengandung 21% unsur nitrogen dan 24% unsur belerang. Nitrogen berfungsi sebagai unsur hara yang membuat bagian tanaman menjadi lebih segar dan hijau karena mengandung banyak butir hijau daun yang cukup berguna pada saat proses fotosintesis, menambah kandungan protein hasil panen, dan mempercepat pertumbuhan tanaman. Pupuk ZA baik digunakan pada tanah dengan suasana basa (alkalis). Ion ammonium dilepaskan pada tanah dan memberikan suasana sedikit asam, mengurangi keseimbangan pH tanah, sekaligus memberikan nitrogen esensial untuk membantu tumbuh kembang tanaman. Kelemahan dari pupuk ZA yaitu kadar nitrogen di dalam pupuk ZA yang relatif rendah [17]. Menurut BSN [10], syarat mutu pupuk ZA yaitu mengandung nitrogen minimal 20,8%.

2.3 Ubi Ungu

Ubi jalar (*Ipomoea batatas*) adalah suatu tanaman jenis umbi-umbian dan tergolong tumbuhan tahunan. Ubi jalar ditemukan pada daerah tropis Amerika. Ubi jalar dapat ditanam pada daerah dataran tinggi maupun dataran rendah dengan temperatur 27 °C dan lama penyiraman 11-12 jam per hari [18]. Ubi jalar telah menyebar ke hampir seluruh daerah di Indonesia seperti Sumatera, Jawa Timur,



Jawa Tengah, Jawa Barat, Papua dan Bali sejak tahun 1960. Walau sudah tersebar ke hampir seluruh di Indonesia, hanya Papua yang menjadikan ubi jalar sebagai bahan makanan pokok, meskipun jagung dan padi masih lebih banyak digunakan [19]. Ubi jalar adalah bahan pangan yang mengandung vitamin C, vitamin A (betakaroten), riboflavin, dan vitamin B1 (thiamin). Selain itu, ubi jalar mengandung beberapa mineral, yaitu fosfor (P), kalsium (Ca), dan zat besi (Fe). Ubi jalar juga memiliki kandungan abu, serat kasar, dan lemak. Total kadar antosianin yang terkandung pada ubi jalar bervariasi sekitar antara 20 – 600 mg dalam 100 gram berat basah ubi jalar. Sedangkan total kadar antosianin yang terkandung pada ubi jalar ungu sekitar 519 miligram per 100 gram berat basah ubi jalar ungu [20]. Struktur utama ubi jalar terdiri atas akar, batang, umbi, biji, buah, bunga, dan daun. Akar ubi jalar dikelompokkan menjadi dua jenis, yaitu akar penyerap hara dalam tanah yang biasa disebut akar sejati (akar serabut) dan akar tunggang warna putih yang dapat menyimpan energi hasil fotosintesis yang dapat membengkak membentuk ubi atau akar lumbung[21]. Batang tanaman ubi jalar berbentuk bulat, berbuku-buku, dan tidak berkayu. Tipe pertumbuhan ubi jalar yaitu menjalar atau tegak dan merambat. Pada ubi jalar tegak dan merambat, panjang batangnya 1 – 2 m, sedangkan pada ubi jalar merambat, panjang batangnya 2 – 3 m. Batang ubi jalar memiliki tiga tipe yaitu batang kecil untuk tipe merambat, batang sedang untuk tanaman tipe agak tegak (semak), dan batang besar untuk tipe menjalar [22]. Kedudukan taksonomi ubi jalar adalah sebagai berikut [23]:

| | |
|-----------|-------------------|
| Kingdom | : Plantae |
| Divisi | : Spermatophyta |
| Subdivisi | : Angiospermae |
| Kelas | : Dicotyledonae |
| Ordo | : Convolvulus |
| Familia | : Convolvulacea |
| Genus | : Ipomoea |
| Spesies | : Ipomoea batatas |

Ubi jalar dapat dikelompokkan berdasarkan warna dagingnya, yakni ubi jalar putih, ubi jalar kuning, ubi jalar oranye, dan ubi jalar ungu. Pada penelitian ini, akan digunakan ubi jalar ungu atau biasa disebut sebagai ubi ungu. Ubi ungu mulai tersebar ke seluruh dunia dan dikenal terutama pada negara dengan iklim tropis. Ubi ungu

diperkirakan masuk pertama kali ke negara Spanyol melalui Fiji, Kepulauan Guam, Selandia Baru, dan Tahiti pada abad ke-16. Kandungan gizi ubi ungu sebenarnya cukup mirip dengan jenis ubi jalar lainnya, namun ubi ungu memiliki kandungan pigmen antosianin yang relatif tinggi apabila dibandingkan dengan ubi jalar jenis lainnya [24]. Pigmen antosianin pada ubi ungu relatif stabil jika dibandingkan dengan antosianin dari sumber lainnya seperti elderberry, blueberry, jagung merah, dan kubis merah [25]. Pigmen antosianin pada ubi ungu dapat digunakan sebagai antioksidan yang dapat menyerap racun, polusi udara, menghambat terjadinya oksidasi dalam tubuh, serta menghambat terbentuknya gumpalan pada sel-sel darah. Ubi ungu juga memiliki kandungan prebiotik yang tinggi dan serat makanan alami. Kandungan ubi ungu lainnya yaitu betakaroten, semakin gelap warna ubi ungu maka semakin tinggi konsentrasi betakaroten pada ubi ungu [19].

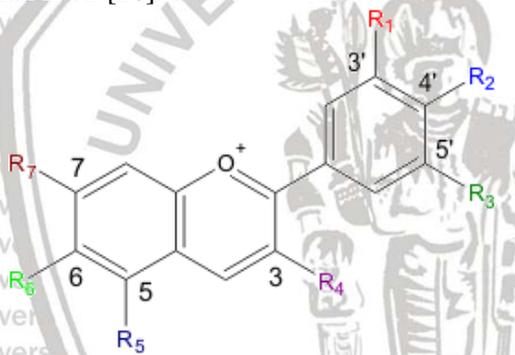
2.4 Antosianin

Antosianin adalah salah satu pewarna alami karena banyak ditemukan pada bunga dan buah-buahan berupa zat berwarna merah, oranye, ungu, atau biru. Antosianin tergolong senyawa flavonoid yang dapat berfungsi menjadi antioksidan. Antosianin pada bentuk aglikon memiliki aktivitas lebih tinggi dibandingkan dalam antosianin pada bentuk glikosidanya. Zat pewarna alami antosianin dapat digolongkan ke dalam turunan benzopiran. Ciri-ciri dari turunan benzopiran yaitu pada struktur utamanya terdapat cincin aromatik benzena (C_6H_6) yang terhubung dengan tiga atom karbon yang membentuk cincin [26]. Antosianin merupakan salah satu senyawa organik satu kelas dari senyawa flavonoid, yang secara luas diklasifikasikan dalam polifenol tumbuhan. Flavonol, flavon, flavanon, dan flavonoid-3-ol merupakan kelas tambahan flavonoid yang berbeda dalam oksidasi dari antosianin. Struktur kimia dari senyawa antosianin ditunjukkan pada **Gambar 2.2** [26].

Warna yang diberikan senyawa antosianin merupakan hasil dari struktur kombinasi antosianin dengan monosakarida. Antosianin terasilasi dapat ditemukan pada kubis ungu, lobak, dan ubi jalar ungu. Gugus asil dapat meningkatkan kestabilan pigmen antosianin. Pigmen antosianin seringkali dikonsumsi oleh manusia dan hewan dalam bentuk sayur dan buah dan belum pernah mengakibatkan keracunan atau menyebabkan terjadinya suatu penyakit. Bahkan pigmen



antosianin dan berbagai senyawa flavonoid lainnya telah menunjukkan dampak baik bagi kesehatan tubuh. Antosianin berperan dalam melindungi tubuh manusia dari kerusakan akibat radikal bebas. Flavonoid dalam tubuh dapat digunakan untuk memperbanyak kadar vitamin C pada sel-sel tubuh, mengurangi kebocoran serta pecahnya pembuluh darah kecil [26].



Gambar 2.2. Struktur kimia antosianin

Degradasi antosianin dapat dibantu oleh beberapa enzim, seperti glukosidase dan polifenol oksidase. Enzim glukosidase dapat merangsang berlangsungnya hidrolisis ikatan gula antara gugus glikon dan aglikon. Peristiwa hidrolisis ini memicu pembentukan cincin aromatik yang selanjutnya menghasilkan senyawa kalkon. Terdapat 539 jenis senyawa antosianin yang berhasil diisolasi di alam, namun hanya 6 jenis yang terdapat dalam bahan pangan, yaitu pelargonidin, petunidin, cyanidin, peonidin, delphinidin, dan malvidin. Pigmen antosianin dapat larut dalam air, tersedia dalam bentuk glikon sebagai gula yang terikat secara glikosidik dan juga terdapat dalam bentuk aglikon sebagai antosianidin. Antosianin stabil dalam suasana asam pada pH sekitar 1-4, dan menunjukkan warna biru, ungu, merah, merah muda, oranye, hingga oranye. Antosianin lebih larut dalam pelarut polar seperti air dibandingkan pada pelarut non polar dan karakteristik tersebut dapat mempermudah proses pemisahan dan juga proses ekstraksi [27].

Pada proses mengekstrak antosianin, penyimpanan, dan pengolahan makanan, terdapat kemungkinan terjadinya degradasi antosianin. Stabilitas antosianin dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu pH, cahaya, temperatur, keberadaan oksigen, keberadaan



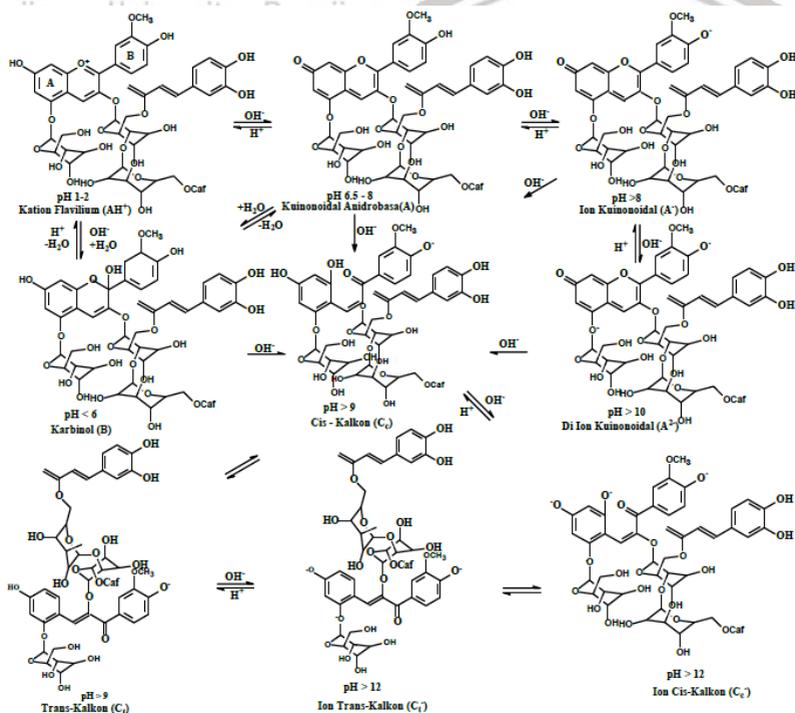
ion logam, perubahan struktur spesifik antosianin (asilasi dengan asam aromatic atau alifatik, glikolisasi), kadar gula, enzim, dan pengaruh sulfur oksida. Antosianin memiliki stabilitas yang lebih besar pada larutan dengan suasana asam daripada pada suasana alkali atau netral. Antosianin pada berbagai pH larutan akan menghasilkan struktur kimia yang berbeda. Antosianin berupa kation flavinium pada pH 1, sehingga menimbulkan warna merah. Antosianin berupa campuran kation flavinium dan quinoidal pada pH 2-4. Antosianin berupa dua senyawa yang tidak berwarna yaitu karbinol pseudobasa dan kalkon pada pH 5-6 [28].

Stabilitas antosianin juga dipengaruhi oleh suhu. Selama proses penyimpanan yang diiringi dengan kenaikan suhu, laju kerusakan (degradasi) antosianin cenderung meningkat. Degradasi termal menyebabkan antosianin kehilangan warna dan akhirnya terjadi pencoklatan. Peningkatan suhu dan pH yang bersamaan menyebabkan degradasi antosianin pada buah ceri. Pemanasan pada suhu tinggi dalam waktu singkat (*High Temperature Short Time*) dapat menjadi suatu proses pemanasan terbaik yang masih bisa mencegah terjadinya kerusakan antosianin. Molekul antosianin juga dapat terdegradasi apabila terkena paparan cahaya. Hidrolisis antosianin merupakan alasan utama hilangnya pigmen warna antosianin [26].

2.5 Warna Ekstrak Antosianin

Warna ekstrak antosianin akan berubah seiring dengan perubahan pH 1 sampai 14 dari warna merah, ungu, biru, hijau, dan juga kuning. Pada pH yang berbeda, struktur antosianin akan menunjukkan perubahan dari kation flavilium menjadi pseudobasa hemiketal karbinol, kuinonoidal, dan kalkon sehingga antosianin menimbulkan pola perubahan warna. Perubahan struktur antosianin yang disebabkan oleh perubahan pH digunakan sebagai acuan untuk memberi perkiraan perubahan struktur antosianin pada ubi jalar ungu peonidin-3-(6''-kaffeol)-sophorosida-5-glukosida karena pengaruh pH pada **Gambar 2.3** dan perubahan warna yang ditimbulkan dari ekstrak antosianin pada pH 1-14 ditunjukkan pada **Gambar 2.4** [29]





Gambar 2.3. Perkiraan perubahan struktur peonidin-3-(6''-kaffeol)-sophorosida-5-glukosida karena pH

Menurut Mahmudatussa'adah [29], ekstrak antosianin yang berasal dari ubi jawa pada pH 1-3 suasana asam kuat akan memberikan warna merah, pada pH 4-6 suasana asam lemah akan memberikan warna ungu, pada pH 7 akan memberikan warna biru, pada pH 8-9 suasana basa lemah akan memberikan warna hijau, dan pada pH 10-14 suasana basa kuat akan memberikan warna kuning. Menurut Marco [30], struktur antosianin dominan dalam bentuk kation flavilium pada pH asam kuat sehingga memberikan warna merah, struktur tersebut akan berubah menjadi karbinol dan sebagian menjadi kuinonidal pada pH 3-6 sehingga memberikan warna ungu, struktur antosianin akan menjadi dominan kuinonoidal pada pH 6,5-9 sehingga memberikan warna biru, lalu struktur antosianin akan berubah menjadi dominan kalkon pada pH >9 sehingga memberikan warna kuning.



Gambar 2.4. Warna ekstrak ubi ungu pada berbagai pH [31]

Dengan adanya perubahan pH, spektra ekstrak antosianin mengalami pergeseran. Pada pH 1-3, antosianin memiliki panjang gelombang maksimum pada rentang 520-525 nm. Seiring dengan kenaikan nilai pH sampai mencapai pH 3, terjadi pergeseran hipokromik yang ditandai dengan menurunnya nilai absorbansi maksimum. Perubahan spektra terjadi karena perubahan struktur antosianin, dari bentuk kation flavilium menjadi hemiketal atau kuinoidal. Ketika pH dinaikkan dari pH 4 sampai 7, terjadi pergeseran batokromik dari kisaran panjang gelombang 520-525 pada pH 3, ke panjang gelombang 545 nm pada pH 4, 540 nm pada pH 5, 582 nm pada pH 6, dan 590 nm pada pH 7 [32].

Pola spektra antosianin pada pH 8-14 relatif berbeda dengan pola spektra antosianin pada pH 1-7. Pada pH 8-9, antosianin memiliki panjang gelombang maksimum pada rentang 600-630 nm. Seiring dengan kenaikan nilai pH dari 8 sampai 11, terjadi pergeseran hiperkromik, yaitu meningkatnya nilai absorbansi maksimum. Demikian pula pada pH 12 sampai 14, terjadi pergeseran hipokromik, yaitu menurunnya nilai absorbansi maksimum. Perubahan spektra ini terjadi karena perubahan struktur antosianin, dari bentuk kuinonoidal menjadi kalkon. Jika pH dinaikkan dari pH 11 sampai 14, terjadi pergeseran hipsokromik dari kisaran panjang gelombang 365 nm pada pH 11, panjang gelombang 355 nm pada pH 12, 353 nm pada pH 13, dan 350 nm pada pH 14 [32].

2.6 Spektrofotometri UV-Vis

Seperti namanya, spektrofotometer merupakan alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan cahaya dari spektrum pada panjang gelombang tertentu. Fotometer merupakan alat untuk mengukur intensitas cahaya yang diabsorpsi atau yang ditransmisikan. Maka, spektrofotometer adalah alat yang berfungsi untuk mengukur energi relatif ketika energi tersebut diemisikan, ditransmisikan atau direfleksikan sebagai fungsi panjang

gelombang. Keunggulan spektrofotometer yaitu panjang gelombang dari sinar putih dapat lebih mudah dideteksi, dibantu dengan alat pengurai seperti *grating*, celah optis, atau prisma. Pada fotometer, *filter* dari berbagai warna yang mempunyai spesifikasi melewatkan trayek pada panjang gelombang tertentu [33].

Spektrofotometri merupakan suatu cara analisis berdasarkan pengukuran absorbansi sinar monokromatis oleh suatu lajur larutan pada panjang gelombang tertentu dengan menggunakan monokromator prisma atau kisi difraksi dengan detektor fototube. Spektrofotometri sering kali dianggap sebagai improvisasi dari suatu pemeriksaan visual dengan pembelajaran yang lebih mendalam dari serapan energi. Serapan radiasi oleh suatu sampel diukur pada bermacam-macam panjang gelombang yang dialirkan oleh suatu perkam untuk menghasilkan spektrum yang spesifik untuk setiap komponen yang spesifik. Spektrofotometer merupakan alat yang dapat mengukur transmitan atau absorban suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Metode pengukuran yang menggunakan spektrofotometer biasa disebut sebagai spektrofotometri [34].

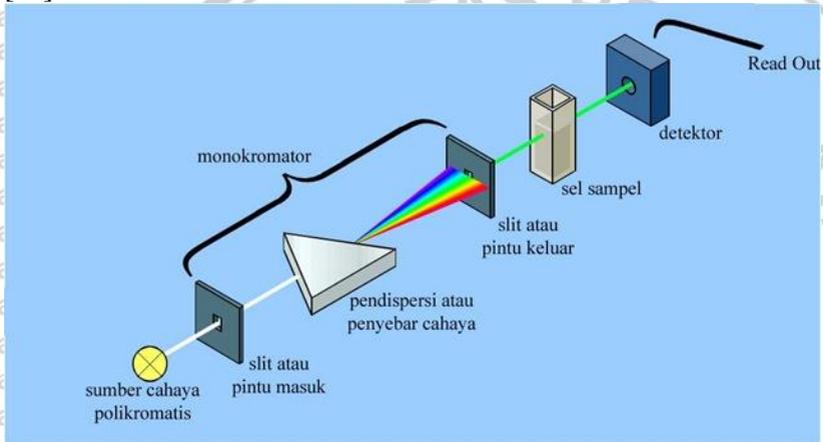
Spektrum elektromagnetik dibagi menjadi beberapa daerah sinar. Suatu daerah sinar akan diserap oleh atom atau molekul. Panjang gelombang cahaya yang diserap dapat memberikan informasi mengenai struktur senyawa yang sedang diamati. Spektrum elektromagnetik mencakup suatu daerah panjang gelombang yang luas dari sinar gamma gelombang pendek berenergi tinggi sampai pada panjang gelombang mikro gelombang panjang berenergi rendah [33].

Spektrum serapan pada daerah *ultraviolet* dan sinar tampak umumnya terdiri dari satu atau beberapa pita serapan yang lebar, seluruh molekul dari sampel yang diamati dapat menyerap radiasi dalam daerah UV maupun *visible*. Kedua daerah tersebut memiliki elektron baik yang dipakai bersama atau tidak, elektron ini dapat dieksitasi ke tingkat yang lebih tinggi. Panjang gelombang saat absorpsi terjadi tergantung pada keterikatan elektron di dalam molekul. Elektron dalam satu ikatan kovalen tunggal memiliki ikatan yang erat, radiasi dengan panjang gelombang pendek, atau energi tinggi, serta diperlukan eksitasinya [33].

Instrumentasi alat yang digunakan pada metode spektrofotometri yang disebut spektrofotometer terdiri dari beberapa



bagian yaitu sumber cahaya – monokromatis – sel sampel – detektor -
read out dengan bagan seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.5**
[35].



Gambar 2.5. Bagian-bagian alat spektrofotometer

Fungsi masing-masing bagian alat spektrofotometer yaitu [33]:

1. Sumber cahaya polikromatis digunakan sebagai sumber cahaya polikromatis yang memiliki beberapa rentang panjang gelombang.
2. Monokromator digunakan untuk menyeleksi panjang gelombang dengan cara mentransformasi cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis. Pada gambar di atas, monokromator disebut sebagai pendispersi atau penyebar cahaya. Pendispersi menyebabkan hanya satu cahaya dengan panjang gelombang tunggal yang telah diatur saja yang dapat mengenai sel sampel. Pada gambar di atas hanya cahaya hijau yang melewati pintu keluar (*slit*).
3. Sel sampel digunakan sebagai tempat menaruh kuvet berisi larutan yang akan dibaca. Kuvet pada umumnya terbuat dari bahan plastik, kaca, atau kuarsa. Kuvet yang terbuat dari bahan silika atau kuarsa merupakan kuvet dengan kualitas yang relatif baik dibandingkan kuvet yang terbuat dari kaca dan plastik. Karena kuvet yang terbuat dari kaca dan plastik dapat menyerap sinar UV, sehingga hanya dapat digunakan pada

spektrofotometer cahaya tampak. Kuvet pada umumnya berbentuk persegi panjang dengan lebar 1 cm.

4. Detektor digunakan sebagai penangkap cahaya yang diteruskan dari sampel, serta mengubah cahaya tersebut menjadi arus listrik.
5. *Read out* digunakan sebagai sistem pembacaan yang menangkap besarnya isyarat arus listrik yang diberikan oleh detektor.

Pada percobaan dengan spektrofotometri, terdapat beberapa poin yang wajib diperhatikan, yaitu saat preparasi alat-alat yang digunakan harus bebas dari zat pengotor, sampel yang dibaca tidak boleh keruh dan harus jernih, untuk spektrofotometri cahaya tampak, sampel harus berupa larutan berwarna [33].

Cahaya yang diserap terukur sebagai absorbansi (A) sedangkan cahaya yang dihamburkan terukur sebagai transmitansi (T), dinyatakan dengan hukum Lambert-Beer, berbunyi: "Jumlah radiasi cahaya tampak (ultraviolet, inframerah dan sebagainya) yang diserap atau ditransmisikan oleh suatu larutan merupakan suatu fungsi eksponen dari konsentrasi zat dan tebal larutan". Berdasarkan hukum Lambert-Beer, muncullah persamaan yang dapat digunakan untuk menghitung jumlah cahaya yang dihamburkan [34]:

$$T = \frac{I_t}{I_0} \quad (2.1)$$

dan absorbansi atau cahaya yang diserap dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut:

$$A = -\log T = -\log \frac{I_t}{I_0} \quad (2.2)$$

dimana I_0 merupakan intensitas sinar datang dan I_t merupakan intensitas sinar setelah melewati sampel. Persamaan yang diturunkan dari hukum Beer dapat ditulis sebagai:

$$A = \epsilon b c \quad (2.3)$$

dimana A merupakan nilai absorbansi, ϵ merupakan koefisien ekstinsi molar, b merupakan tebal larutan (tebal kuvet, biasanya 1 cm), c merupakan konsentrasi larutan yang diukur.

Terdapat beberapa faktor yang menyebabkan kesalahan pengukuran absorbansi/transmitansi dengan alat spektrofotometer, yaitu adanya serapan cahaya oleh pelarut yang digunakan, diatasi dengan penggunaan blanko yang merupakan larutan tanpa komponen yang dianalisis serta pereaksinya, serapan cahaya oleh kuvet, diatasi



dengan penggunaan kuvet yang berbahan kuarsa, dan kesalahan fotometrik normal pada pengukuran dengan nilai serapan yang terlalu rendah maupun terlalu tinggi, diatasi dengan pengenceran atau pemekatan yang disesuaikan dengan sensitivitas spektrofotometer itu sendiri [33].



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 3 bulan mulai dari bulan Januari 2021 hingga bulan Juni 2021 dan dikerjakan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain tabung reaksi, rak tabung, mortar, kaca arloji, neraca analitik, botol cokelat, pipa U, erlenmeyer 250 mL, buret 50 mL, botol vial 10 mL, gelas ukur 100 mL, beaker glass 100 mL, 250 mL dan 500 mL, pipet ukur 1 mL, 5 mL dan 10 mL, pipet tetes, labu ukur 10 mL dan 100 mL, corong gelas, botol semprot, kuvet, dan spektrofotometer *ultraviolet-visible*.

3.2.2 Bahan penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain sampel pupuk ZA, ubi ungu, etanol 96% (b/v), ammonia 25% (b/v), aquadest, indikator metil merah, indikator fenolfalein, formalin 20%, NaOH 0,25 M, tisu, aluminium foil, dan kertas saring.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian “Penentuan Kadar Ammonia pada Pupuk ZA dengan Metode Spektrofotometri sinar tampak Menggunakan Ekstrak Ubi Ungu (*Ipomoea batatas*)” yang dilakukan, antara lain:

1. Preparasi alat dan bahan
2. Uji pendahuluan reagen alam
3. Preparasi larutan stok
 - a. Pembuatan ekstrak ubi ungu 50% (b/v)
 - b. Pembuatan larutan ammonia 1000 mg/L
 - c. Pembuatan larutan sulfat 1000 mg/L
4. Penentuan kondisi optimum
 - a. Waktu reaksi ammonia dengan ekstrak ubi ungu
 - b. Konsentrasi ekstrak ubi ungu
5. Pembuatan kurva baku menggunakan larutan standar ammonia



6. Uji selektivitas metode dengan penambahan larutan sulfat sebagai pengganggu
7. Penentuan kadar ammonia dalam sampel pupuk ZA
8. Analisis data

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Uji Pendahuluan Reagen Alam

Uji pendahuluan reagen alam dilakukan dengan beberapa tahapan, yaitu larutan ammonia 500 mg/L direaksikan dengan ekstrak kayu jati, bunga kamboja, dan ubi ungu. Kayu jati, bunga kamboja, dan ubi ungu dipotong kecil-kecil, ditimbang sebanyak 10 gram, dimasukkan ke dalam gelas kimia, ditambahkan etanol 100 mL. Gelas kimia ditutup dengan aluminium foil secara rapat, direndam selama 24 jam dalam lemari. Ekstrak disaring dengan kertas saring dan disimpan pada botol coklat. Masing-masing ekstrak dipipet 1 mL ke labu ukur 10 mL yang berbeda, dan diencerkan hingga tanda batas dengan etanol. Kemudian, masing-masing ekstrak dipipet 1 mL ke labu ukur 10 mL yang berbeda, dan 1 mL ammonia 500 mg/L ditambahkan ke masing-masing labu ukur, dan diencerkan hingga tanda batas dengan etanol. Masing-masing larutan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 380 – 800 nm.

3.4.2 Preparasi Larutan Stok

3.4.2.1 Pembuatan Ekstrak Ubi Ungu 50% (b/v)

Ubi ungu dipotong menjadi bagian kecil, lalu ditimbang sebanyak 50 gram, dimasukkan ke dalam beaker glass 250 mL, ditambahkan 100 mL etanol, ditutup dengan aluminium foil secara rapat, direndam selama 24 jam, campuran disaring dengan kertas saring, filtrat ekstrak ubi ungu dikumpulkan dan disimpan dalam botol coklat yang sudah diberi label keterangan.

3.4.2.2 Pembuatan Larutan Ammonia 1000 mg/L

Larutan stok ammonia 1000 mg/L dibuat dengan beberapa tahapan, yaitu 0,4 mL larutan ammonia 25% (b/v) diambil dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, diencerkan dengan aquadest sampai tanda batas, dan dikocok hingga homogen. Larutan stok ammonia disimpan dalam botol coklat yang sudah diberi label keterangan. Larutan ammonia dengan konsentrasi lebih rendah dibuat



dengan pengenceran larutan stok ammonia 1000 mg/L menggunakan aquades dengan volume yang sudah didapatkan dari perhitungan pengenceran hingga tercapai konsentrasi yang diinginkan.

3.4.2.3 Pembuatan Larutan Sulfat 1000 mg/L

Larutan stok sulfat 1000 mg/L dibuat dengan beberapa tahapan, yaitu padatan natrium sulfat ditimbang sebanyak 0,148 gram, kemudian ditaruh pada gelas kimia 250 mL. Padatan tersebut dilarutkan dengan sedikit aquades, lalu dipindahkan ke labu ukur 100 mL. Larutan diencerkan dengan aquades hingga mencapai tanda batas, kemudian dihomogenkan. Larutan sulfat dengan konsentrasi lebih rendah dibuat dengan pengenceran larutan induk sulfat 1000 mg/L menggunakan aquades dengan volume yang sudah didapatkan dari perhitungan pengenceran hingga tercapai konsentrasi yang diinginkan.

3.4.3 Penentuan Kondisi Optimum

3.4.3.1 Optimasi Waktu Reaksi

Optimasi waktu reaksi antara ekstrak ubi ungu dengan ammonia membentuk senyawa kompleks ammonia-ekstrak ubi ungu menggunakan spektrofotometer sinar tampak dilakukan dengan beberapa tahapan, yaitu larutan ekstrak ubi ungu dipipet sebanyak 1 mL ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian 2 mL larutan stok ammonia 1000 mg/L ditambahkan, lalu diencerkan dengan etanol hingga tanda batas. Optimasi waktu reaksi dilakukan dengan pengukuran nilai absorbansi larutan menggunakan spektrofotometer sinar tampak (panjang gelombang maksimum 610 nm) pada variasi waktu reaksi yang ditentukan, yaitu menit ke 5 hingga menit ke 60, kemudian data tersebut diolah menjadi kurva hubungan antara variasi waktu reaksi dengan nilai absorbansi.

Waktu reaksi optimal diperoleh berdasarkan nilai absorbansi tertinggi hasil pengukuran yang stabil dan dipastikan dengan uji t antara dua variasi waktu reaksi untuk membuktikan bahwa pada waktu tersebut, nilai absorbansi tidak menunjukkan perbedaan nyata pada menit-menit selanjutnya, serta dilakukan pula uji ANOVA antara seluruh variasi waktu reaksi untuk mencari perbedaan atau persamaan beberapa rata-rata dari absorbansi pada berbagai variasi waktu reaksi [36].



3.4.3.2 Optimasi Konsentrasi Ekstrak Ubi Ungu

Optimasi konsentrasi ekstrak ubi ungu yang akan menjadi reagen alami penentuan kadar ammonia secara spektrofotometri sinar tampak dilakukan dengan beberapa tahapan, yaitu larutan stok ammonia 1000 mg/L dipipet sebanyak 0; 0,5; 1; 1,5; 2; dan 2,5 mL ke dalam labu ukur 10 mL, lalu larutan ekstrak ubi ungu 50% ditambahkan pada berbagai variasi konsentrasi, yaitu 2,5; 4; 5; 10; 12,5; 15 % diencerkan dengan etanol hingga tanda batas, kemudian nilai absorbansi larutan diukur menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 610 nm. Optimasi konsentrasi ekstrak ubi ungu dilakukan dengan membandingkan nilai koefisien determinasi (R^2) dan kemiringan/*slope* (m) dari kurva hubungan antara konsentrasi ammonia dan absorbansi yang dihasilkan dari setiap variasi konsentrasi. Konsentrasi ekstrak ubi ungu optimal diperoleh berdasarkan konsentrasi yang memberikan kurva hubungan antara konsentrasi ammonia dan absorbansi dengan nilai koefisien determinasi $> 0,9970$ [37] serta nilai kemiringan paling besar.

3.4.4 Pembuatan Kurva Baku Standar Ammonia

Pembuatan kurva baku standar ammonia dilakukan pada waktu reaksi optimal dan konsentrasi ekstrak ubi ungu optimal yang didapatkan dari pengukuran 3.4.3.1 dan 3.4.3.2 dengan penambahan larutan ammonia dengan variasi konsentrasi 0-250 mg/L.

Larutan stok ammonia 1000 mg/L dipipet sebanyak 0; 0,5; 1; 1,5; 2; dan 2,5 mL ke dalam labu ukur 10 mL, 0,8 mL ekstrak ubi ungu 50% ditambahkan, diencerkan dengan etanol hingga tanda batas dan dihomogenkan. Absorbansi diukur dengan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 610 nm. Data yang diperoleh diolah menjadi kurva hubungan konsentrasi ammonia dengan absorbansi, kemudian didapatkan persamaan kurva baku ($y = mx + b$) dan R^2 (koefisien determinasi).

3.4.5 Penentuan Kadar Ammonia dalam Sampel

Penentuan kadar ammonia dalam sampel dilakukan pada waktu reaksi optimal dan konsentrasi ekstrak ubi ungu optimal yang didapatkan dari pengukuran 3.4.3.1 dan 3.4.3.2 dengan deret standar ammonia variasi konsentrasi 0-250 mg/L.

Penentuan kadar ammonia dalam sampel pupuk ZA dilakukan dengan beberapa tahapan, yaitu 5 gram sampel pupuk ZA ditimbang,



kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, diberi sedikit aquades, dilarutkan, kemudian dipindahkan ke labu ukur 50 mL, diencerkan dengan aquades hingga tanda batas. Larutan pupuk ZA disaring dengan kertas saring.



Gambar 3.1. Rangkaian Alat Pipa U [38]

Sampel dipipet sebanyak 0,5 mL ke dalam tabung reaksi, sedangkan botol vial diisi 0,8 mL ekstrak ubi ungu 50% dan 1,2 mL etanol sebagai larutan penampung. Kemudian rangkaian alat berupa tabung sampel yang terhubung dengan botol vial melalui pipa U disiapkan seperti pada **Gambar 3.1**. Larutan pada tabung sampel ditambah dengan 1 tetes NaOH 1M, tabung reaksi dipanaskan dengan pembakar bunsen sampai mendidih selama 60 detik. Larutan penampung dituangkan ke dalam labu ukur 10 mL, diencerkan dengan etanol hingga tanda batas, dihomogenkan, dan diukur absorbansinya pada spektrofotometer sinar tampak. Konsentrasi ammonia pada sampel pupuk ZA dapat dihitung melalui persamaan garis $y = ax + b$ yang diperoleh dari kurva baku hubungan antara konsentrasi ammonia dengan absorbansi, data ini didapatkan pada pengukuran **3.4.4**. Konsentrasi ammonia pada sampel pupuk ZA dapat diperoleh dari perhitungan nilai x , dengan y sebagai absorbansi hasil pengukuran sampel pupuk ZA.



3.4.6 Uji Selektivitas Metode dengan Penambahan Konsentrasi Sulfat sebagai Pengganggu

Uji selektivitas metode penentuan kadar ammonia dalam sampel pupuk ZA dengan ubi ungu sebagai pereaksi secara spektrofotometri sinar tampak dilakukan dengan penambahan larutan ion yang berada bersama dengan ammonia pada sampel pupuk ZA, yaitu ion sulfat, ke dalam larutan baku ammonia 200 mg/L, uji selektivitas ini dilakukan pada waktu reaksi optimal dan konsentrasi ekstrak ubi ungu optimal yang didapatkan dari pengukuran 3.4.3.1 dan 3.4.3.2. Konsentrasi larutan ion sulfat yang ditambahkan bervariasi yaitu 0; 50; dan 100 mg/L. Perlakuan tersebut diulang sebanyak 3 kali (triplo), diperoleh konsentrasi larutan dengan penambahan ion sulfat dan konsentrasi larutan tanpa penambahan ion sulfat. Efek gangguan dihitung dengan nilai %kesalahan.

3.4.7 Analisis Data

3.4.7.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linear dan Koefisien Korelasi

Pembuatan kurva standar antara konsentrasi ammonia dengan nilai absorbansi berdasarkan persamaan regresi linear sebagai berikut:

$$y = ax + b \quad (3.1)$$

y merupakan nilai absorbansi yang terukur dan x merupakan konsentrasi ammonia. Nilai dari a dan b dapat dihitung dari persamaan berikut:

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n x_i y_i}{\sum_{i=1}^n x_i^2} \quad (3.2)$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n y_i}{\sum_{i=1}^n n} - a \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (3.3)$$

Koefisien korelasi R^2 dari persamaan regresi dapat ditentukan dengan persamaan berikut:

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n x_i y_i}{\sqrt{(\sum_{i=1}^n x_i^2)(\sum_{i=1}^n y_i^2)}} \quad (3.4)$$

Koefisien korelasi berfungsi untuk menunjukkan kuat atau tidaknya hubungan linier antar dua variabel karena dapat menyatakan ketepatan rata-rata seluruh titik koordinat pada kurva standar terhadap garis linier yang diperoleh dari persamaan regresi.



3.4.7.2 Perhitungan Standar Deviasi

Untuk mengetahui ketelitian dari data-data absorbansi larutan sampel ammonia yang telah didapatkan yaitu menggunakan standar deviasi (SD) dan standar deviasi relatif (RSD). Standar deviasi dan standar deviasi relatif dihitung dari persamaan berikut:

$$SD = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^n (\bar{x}_i - \bar{x})^2} \quad (3.5)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (3.6)$$

SD = standar deviasi

N = pengulangan yang dilakukan

X_i = nilai hasil yang diperoleh

X = rata-rata nilai

RSD = standar deviasi relatif

3.4.7.3 Perhitungan %Akurasi

Nilai %akurasi dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$\%Akurasi = \frac{[Ammonia] \text{ metode uji}}{[Ammonia] \text{ metode standar}} \times 100\% \quad (3.7)$$

3.4.7.4 Perhitungan %Kesalahan

Nilai %kesalahan dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$\%Kesalahan = \frac{[Ammonia] \text{ standar} - [Ammonia] \text{ campuran}}{[Ammonia] \text{ standar}} \times 100\% \quad (3.8)$$

3.4.7.5 Uji T

Uji t berpasangan (paired t-test) merupakan metode yang digunakan untuk menguji hipotesis dimana data yang digunakan adalah data berpasangan (tidak bebas). Ciri-ciri yang paling sering ditemui pada data yang berpasangan yaitu ketika satu objek penelitian diberikan 2 perlakuan berbeda. Walaupun objek penelitian merupakan individu yang sama, namun karena peneliti melakukan perlakuan pertama dan perlakuan kedua yang berbeda, maka akan diperoleh 2 macam data sampel. Persamaan uji t yang digunakan untuk sampel berpasangan yaitu:

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2} - 2r \left(\frac{s_1}{\sqrt{n_1}} \right) \left(\frac{s_2}{\sqrt{n_2}} \right)}} \quad (3.9)$$



3.4.7.6 Penentuan Kadar Ammonia dalam Sampel

Penentuan konsentrasi ammonia dalam sampel pupuk ZA yang sudah diencerkan menggunakan persamaan kurva baku seperti pada persamaan 3.1, sehingga nilai konsentrasi ammonia dari sampel yang sudah diencerkan dalam satuan mg/L (x) dapat didapatkan dari persamaan berikut:

$$x = \frac{y-b}{a} \quad (3.10)$$

Konsentrasi ammonia dari sampel dalam satuan %b/b dapat dihitung dengan memasukkan faktor pengenceran (fp) serta massa sampel (mg) ke dalam persamaan, menjadi seperti berikut ini:

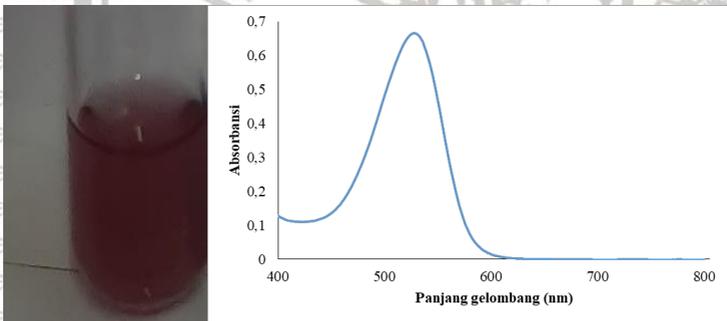
$$\% \text{ ammonia (b/b)} = \frac{x \times \frac{\text{ml labu ukur}}{1000} \times fp}{\text{mg sampel}} \times 100\% \quad (3.11)$$

Dimana faktor pengenceran dapat diperoleh dengan persamaan berikut ini:

$$fp = \frac{\text{volume sampel total}}{\text{volume sampel yang dipipet}} \quad (3.12)$$

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Tumbuhan ubi ungu diekstrak dengan metode maserasi menggunakan etanol 96% selama 24 jam. Seperti yang terlihat pada **Gambar 4.1**, larutan hasil ekstraksi ubi ungu berwarna ungu, larutan ekstrak ini mengandung antosianin yang berperan sebagai indikator keberadaan ammonia.



Gambar 4.1. Spektra sinar tampak ekstrak ubi ungu dengan ammonia

Prinsip penentuan kadar ammonia dalam sampel pupuk ZA dengan ekstrak ubi ungu secara spektrofotometri yaitu berdasarkan pengukuran absorbansi ekstrak ubi ungu yang memberikan perubahan warna terhadap keberadaan ammonia, dari ungu menjadi hijau yang serapannya maksimum pada panjang gelombang 610 nm, ditunjukkan pada **Gambar 4.1**. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan 1 ml ekstrak ubi ungu 10% dan 1 ml ammonia 1000 ppm. Panjang gelombang maksimum yang telah didapatkan digunakan untuk penentuan waktu reaksi optimum, konsentrasi ekstrak optimum, uji selektivitas, dan penentuan kadar ammonia dalam sampel pupuk ZA.

4.1 Penentuan Kondisi Optimum

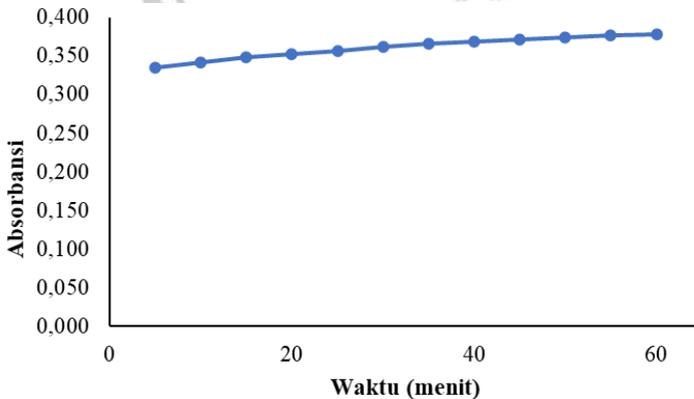
Penentuan kondisi optimum metode uji bertujuan untuk mendapatkan hasil analisis metode uji yang maksimal dengan tingkat sensitivitas metode tinggi, sehingga dapat diketahui kondisi optimum dari metode uji tersebut yang dapat memberikan hasil analisis terbaik dari kriteria kerja.

4.1.1 Optimasi Waktu Reaksi

Penentuan waktu reaksi optimum dilakukan untuk mengetahui rentang waktu reaksi optimum antara ammonia dengan antosianin yang terkandung pada ekstrak ubi ungu sampai menghasilkan larutan hijau dengan absorbansi yang stabil, sehingga dapat dianggap bahwa seluruh ammonia telah bereaksi dengan antosianin yang terkandung pada ekstrak ubi ungu. Waktu reaksi adalah salah satu kondisi operasional yang perlu dioptimasi, waktu reaksi yang terlalu cepat dapat mengakibatkan ekstrak ubi ungu belum sepenuhnya berinteraksi dengan ammonia dan waktu reaksi yang terlalu lama dapat mengakibatkan intensitas warna tidak stabil karena sudah terdekomposisi oleh cahaya, temperatur, udara, dan lain-lain.

Ammonia pada sampel direaksikan dengan ekstrak ubi ungu konsentrasi optimum, lalu diamati pada berbagai variasi waktu reaksi. Variasi waktu reaksi yang dipilih pada penelitian ini yaitu 5-60 menit dengan interval 5 menit, dilakukan pengukuran absorbansi dengan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang maksimum 610 nm. Hasil pengukuran absorbansi pada berbagai variasi waktu reaksi dengan spektrofotometer sinar tampak ditunjukkan pada

Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Grafik hubungan antara waktu dengan absorbansi larutan yang terbentuk dari reaksi ammonia dengan antosianin pada ekstrak ubi ungu. Kondisi percobaan: ekstrak ubi ungu 1%, ammonia 200 ppm.



Berdasarkan penentuan waktu reaksi optimum, absorbansi larutan hasil reaksi antara ammonia dengan antosianin yang terdapat pada ekstrak ubi ungu terus mengalami kenaikan seiring dengan bertambahnya waktu reaksi dan tidak juga mengalami penurunan hingga menit ke-60. Selisih absorbansi yang diberikan pada tiap menitnya relatif tidak terlalu berbeda, dibuktikan dengan uji T dan uji ANOVA.

Berdasarkan uji T antara absorbansi pada menit ke-5 dengan absorbansi pada menit ke-60, diperoleh t_{hitung} sebesar 2,716 dan diketahui $t_{(0,05;2)}$ sebesar 2,92 sehingga $t_{hitung} < t_{tabel}$, maka absorbansi pada menit ke-5 dengan menit ke-60 tidak memberikan perbedaan nyata. Berdasarkan uji ANOVA, diperoleh nilai f_{hitung} sebesar 0,238 dan diketahui $f_{(0,05;11;24)}$ sebesar 3,4105 sehingga $f_{hitung} < f_{tabel}$, maka tidak ada perbedaan rata-rata dari data ini dan tidak ada pengaruh antara waktu reaksi ammonia dengan antosianin pada ekstrak ubi ungu terhadap absorbansi larutan pada tingkat signifikansi 5%. Sehingga dapat dikatakan bahwa waktu reaksi antara ammonia dengan antosianin yang terkandung dalam ekstrak ubi ungu memberikan nilai absorbansi optimal sejak menit ke-5 dan tidak memberikan hasil yang berbeda nyata hingga menit ke-60. Maka dari itu, waktu reaksi menit ke-5 merupakan waktu reaksi optimum yang akan digunakan untuk percobaan selanjutnya.

4.1.2 Optimasi Konsentrasi Ekstrak

Penentuan konsentrasi ekstrak optimum dilakukan untuk mengetahui konsentrasi ekstrak ubi ungu yang optimum, yaitu konsentrasi ekstrak yang dapat menghasilkan kurva baku ($y = mx + b$) dengan nilai koefisien determinasi (R^2) $> 0,9970$ [37] dan nilai kemiringan/*slope* (m) yang besar. Jika nilai koefisien determinasi suatu kurva baku semakin mendekati 1, maka dapat dikatakan pengaruh variabel bebas terhadap variabel terikat adalah besar sehingga kurva baku dapat dianggap linier. Semakin besar nilai kemiringan suatu kurva baku, maka metode uji memberikan nilai sensitivitas yang semakin tinggi [37]. Antosianin dalam ekstrak ubi ungu dipilih sebagai pereaksi alami karena memberi perubahan warna dari ungu ke hijau saat terdapat keberadaan ammonia, seperti yang terlihat pada **Gambar 4.3**.



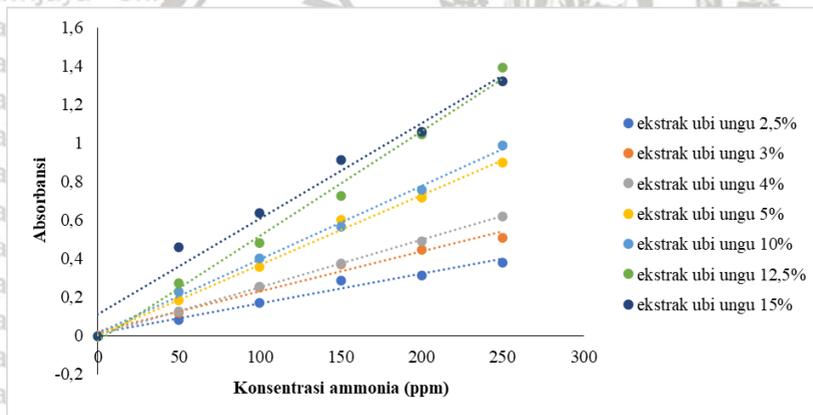


Gambar 4.3. Pengamatan optimasi konsentrasi ekstrak (2,5; 4; 5; 10; 12,5; 15%)

Konsentrasi ekstrak adalah salah satu kondisi operasional yang perlu dioptimasi, konsentrasi ekstrak yang terlalu kecil dapat mengakibatkan nilai absorbansi sampel terlalu rendah, dan sebaliknya, konsentrasi ekstrak yang terlalu besar dapat mengakibatkan nilai absorbansi sampel terlalu besar. Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi sampel akan linier jika nilai absorbansi larutan pada rentang 0,2 – 0,8. Rentang ini seringkali disebut sebagai daerah berlakunya hukum Lambert-Beer dengan tebal kuvet 1 cm [39].

Optimasi konsentrasi ekstrak ubi ungu dilakukan dengan variasi konsentrasi 2,5; 4; 5; 10; 12,5; 15% yang selanjutnya diukur pada

waktu reaksi optimum yaitu pada menit ke-5, dengan panjang gelombang maksimum 610 nm. Kurva hubungan antara konsentrasi ammonia (x) dengan absorbansi (y) pada berbagai variasi konsentrasi ekstrak ubi ungu dapat dilihat pada **Gambar 4.4** serta nilai koefisien determinasi dan kemiringan dari berbagai variasi konsentrasi ekstrak ubi ungu ditunjukkan pada **Tabel 4.1**.



Gambar 4.4. Kurva hubungan antara konsentrasi ammonia dengan absorbansi pada berbagai variasi konsentrasi ekstrak ubi ungu. Kondisi percobaan: waktu reaksi 5 menit.

Tabel 4.1. Nilai koefisien determinasi dan kemiringan pada berbagai variasi konsentrasi ekstrak ubi ungu

| Konsentrasi ekstrak (% b/v) | Nilai koefisien determinasi (R^2) | Nilai kemiringan (m) |
|-----------------------------|---------------------------------------|----------------------|
| 2,5 | 0,9786 | 0,0016 |
| 4 | 0,9998 | 0,0025 |
| 5 | 0,9939 | 0,0036 |
| 10 | 0,9968 | 0,0038 |
| 12,5 | 0,9919 | 0,0054 |
| 15 | 0,9731 | 0,0050 |

Berdasarkan hasil optimasi konsentrasi ekstrak ubi ungu, ekstrak ubi ungu dengan konsentrasi 4% memberikan nilai koefisien determinasi $> 0,9970$ yaitu 0,9998 dengan nilai kemiringan yang relatif tidak terlalu besar yaitu 0,0025. Ekstrak ubi ungu dengan konsentrasi 12,5% memberikan nilai kemiringan yang paling besar



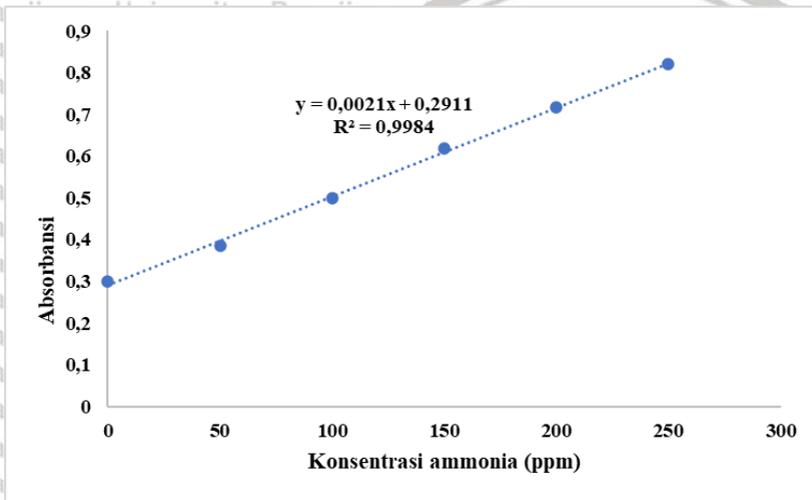
yaitu 0,0054 dengan nilai koefisien determinasi yang tidak terlalu mendekati 1 yaitu 0,9919. Namun, pada konsentrasi ekstrak ubi ungu yang lebih tinggi yaitu 15% terjadi penurunan nilai koefisien determinasi serta penurunan nilai kemiringan, hal ini menunjukkan jika konsentrasi ekstrak ubi ungu yang digunakan pada metode uji ini tidak boleh melewati kondisi optimumnya. Walaupun ekstrak ubi ungu dengan konsentrasi 12,5% memberikan nilai kemiringan yang lebih besar, ekstrak ubi ungu dengan konsentrasi 4% relatif lebih efektif dari ekstrak ubi ungu konsentrasi 12,5% karena dalam volume ekstrak ubi ungu lebih sedikit dapat menghasilkan kurva baku linier yang ditunjukkan dengan nilai koefisien determinasi yang hampir mendekati 1.

4.2 Pembuatan Kurva Baku Standar Ammonia

Pembuatan kurva baku standar ammonia dilakukan dengan kondisi optimum yang diperoleh pada 4.1 yaitu waktu reaksi pada menit ke-5 dan konsentrasi ekstrak 4%, diaplikasikan pada konsentrasi ammonia sebesar 0; 50; 100; 150; 200; 250 mg/L dengan menggunakan standar induk ammonia 1000 ppm 0; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 mL. Setiap konsentrasi ammonia perlakuannya sama, absorbansi kurva baku dibaca pada waktu reaksi optimum yaitu menit ke-5, konsentrasi ekstrak ubi ungu sebesar 4% yang didapat dari pemipetan 0,8 mL ekstrak ubi ungu 50% ke dalam labu ukur 10 mL, diencerkan hingga tanda batas dengan etanol, absorbansi diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 610 nm. Kurva baku standar ammonia dengan ekstrak ubi ungu ditunjukkan pada **Gambar 4.5**.

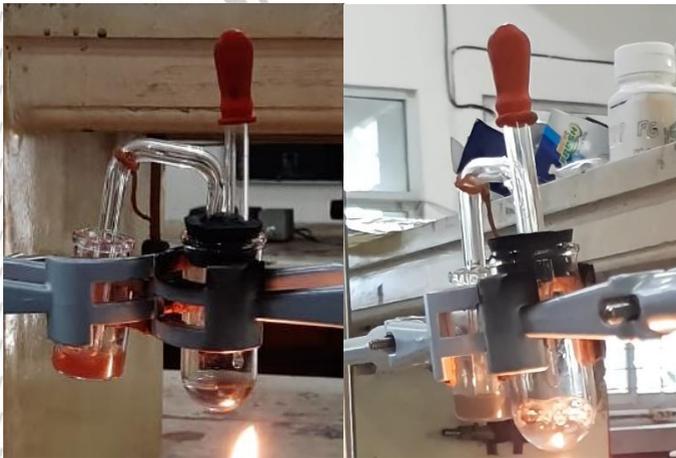
Berdasarkan kurva baku standar ammonia dengan ekstrak ubi ungu, dapat diperoleh persamaan kurva baku $y = 0,0021x + 0,2911$ dengan koefisien determinasi $R^2 = 0,9984$, hal ini menunjukkan linearitas yang baik antara konsentrasi ammonia terhadap absorbansi larutan. Pada kurva baku standar, sumbu x menyatakan konsentrasi ammonia dan sumbu y menyatakan nilai absorbansi larutan.





Gambar 4.5. Grafik hubungan konsentrasi ammonia terhadap absorbansi. Kondisi percobaan: ekstrak ubi ungu 4%, waktu reaksi 5 menit.

4.3 Penentuan Kadar Ammonia pada Pupuk ZA



Gambar 4.6. Perubahan warna ekstrak ubi ungu sebelum dan setelah destilasi

Penentuan kadar ammonia dalam sampel pupuk ZA dilakukan dengan metode spektrofotometri pada kondisi optimum yang diperoleh pada **4.1** yaitu waktu reaksi pada menit ke-5 dan konsentrasi ekstrak 4%, penentuan ini dilakukan berdasarkan perubahan absorbansi ekstrak ubi ungu pada berbagai variasi konsentrasi ammonia. Ekstrak ubi ungu berubah warna menjadi hijau dengan keberadaan ammonia. Kondisi yang digunakan pada penentuan kadar ammonia dalam sampel pupuk ZA adalah kondisi optimum yang telah ditentukan pada **4.1** yaitu dipipet 0,8 mL ekstrak ubi ungu 50% ke dalam botol vial yang sudah dirangkai dengan pipa U, ditambahkan 1,2 mL etanol, larutan pada botol vial sebagai larutan penampung. Kemudian ditimbang 5 gram sampel pupuk ZA, dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, diberi sedikit aquades, dilarutkan, kemudian dipindahkan ke labu ukur 50 mL, diencerkan dengan aquades hingga tanda batas. Disaring larutan pupuk ZA dengan kertas saring, dipipet 1 mL filtrat, dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang sudah dirangkai dengan pipa U seperti pada **Gambar 4.6**, kemudian ditambahkan 1 mL NaOH, dipanaskan dengan pembakar bunsen selama 1 menit. Larutan penampung dipindahkan ke dalam labu ukur 10 mL, diencerkan dengan etanol hingga tanda batas, lalu diukur absorbansi larutan pada waktu optimum yaitu 5 menit menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 610 nm. Sampel dihitung konsentrasinya dengan perbandingan terhadap kurva baku standar ammonia, yang pengamatannya dapat dilihat pada **Gambar 4.7**. Hasil pengukuran sampel ditunjukkan pada **Tabel 4.2**.

Tabel 4.2. Hasil pengukuran sampel menggunakan metode uji*

| Absorbansi | Konsentrasi terukur (mg/L) | Konsentrasi ammonia (% b/b) | RSD (%) |
|------------|----------------------------|-----------------------------|---------|
| 0,393 | 48,523 | | |
| 0,403 | 53,286 | 5,061 ± 0,238 | 4,693 |
| 0,399 | 51,381 | | |

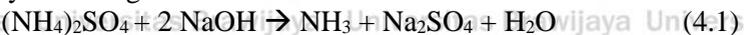
*rata-rata dari 3 kali pengulangan

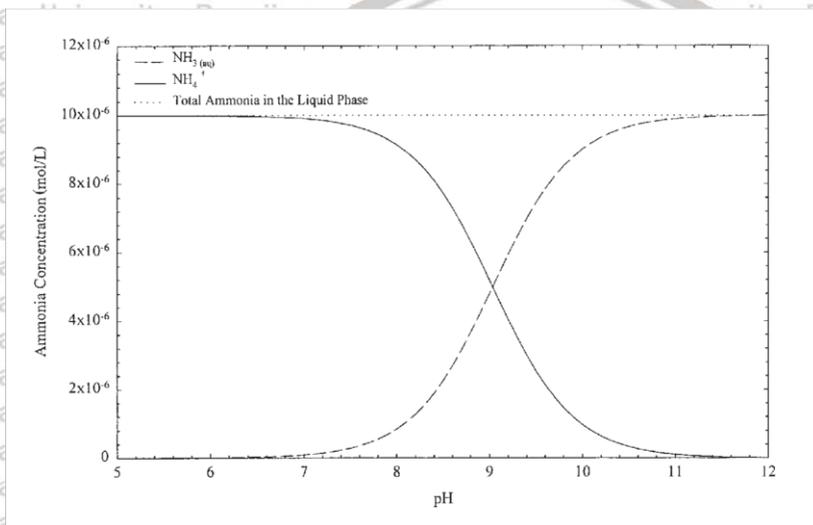




Gambar 4.7. Pengamatan larutan pengujian kadar ammonia pada sampel pupuk ZA

Pada preparasi sampel pupuk ZA, dilakukan pengenceran sampel jika konsentrasi ammonia pada sampel terlalu besar, juga dilakukan penyaringan untuk mempermudah proses pipetasi sampel sehingga tidak ada suspensi yang terpipet dan menghambat pipet volum, filtrat ini ditambahkan NaOH agar seluruh ion ammonium (NH_4^+) pada sampel berubah menjadi ammonia (NH_3) karena pada keadaan basa, seluruh NH_4^+ berubah menjadi NH_3 seperti yang ditunjukkan pada tabel distribusi spesi ammonia pada **Gambar 4.7**, ammonia yang terbentuk berwujud gas sehingga gas yang dihasilkan pada proses ini harus segera ditampung oleh larutan reagen yaitu ekstrak ubi ungu. Diperlukan rangkaian pipa U untuk memastikan setiap ammonia yang terbentuk benar-benar langsung teraliri ke dalam larutan penampung. Dilakukan pendidihan larutan sampel yang telah bereaksi dengan NaOH selama 1 menit yang berfungsi untuk menguapkan ammonia yang terbentuk. Reaksi yang terjadi yaitu sebagai berikut:





Gambar 4.8. Distribusi spesi ammonia pada berbagai pH [40]

4.4 Uji Selektivitas Metode dengan Penambahan Konsentrasi Sulfat sebagai Pengganggu

Uji selektivitas metode dilakukan untuk mengetahui kemampuan metode dalam menganalisis ammonia secara cermat dan seksama dengan keberadaan ion lain yang mungkin terdapat pada sampel. Dalam penelitian ini, dilakukan uji selektivitas metode dilakukan dengan kondisi optimum yang diperoleh pada 4.1 dengan penambahan pengganggu berupa larutan ion sulfat 50 mg/L dan 100 mg/L ke dalam larutan ammonia 200 mg/L, ditambahkan ekstrak ubi ungu 4%, dibaca absorbansi larutan pada waktu reaksi optimum yaitu menit ke-5. Pengamatan larutan yang digunakan saat uji selektivitas dapat dilihat pada **Gambar 4.9**.

Ion sulfat 50 mg/L digunakan sebagai pengganggu terhadap larutan ammonia 200 mg/L pada perbandingan 1:4 (v/v), sedangkan ion sulfat 100 mg/L digunakan sebagai pengganggu terhadap larutan ammonia 200 mg/L pada perbandingan 1:2 (v/v). Ion sulfat dari garam natrium sulfat dipilih sebagai pengganggu karena sampel pupuk ZA mengandung kadar sulfat yang cukup tinggi. Selektivitas metode ditentukan berdasarkan perbandingan hasil analisis ammonia bersama ion pengganggu dengan ammonia tanpa ion pengganggu. Pengaruh



ion pengganggu sulfat 100 mg/L terhadap pengujian ammonia 200 mg/L ditunjukkan pada **Tabel 4.3**.



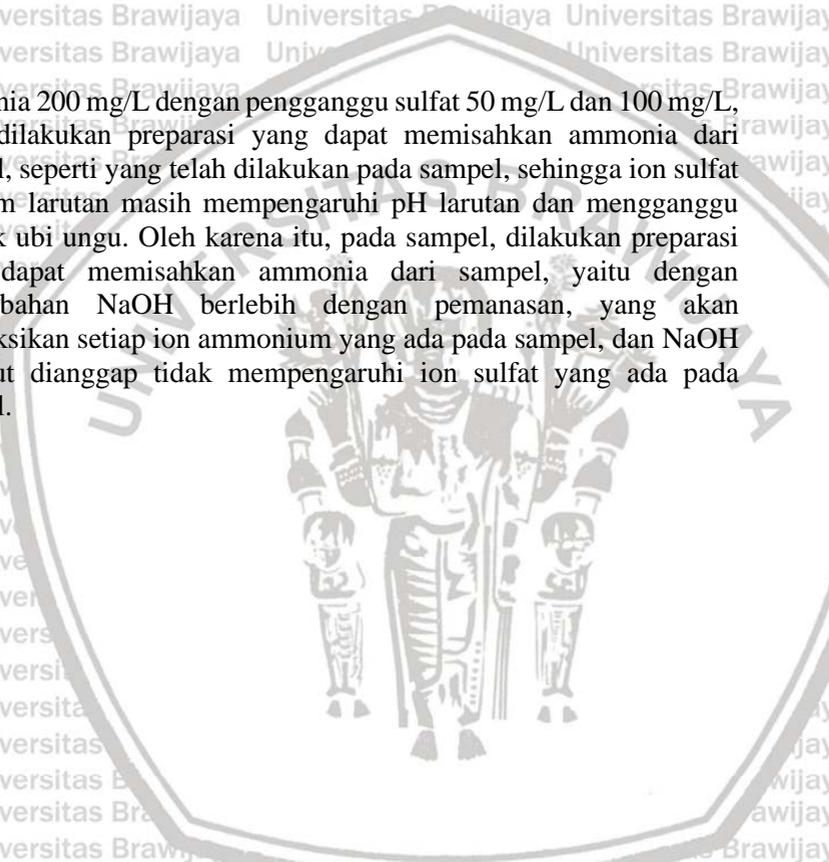
Gambar 4.9. Pengamatan larutan uji selektivitas metode

Tabel 4.3. Pengaruh ion sulfat 50 mg/L dan 100 mg/L terhadap pengujian ammonia 200 mg/L

| No. | [Ammonia] | [Ion Sulfat] | [Ammonia] + pengganggu | % Kesalahan |
|-----|-----------|--------------|---------------------------|-------------|
| 1. | 200 mg/L | 50 mg/L | 235,45 mg/L | 18,26% |
| 2. | 200 mg/L | 50 mg/L | 228,79 mg/L | 14,92% |
| 3. | 200 mg/L | 50 mg/L | 231,82 mg/L | 16,44% |
| 4. | 200 mg/L | 100 mg/L | 269,48 mg/L | 31,90% |
| 5. | 200 mg/L | 100 mg/L | 252,59 mg/L | 23,63% |
| 6. | 200 mg/L | 100 mg/L | 274,66 mg/L | 34,43% |

Berdasarkan **Tabel 4.3**, %kesalahan yang didapatkan lebih dari 5% pada larutan ammonia 200 mg/L dengan pengganggu sulfat 50 mg/L dan 100 mg/L, sehingga dapat dikatakan bahwa ion sulfat pada konsentrasi 50 mg/L maupun 100 mg/L menyebabkan gangguan pada penentuan kadar ammonia dengan ekstrak ubi ungu secara spektrofotometri. Hal ini disebabkan karena pada pembacaan larutan

ammonia 200 mg/L dengan pengganggu sulfat 50 mg/L dan 100 mg/L, tidak dilakukan preparasi yang dapat memisahkan ammonia dari sampel, seperti yang telah dilakukan pada sampel, sehingga ion sulfat didalam larutan masih mempengaruhi pH larutan dan mengganggu ekstrak ubi ungu. Oleh karena itu, pada sampel, dilakukan preparasi yang dapat memisahkan ammonia dari sampel, yaitu dengan penambahan NaOH berlebih dengan pemanasan, yang akan mereaksikan setiap ion ammonium yang ada pada sampel, dan NaOH tersebut dianggap tidak mempengaruhi ion sulfat yang ada pada sampel.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian penentuan kadar ammonia pada sampel pupuk ZA dengan metode spektrofotometri sinar tampak menggunakan ekstrak ubi ungu, dapat disimpulkan bahwa:

1. Waktu reaksi optimum yang didapatkan yaitu pada menit ke-5
2. Konsentrasi ekstrak ubi ungu optimum yang didapatkan yaitu pada konsentrasi 4% yang didapatkan dari 0,8 mL ekstrak ubi ungu 50% yang dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
3. Korelasi hubungan antara konsentrasi ammonia dengan absorbansi zat antosianin yang didapat dari ekstrak ubi ungu dilihat dari koefisien determinasi kurva baku standar yaitu $R^2 = 0,9984$ dengan persamaan kurva $y = 0,0021x + 0,2911$ dan kadar ammonia sampel sebesar $5,061 \pm 0,238\%$
4. Metode tidak selektif terhadap pengganggu sulfat 50 mg/L dan 100 mg/L

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terkait preparasi sampel yang dapat memisahkan gas ammonia dari pengganggu, sehingga perubahan warna hanya disebabkan karena perubahan pH oleh ammonia dan tidak terdapat suatu ion yang mengganggu larutan sampai mempengaruhi perubahan pH dari larutan tersebut.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. H. Mahaputra, N. G. A. G. E. Martiningsih, dan C. Javandira, “Pengaruh Pemberian Pupuk ZA Terhadap Pertumbuhan dan Hasil Tanaman Sawi (*Brassica juncea* L.),” *AGRIMETA: Jurnal Pertanian Berbasis Keseimbangan Ekosistem*, hlm. 1–2, 2020.
- [2] M. I. G. S. Almeida, J. M. Estela, M. A. Segundo, dan V. Cerdà, “A membraneless gas-diffusion unit-multisyringe flow injection spectrophotometric method for ammonium determination in untreated environmental samples.,” *Talanta*, vol. 84, no. 5, hlm. 1244–1252, Jun 2011, doi: 10.1016/j.talanta.2010.12.052.
- [3] A. R. Kuehnle, D. H. Lewis, K. R. Markham, K. A. Mitchell, K. M. Davies, dan B. R. Jordan, “Floral flavonoids and pH in *Dendrobium* orchid species and hybrids,” *Euphytica*, vol. 95, no. 2, hlm. 187–194, Mei 1997, doi: 10.1023/A:1002945632713.
- [4] Kementerian Perdagangan Republik Indonesia, *Penetrasi Pasar Ammonia di Filipina*. Jakarta: Kementerian Perdagangan Republik Indonesia, 2013.
- [5] X. Guo, L. Zeng, dan X. Jin, *Advanced Regeneration and Fixed-Bed Study of Ammonium and Potassium Removal from Anaerobic Digested Wastewater by Natural Zeolite*. China: Beijing Normal University, 2013.
- [6] N. Roney, *Toxicological Profile for Ammonia*. USA: Agency for Toxic Substance and Disease Registry, 2011.
- [7] Juniarto, *Evaluasi Pengaruh Konsentrasi Amoniak di Udara Terhadap Kesehatan Pekerja dan Masyarakat (Studi Kasus: Peternakan Ayam PT. Indocentral Desa Sukatani-Cimanggis Depok)*. Depok: Universitas Indonesia, 2011.



- [8] Baigo Hamuna, Rosye H. R. Tanjung, Suwito Suwito, dan Hendra Kurniawan Maury, “Konsentrasi Amoniak, Nitrat dan Fosfat di Perairan Distrik Depapre, Kabupaten Jayapura,” *Enviroscienteeae*, vol. 14, no. 1, hlm. 8–15, Apr 2018.
- [9] G. Alaerts dan S. S. Santika, *Metode Penelitian Air*. Surabaya: Usaha Nasional, 1984.
- [10] Badan Standardisasi Nasional, *SNI 02-1760-2005. Syarat Mutu Pupuk Amonium Sulfat*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional, 2015.
- [11] Ga-Eun Park, Ha-Na Oh, dan Samyoung Ahn, “Improvement of the Ammonia Analysis by the Phenate Method in Water and Wastewater,” *Bulletin of the Korean Chemical Society*, vol. 30, no. 9, hlm. 2032–2038, 2009, doi: <https://doi.org/10.5012/BKCS.2009.30.9.2032>.
- [12] Moh. Hari Rusli, *Analisis Kandungan Nitrogen Total dan Ketidakpastian Pengukuran pada Sampel Pupuk ZA Laboratorium Pabrik I PT. Petrokimia Gresik dengan Metode Titrasi Formol*. Jakarta: Universitas Pertamina, 2019.
- [13] R. Anastasius, *Studi Perbandingan Antara Metoda Nesslerisasi dengan Metode Elektroda Selektif-Ion untuk Penentuan Nitrogen-Ammonia dalam Air*. Medan: Universitas Sumatera Utara, 1997.
- [14] Dwi, *Pembuatan Bionutrien dari Ekstrak Tanaman KPD dan Aplikasinya pada Tanaman Caisin*. Bandung: Universitas Pendidikan Indonesia, 2007.
- [15] A. Nurfitriana, *Karakterisasi dan Uji Potensi Bionutrien PBAG yang diaplikasikan pada Tanaman Padi (Oryza sativa)*. Bandung: Universitas Pendidikan Indonesia, 2013.
- [16] Sartini, “Mengenal Pupuk Nitrogen dan Fungsinya Bagi Tanaman,” *Balai Penelitian Pertanian Lahan Rawa Kementerian Pertanian*, 2015.



- [17] A. Arief, S. Y. K. L., dan K. Mubarak, "Penggunaan Pupuk ZA sebagai Pestisida Anorganik untuk Meningkatkan Hasil dan Kualitas Tanaman Tomat dan Cabai Besar," *JF FIK UINAM*, vol. 4, 2016.
- [18] Soemartono, *Ubi Jalar*. Jakarta: Yasaguna, 2012.
- [19] M. L. Suprpti, *Tepung Ubi Jalar, Pembuatan dan Pemanfaatannya*. Yogyakarta: Kanisius, 2003.
- [20] Y. Iriyanti, *Substitusi Tepung Ubi Ungu dalam Pembuatan Roti Manis, Donat dan Cake Bread*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta, 2012.
- [21] S. Supadmi, *Studi Variasi Ubi Jalar (Ipomoea batatas L.) berdasarkan Morfologi, Kandungan Gula Reduksi dan Pola Pita Lizosim*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret, 2009.
- [22] Sarwono, *Ubi Jalar*. Jakarta: Penebar Swadaya, 2005.
- [23] K. A. Buckle, *Ilmu Pangan*. Depok: UI Press, 1987.
- [24] H. A. Ahsol dan M. Yusuf, *Ubi Jalar Kaya Antosianin Pilihan Pangan Sehat*. Bogor: Pusat Penelitian dan Pengembangan Tanaman Pangan, 2011.
- [25] Kumalaningsih, *Antioksidan Alami Penangkal Radikal Bebas*. Surabaya: Trubus Agrisarana, 2007.
- [26] V. Andryani, *Pemanfaatan Antosianin pada Ubi Jalar Ungu Sebagai Indikator Asam-Basa*. Semarang: Universitas Negeri Semarang, 2015.
- [27] A. Muhamad Samsudin dan K. Khoiruddin, "Ekstraksi dan Filtrasi Membran dan Uji Stabilitas Zat Warna dari Kulit Manggis (*Garcinia mangostana*)," *Universitas Diponegoro*, Jan 2009.



- [28] M. Hambali, *Ekstraksi Antosianin dari Ubi Jalar dengan Variasi Konsentrasi Solven, dan Lama Waktu Ekstraksi*. Palembang: Universitas Sriwijaya, 2014.
- [29] A. Mahmudatussa'adah, D. Fardiaz, N. Andarwulan, dan F. Kusnandar, "Karakteristik Warna dan Aktivitas Antioksidan Antosianin Ubi Jalar Ungu," *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan*, vol. 25, no. 2, 2014.
- [30] P. H. Marco, R. J. Poppi, I. S. Scarminio, dan R. Tauler, "Investigation of the pH effect and UV radiation on kinetic degradation of anthocyanin mixtures extracted from Hibiscus acetosella," *Food Chemistry*, vol. 125, hlm. 1020–1027, 2011.
- [31] S. Chen, M. Wu, P. Lu, L. Gao, S. Yan, dan S. Wang, "Development of pH indicator and antimicrobial cellulose nanofibre packaging film based on purple sweet potato anthocyanin and oregano essential oil," *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 149, hlm. 271–280, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.01.231>.
- [32] B. R., *Chemical structure of anthocyanins*. New York: Academic Press, 1982.
- [33] M. Mustikaningrum, "Aplikasi Metode Spektrofotometri Visibel Genesys-20 untuk Mengukur Kadar Curcuminoid pada Temulawak (*Curcuma xanthorrhiza*)," *Universitas Diponegoro*, 2015.
- [34] L. Andria, *Validasi Metode Analisis Penentuan Kadar Vitamin C pada Minuman Buah Kemasan dengan Spektrofotometri UV-Vis*. Depok: Universitas Indonesia, 2012.
- [35] Y. Wunas, *Analisa Kimia Farmasi Kuantitatif (revisi kedua)*. Makassar: Universitas Hassanudin, 2011.
- [36] Kukuh Setiawan, *Metodologi Penelitian*. Lampung: Universitas Lampung, 2019.

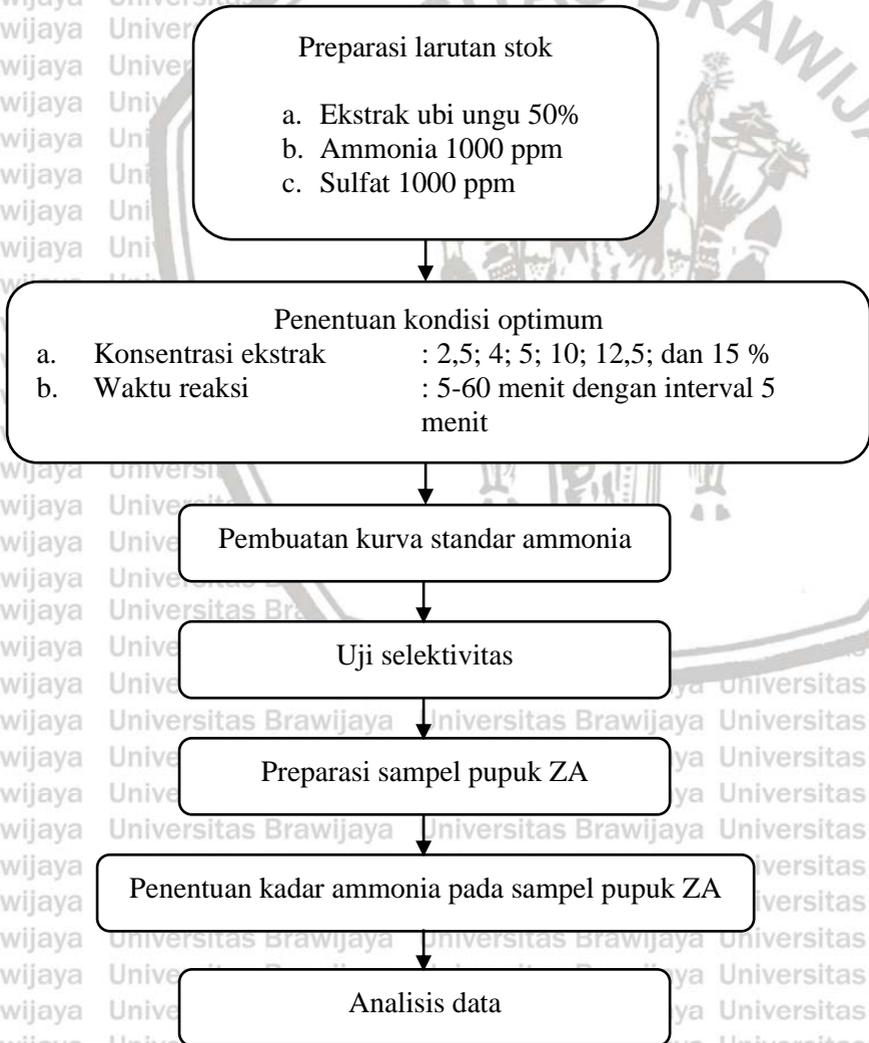


- [37] Riyanto, *Validasi & Verifikasi Metode Uji*. Yogyakarta: Deepublish Publisher, 2014.
- [38] Amalia Apsari, "Optimasi Konsentrasi Asam dan Waktu Pemanasan Kit Sianida pada Sampel Berwarna," Universitas Brawijaya, Malang, 2017.
- [39] Tati Suhartati, *Dasar-Dasar Spektrofotometri UV-Vis dan Spektrometri Massa untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Lampung: CV. Anugrah Utama Raharja, 2013.
- [40] George A. Sorial, Francis L. Smith, Makram T. Suidan, dan Richard C. Brenner, "Removal of Ammonia from Contaminated Air by Trickle Bed Air Biofilters," *Journal of the Air & Waste Management Association*, vol. 51, no. 5, hlm. 756–765, 2001, doi: 10.1080/10473289.2001.10464307.



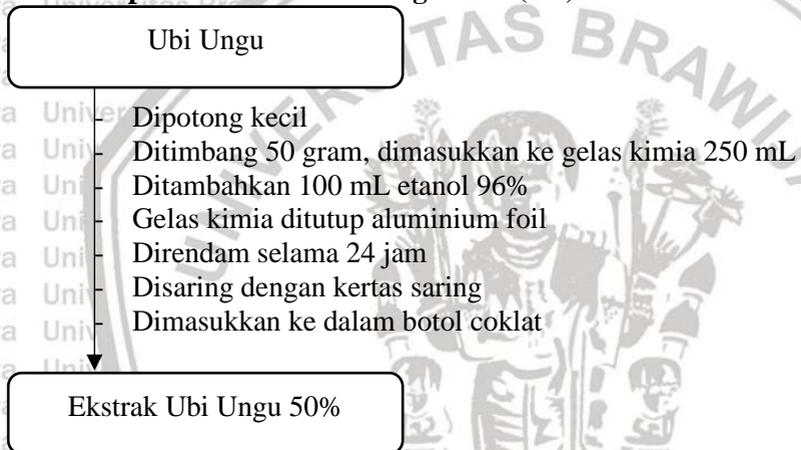
LAMPIRAN

Lampiran A. Tahapan Penelitian

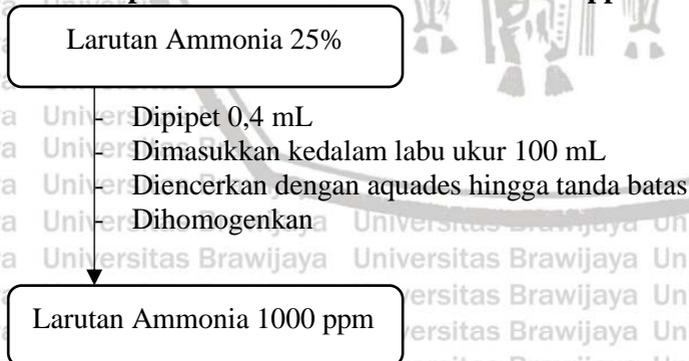


Lampiran B. Skema Kerja

B.1 Preparasi Ekstrak Ubi Ungu 50% (b/v)



B.2 Preparasi Larutan Stok Ammonia 1000 ppm



B.3 Preparasi Larutan Sulfat 1000 ppm

Padatan Natrium Sulfat

- Ditimbang sebanyak 0,1479 gram
- Dimasukkan dalam gelas kimia 250 mL
- Dilarutkan dengan sedikit aquades
- Dipindahkan ke labu ukur 100 mL
- Diencerkan sampai tanda batas dengan aquades
- Dihomogenkan

Larutan Sulfat 1000 ppm

Lampiran C. Perhitungan dan Pembuatan Larutan

C.1 Preparasi Larutan Ammonia

C.1.1 Larutan Stok Ammonia 1000 ppm

Larutan stok ammonium 1000 ppm sebanyak 100 mL dibuat dari larutan ammonia 25% (b/v) dengan persamaan berikut:

$$\begin{aligned} \text{Ammonia } 25\% &= \frac{25 \text{ g ammonia}}{100 \text{ mL}} = \frac{25.000 \text{ mg ammonia}}{0,1 \text{ L}} \\ &= 250.000 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$V_1 = \frac{C_2V_2}{C_1}$$

$$V_1 = \frac{1000 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{25.000 \text{ ppm}} = 0,4 \text{ mL}$$

C.1.2 Larutan Deret Standar Ammonia

Larutan standar ammonia dengan konsentrasi lebih rendah dibuat dari larutan stok ammonia 1000 ppm dengan persamaan berikut:

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$V_1 = \frac{C_2V_2}{C_1}$$



Larutan standar ammonia dengan konsentrasi 50; 100; 150; 200; 250 ppm dibuat dengan cara seperti di atas dengan volume larutan seperti berikut:

| C ₁ (ppm) | V ₁ (mL) | C ₂ (ppm) | V ₂ (mL) |
|----------------------|---------------------|----------------------|---------------------|
| 1000 | 0,5 | 50 | 10 |
| 1000 | 1 | 100 | 10 |
| 1000 | 1,5 | 150 | 10 |
| 1000 | 2 | 200 | 10 |
| 1000 | 2,5 | 250 | 10 |

C.2 Preparasi Larutan Ekstrak Ubi Ungu

Larutan ekstrak ubi ungu 50% (b/v) dibuat dari ubi ungu yang direndam dengan larutan etanol 96% (b/v) dengan persamaan sebagai berikut:

$$\% b/v \text{ ekstrak} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{volume (mL)}}$$

Larutan ekstrak ubi ungu dengan konsentrasi lain dibuat dengan cara seperti di atas dengan berat larutan seperti pada tabel berikut:

| C ₁ (%) | V ₁ (mL) | C ₂ (%) | V ₂ (mL) |
|--------------------|---------------------|--------------------|---------------------|
| 50 | 0,5 | 2,5 | 10 |
| 50 | 0,8 | 4 | 10 |
| 50 | 1 | 5 | 10 |
| 50 | 2 | 10 | 10 |
| 50 | 2,5 | 12,5 | 10 |
| 50 | 3 | 15 | 10 |

C.3 Pembuatan Larutan Sulfat

Larutan sulfat 1000 ppm dibuat dengan persamaan berikut:

$$\begin{aligned} \text{massa } Na_2SO_4 &= \frac{Mr Na_2SO_4}{Mr SO_4} \times \text{kadar (ppm)} \times \text{volume (L)} \\ &= \frac{142,04}{96,07} \times 1000 \text{ ppm} \times 0,1 \text{ L} = 147,85 \text{ mg} \\ &= 0,1479 \text{ g} \end{aligned}$$



Lampiran D. Analisis Data

D.1 Optimasi Waktu Reaksi

| Waktu (menit) | Absorbansi (610 nm) |
|---------------|---------------------|
| 5 | 0,334 |
| | 0,272 |
| | 0,398 |
| 10 | 0,338 |
| | 0,285 |
| | 0,403 |
| 15 | 0,342 |
| | 0,297 |
| | 0,406 |
| 20 | 0,344 |
| | 0,302 |
| | 0,409 |
| 25 | 0,347 |
| | 0,311 |
| | 0,411 |
| 30 | 0,352 |
| | 0,318 |
| | 0,414 |

| Waktu (menit) | Absorbansi (610 nm) |
|---------------|---------------------|
| 35 | 0,354 |
| | 0,326 |
| | 0,418 |
| 40 | 0,357 |
| | 0,331 |
| | 0,419 |
| 45 | 0,359 |
| | 0,335 |
| | 0,418 |
| 50 | 0,36 |
| | 0,34 |
| | 0,42 |
| 55 | 0,362 |
| | 0,343 |
| | 0,423 |
| 60 | 0,363 |
| | 0,346 |
| | 0,423 |



D.1.1 Uji T antara Absorbansi Menit Ke-5 dengan Menit Ke-60

| 5 menit | 60 menit | x_d | $x_d - \bar{x}_d$ | $(x_d - \bar{x}_d)^2$ |
|-----------------------------|----------|---------|-------------------|-----------------------|
| 0,334 | 0,363 | -0,029 | 0,0137 | 0,0002 |
| 0,272 | 0,346 | -0,074 | -0,0313 | 0,001 |
| 0,398 | 0,423 | -0,025 | 0,0177 | 0,0003 |
| \bar{x}_d | | -0,0427 | Total | 0,0015 |
| SD² | 0,0007 | | | |
| SD | 0,0272 | | | |
| t_{hitung} | -2,716 | | | |
| t_(0,05;2) | 2,92 | | | |

$t_{hitung} < t_{tabel}$ pada uji T antara menit ke-5 dengan menit ke-60, maka H_0 diterima, hasil absorbansi menit ke-5 dan menit ke-60 tidak berbeda secara signifikan untuk derajat kepercayaan 95%

D.1.2 Uji ANOVA Optimasi Waktu Reaksi

Hipotesa:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3 = \mu_4$$

H_1 : ada rata-rata yang tidak sama

Tingkat signifikansi $p = 0,05$

Karena $df_1 =$ derajat bebas perlakuan $= 12 - 1 = 11$ dan $df_2 =$ derajat bebas dalam sampel $= 36 - 12 = 24$, maka $f(0.05; 11; 24) = 3,4105$

Jadi daerah pelokannya:

H_0 ditolak jika $F > 3,4105$

Tabel ANOVA Optimasi Waktu Reaksi

| Sumber variasi | Jumlah kuadrat | Derajat Bebas | Kuadrat rata-rata | Statistik F |
|----------------|----------------|----------------|-------------------|-------------|
| Perlakuan | 0,006 | $12 - 1 = 11$ | 0,001 | 0,238 |
| Antar sampel | 0,059 | $36 - 12 = 24$ | 0,002 | |
| Total | 0,065 | $36 - 1 = 35$ | | |

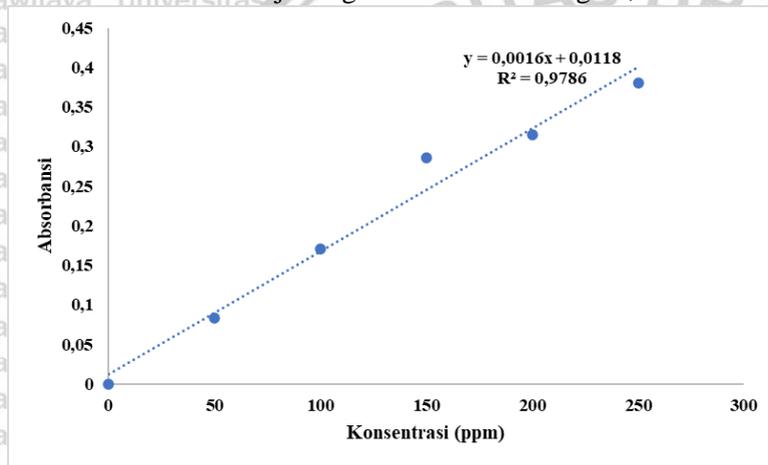
Karena $F_{hitung} < 3,4105$ maka H_0 diterima. Jadi, tidak ada perbedaan rata-rata dari data di atas, dapat diartikan tidak ada pengaruh waktu terhadap absorbansi larutan hasil reaksi antara ammonia dengan antosianin ekstrak ubi ungu pada tingkat signifikansi 5%



D.2 Optimasi Konsentrasi Ekstrak

D.2.1 Ekstrak Ubi Ungu 2,5%

Kurva Baku Metode Uji dengan Ekstrak Ubi Ungu 2,5%

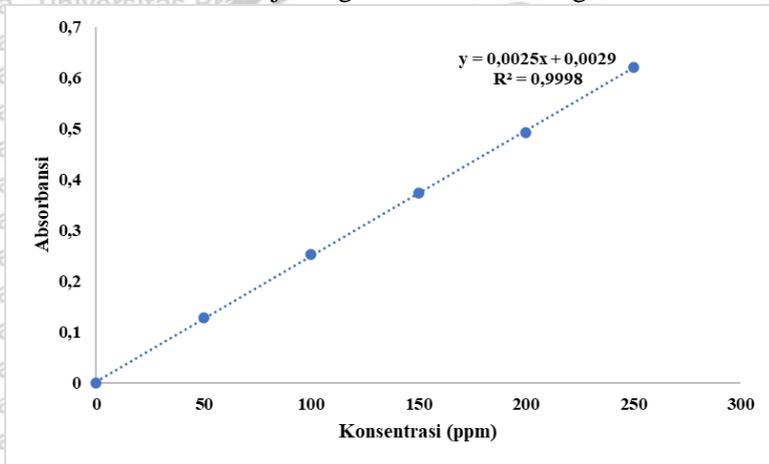


| Konsentrasi ammonia (ppm) | Absorbansi (610 nm) |
|---------------------------|---------------------|
| 0 | 0 |
| 50 | 0,083 |
| 100 | 0,17 |
| 150 | 0,286 |
| 200 | 0,315 |
| 250 | 0,381 |



D.2.2 Ekstrak Ubi Ungu 4%

Kurva Baku Metode Uji dengan Ekstrak Ubi Ungu 4%

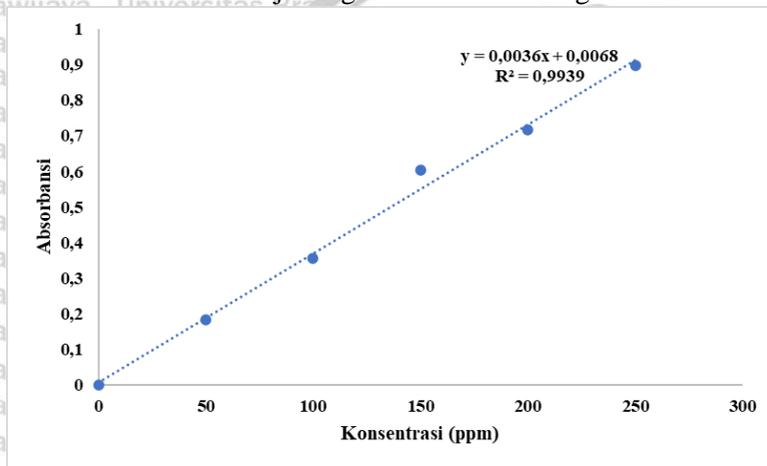


| Konsentrasi ammonia (ppm) | Absorbansi (610 nm) |
|---------------------------|---------------------|
| 0 | 0 |
| 50 | 0,128 |
| 100 | 0,254 |
| 150 | 0,374 |
| 200 | 0,493 |
| 250 | 0,622 |



D.2.3 Ekstrak Ubi Ungu 5%

Kurva Baku Metode Uji dengan Ekstrak Ubi Ungu 5%

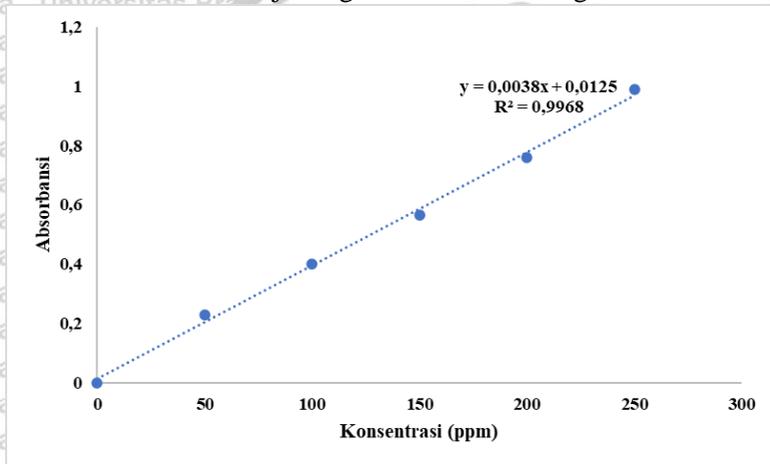


| Konsentrasi ammonia (ppm) | Absorbansi (610 nm) |
|---------------------------|---------------------|
| 0 | 0 |
| 50 | 0,183 |
| 100 | 0,356 |
| 150 | 0,604 |
| 200 | 0,717 |
| 250 | 0,898 |



D.2.4 Ekstrak Ubi Ungu 10%

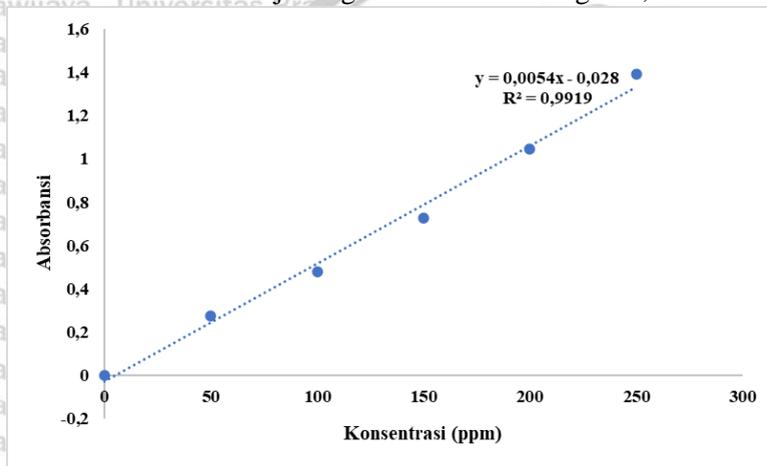
Kurva Baku Metode Uji dengan Ekstrak Ubi Ungu 10%



| Konsentrasi ammonia (ppm) | Absorbansi (610 nm) |
|---------------------------|---------------------|
| 0 | 0 |
| 50 | 0,23 |
| 100 | 0,401 |
| 150 | 0,566 |
| 200 | 0,758 |
| 250 | 0,989 |

D.2.5 Ekstrak Ubi Ungu 12,5%

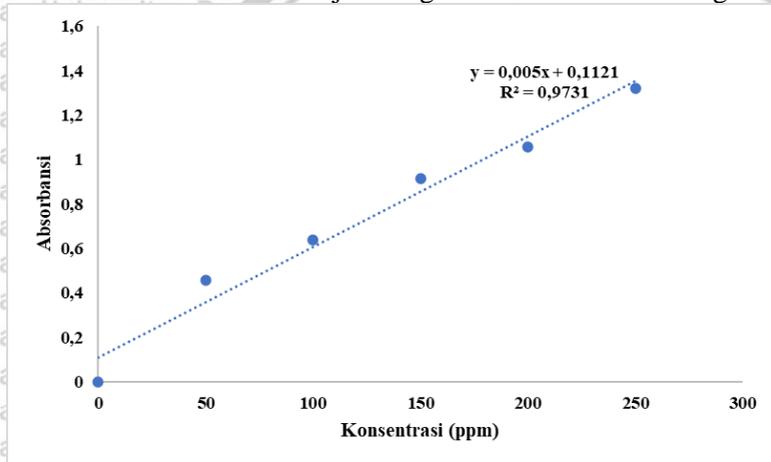
Kurva Baku Metode Uji dengan Ekstrak Ubi Ungu 12,5%



| Konsentrasi ammonia (ppm) | Absorbansi (610 nm) |
|---------------------------|---------------------|
| 0 | 0 |
| 50 | 0,272 |
| 100 | 0,48 |
| 150 | 0,725 |
| 200 | 1,047 |
| 250 | 1,392 |

D.2.6 Ekstrak Ubi Ungu 15%

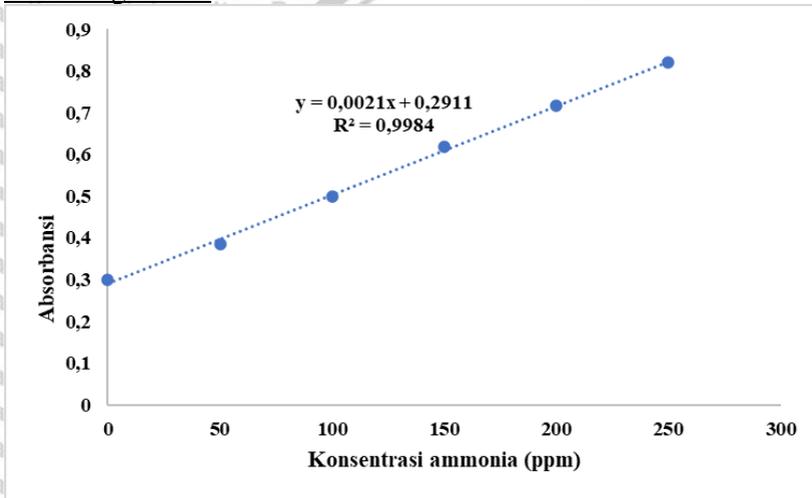
Kurva Baku Metode Uji dengan Ekstrak Ubi Ungu 15%



| Konsentrasi ammonia (ppm) | Absorbansi (610 nm) |
|---------------------------|---------------------|
| 0 | 0 |
| 50 | 0,459 |
| 100 | 0,639 |
| 150 | 0,913 |
| 200 | 1,058 |
| 250 | 1,32 |

D.3 Penentuan Kadar Ammonia dalam Pupuk ZA

Data Pengamatan



| Konsentrasi ammonia (ppm) | Absorbansi (610 nm) |
|---------------------------|---------------------|
| 0 | 0,3 |
| 50 | 0,385 |
| 100 | 0,499 |
| 150 | 0,618 |
| 200 | 0,717 |
| 250 | 0,82 |

Absorbansi simlo : 0,393

Absorbansi duplo : 0,403

Absorbansi triplo : 0,399

Perhitungan Konsentrasi Ammonia Setelah Diencerkan

$$y = 0,0021x + 0,2911$$

$$\text{ppm simlo} = \frac{0,393 - 0,2911}{0,0021} = 48,524$$



$$\text{ppm duplo} = \frac{0,403 - 0,2911}{0,0021} = 53,286$$

$$\text{ppm triplo} = \frac{0,399 - 0,2911}{0,0021} = 51,381$$

Perhitungan Konsentrasi Ammonia dalam Sampel Pupuk ZA

$$\%w/w \text{ simplo} = \frac{48,524 \times \frac{50}{0,5} \times \frac{50}{1000}}{5045} \times 100\% = 4,809\%$$

$$\%w/w \text{ duplo} = \frac{53,286 \times \frac{50}{0,5} \times \frac{50}{1000}}{5045} \times 100\% = 5,281\%$$

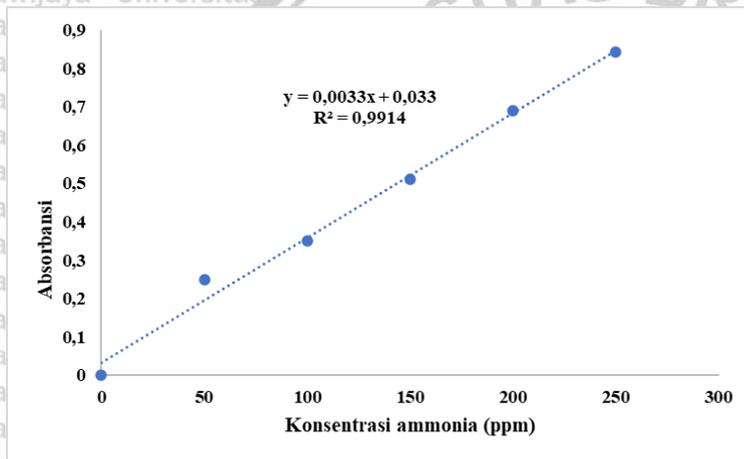
$$\%w/w \text{ triplo} = \frac{48,524 \times \frac{50}{0,5} \times \frac{50}{1000}}{5045} \times 100\% = 5,092\%$$

Rangkaian alat untuk proses preparasi sampel pupuk ZA



D.4 Uji Selektivitas Metode dengan Penambahan Konsentrasi Sulfat 50 ppm sebagai Pengganggu

Data Pengamatan



| Konsentrasi ammonia (ppm) | Absorbansi (610 nm) |
|---------------------------|---------------------|
| 0 | 0 |
| 50 | 0,248 |
| 100 | 0,351 |
| 150 | 0,51 |
| 200 | 0,69 |
| 250 | 0,844 |

Absorbansi dengan pengganggu (1) Univ: 0,810

Absorbansi dengan pengganggu (2) Univ: 0,788

Absorbansi dengan pengganggu (3) Univ: 0,798

Perhitungan

$$y = 0,0033x + 0,033$$

$$\text{ppm dengan pengganggu (1)} = \frac{0,810 - 0,033}{0,0033} = 235,455$$

$$\text{ppm dengan pengganggu (2)} = \frac{0,788 - 0,033}{0,0033} = 228,788$$



$$\text{ppm dengan pengganggu (3)} = \frac{0,820 - 0,033}{0,0033} = 231,818$$

$$\text{rata - rata} = 232,02 \text{ ppm}$$

$$\text{ppm tanpa pengganggu (1)} = \frac{0,69 - 0,033}{0,0033} = 199,091$$

$$\text{ppm tanpa pengganggu (2)} = \frac{0,616 - 0,0235}{0,0029} = 204,809$$

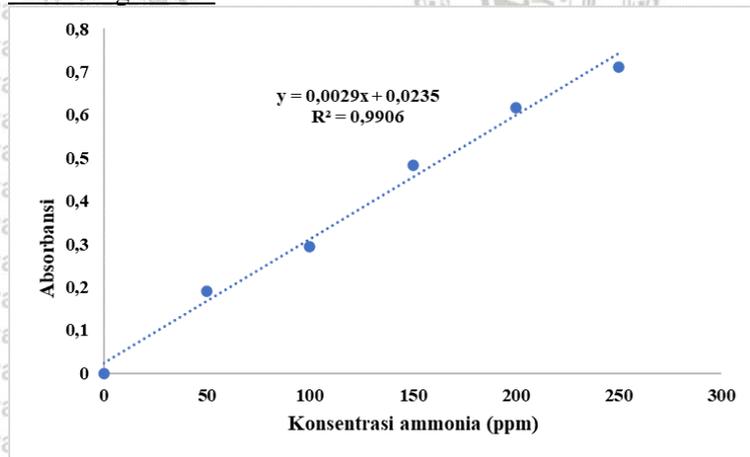
$$\text{ppm tanpa pengganggu (3)} = \frac{0,717 - 0,2911}{0,0021} = 202,809$$

$$\text{rata - rata} = 202,07 \text{ ppm}$$

$$\% \text{kesalahan} = \frac{232,02 - 202,07}{202,07} \times 100\% = 14,822\%$$

D.5 Uji Selektivitas Metode dengan Penambahan Konsentrasi Sulfat 100 ppm sebagai Pengganggu

Data Pengamatan



| Konsentrasi ammonia (ppm) | Absorbansi (610 nm) |
|---------------------------|---------------------|
| 0 | 0 |
| 50 | 0,19 |
| 100 | 0,294 |
| 150 | 0,484 |



| | |
|-----|-------|
| 200 | 0,616 |
| 250 | 0,712 |

- Absorbansi simplo : 0,805
- Absorbansi duplo : 0,756
- Absorbansi triplo : 0,820
- Absorbansi tanpa pengganggu : 0,616

Perhitungan

$$0,805 = 0,0029x + 0,0235$$

$$ppm \text{ dengan pengganggu (1)} = \frac{0,805 - 0,0235}{0,0029} = 269,483$$

$$ppm \text{ dengan pengganggu (2)} = \frac{0,756 - 0,0235}{0,0029} = 252,586$$

$$ppm \text{ dengan pengganggu (3)} = \frac{0,820 - 0,0235}{0,0029} = 274,655$$

$$\text{rata - rata} = 265,575 \text{ ppm}$$

$$ppm \text{ tanpa pengganggu (1)} = \frac{0,69 - 0,033}{0,0033} = 199,091$$

$$ppm \text{ tanpa pengganggu (2)} = \frac{0,616 - 0,0235}{0,0029} = 204,809$$

$$ppm \text{ tanpa pengganggu (3)} = \frac{0,717 - 0,2911}{0,0021} = 202,809$$

$$\text{rata - rata} = 202,07 \text{ ppm}$$

$$\% \text{kesalahan} = \frac{265,575 - 202,07}{202,07} \times 100\% = 31,427\%$$



Lampiran E. Dokumentasi Penelitian

Perubahan Warna Ekstrak Ubi Ungu Ketika Ditambahkan Ammonia
(kiri: tanpa ammonia, kanan: dengan ammonia)



Maserasi Ubi Ungu dengan Etanol 96% Selama 24 Jam



Ekstrak Ubi Ungu 4% pada Berbagai pH



Absorbansi dan Panjang Gelombang Maksimum Ekstrak Ubi Ungu 4% pada Berbagai pH

| pH | absorbansi | λ maksimum |
|----|------------|--------------------|
| 3 | 0,674 | 528 |
| 4 | 0,659 | 528 |
| 5 | 0,667 | 528 |
| 6 | 0,671 | 528 |
| 7 | 0,052 | 608 |
| 8 | 0,27 | 615 |
| 9 | 0,198 | 615 |
| 10 | 0,184 | 615 |
| 11 | 0,106 | 610 |
| 12 | 0,002 | 773 |

Ekstrak Ubi Ungu 4% + Ammonia 200 ppm pada berbagai pH



Absorbansi dan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Ekstrak Ubi Ungu 4% + Ammonia 200 ppm pada berbagai pH

| pH | absorbansi | λ maksimum |
|----|------------|--------------------|
| 3 | 0,384 | 529 |
| 4 | 0,384 | 529 |
| 5 | 0,323 | 610 |
| 6 | 0,528 | 610 |
| 7 | 0,543 | 614 |
| 8 | 0,435 | 614 |
| 9 | 0,435 | 614 |
| 10 | 0,235 | 615 |
| 11 | 0,225 | 615 |
| 12 | 0,200 | 615 |
| 13 | 0,002 | 758 |