PEMBUATAN TES KIT NITROGEN-AMONIA BERDASARKAN METODE FENAT MENGGUNAKAN KOMPARATOR KERTAS

SKRIPSI

oleh :
FIRMAN EKA PERMANA
0410923019-92

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2008

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

PEMBUATAN TES KIT NITROGEN-AMONIA BERDASARKAN METODE FENAT MENGGUNAKAN KOMPARATOR KERTAS

SKRIPSI

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

oleh :
FIRMAN EKA PERMANA
0410923019-92

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2008

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

PEMBUATAN TES KIT NITROGEN-AMONIA BERDASARKAN METODE FENAT MENGGUNAKAN KOMPARATOR KERTAS

oleh

FIRMAN EKA PERMANA
0410923019- 92

Telah dikoreksi dan dinyatakan memenuhi syarat skripsi
oleh pembimbing pada tanggal……..

Dosen Pembimbing I	Dosen Pembimbing II
Dr. Hermin Sulistyarti	**Dr.Ir. Chasan Bisri**
NIP. 131 759 832	**NIP. 130 809 316**

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

M. Farid Rahman,S.Si,M.Si.
NIP. 132 158 726

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Firman Eka Permana
NIM : 0410923019-92
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul : Pembuatan Tes Kit Nitrogen-Amonia berdasarkan Metode Fenat menggunakan Komparator Kertas

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. **Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama 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, Desember 2008
Yang menyatakan,

(Firman Eka Permana)
NIM. 0410923019-92

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

PEMBUATAN TES KIT NITROGEN-AMONIA BERDASARKAN METODE FENAT MENGGUNAKAN KOMPARATOR KERTAS

ABSTRAK

Pembuatan tes kit nitrogen-amonia berdasarkan metode fenat menggunakan komparator kertas didasarkan pada reaksi pembentukan senyawa indofenol biru. Reagen-reagen yang terlibat dalam reaksi pembentukan senyawa indofenol biru dioptimasi. Kondisi optimum yang diperoleh kemudian digunakan untuk pembuatan komparator. Komparator diuji validitasnya dengan membandingkan hasil analisis menggunakan metode standar mikrodestilasi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan volume natrium hidroksida 1 M, natrium hipoklorit 0,205 M, asam klorida 0,5 M, mangan (II) sulfat 0,003 M (katalis) dan fenat 2,123 M meningkatkan intensitas warna indofenol biru dengan optimasi volume masing-masing 7,0 mL, 0,25 mL, 0,30 mL, 0,20 mL dan 0,30 mL. Hasil dari uji validasi komparator dengan 2 macam sampel NPK menunjukkan metode fenat menggunakan media kertas menghasilkan ketepatan masing-masing sebesar 98 % dan 95,70 % dengan ketelitian 92,36 % dan 93,89 %. Komparator yang diperoleh memberikan perbedaan warna yang cukup jelas dengan konsentrasi nitrogen 1,3,5,7,10,13 dan 15% (b/v) sehingga komparator dapat digunakan untuk analisis pupuk.

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

THE DEVELOPMENT OF TEST KIT OF AMMONIA NITROGEN BASED ON THE PHENATE METHOD USING PAPER COMPARATOR

ABSTRACT

Test kit of ammonia nitrogen was succesfuly developed using paper comparator based on the formation of blue indophenol compound. The reagents involved were optimized and the optimum conditions obtained were used for developing the comparator. The validity of comparator was examined by comparing the results using the standard method of microdestilation. The results showed that increasing the volume of sodium hydroxide 1 M, sodium hypochlorous 0.205 M, chloride acid 0.5 M, mangan (II) sulphate 0.003 M (catalyst) and phenate 2.123 M increased the colour intensity of blue indophenol with optimum volume of each of 7.0 mL, 0.25 mL, 0.30 mL, 0.20 mL and 0.30 mL. The results of comparator using the optimum condition showed increasing the colour intensity of indophenol from concentration 1,3,5,7,10,13 and 15%. The result of validity of comparator using 2 different samples of NPK fertilizer gave result to accuracy of 98 % and 95.70 % with precision of 92.36 % and 93.89 %. Based on the results the comparator can be used for nitrogen of ammonia fertilizer analysis at concentration of 1, 3, 5, 7, 10, 13 and 15% (w/v).

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan berkat, rahmat dan pengetahuan-Nya hingga Tugas Akhir yang berjudul **Pembuatan Tes Kit Nitrogen-Amonia berdasarkan Metode Fenat menggunakan Komparator Kertas** ini dapat diselesaikan.

Tugas akhir ini disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan studi di jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Dr. Hermin Sulistyarti dan Dr.Ir. Chasan Bisri selaku dosen pembimbing I dan II atas segala bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Ir. Adam Wiryawan, M.S. selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan selama kuliah.
3. M. Farid Rahman, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas kepada penulis untuk mengadakan penelitian di seluruh laboratorium kimia.
4. Dr. Soebiantoro, Apt. M.Sc; Dra.Sri Wardhani, Msi; Ir. Bambang Poerwadi, MS; dan Dra. Anna R, M.App.Sc selaku dosen penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah skripsi ini.
5. Bapak dan Ibu tercinta, terima kasih atas semua doa, semangat, perhatian dan kasih sayangnya selama kuliah.
6. Teman-temanku Kimia 2004, terima kasih telah banyak membantu dan saling berbagi selama ini.

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

Malang, Desember 2008
Penulis

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL i
HALAMAN PENGESAHAN ii
HALAMAN PERNYATAAN iii
ABSTRAK iv
ABSTRACT v
KATA PENGANTAR vi
DAFTAR ISI vii
DAFTAR GAMBAR x
DAFTAR TABEL xi
DAFTAR LAMPIRAN xii

BAB I PENDAHULUAN
1.1 Latar Belakang Masalah..... 1
1.2 Rumusan Masalah 2
1.3 Batasan Masalah 2
1.4 Tujuan Penelitian 2
1.5 Manfaat Penelitian 2

BAB II TINJAUAN PUSTAKA
2.1 Nitrogen 3
2.2 Metode Kjeldahl..... 4
2.3 Metode Nessler 4
2.4 Metode Fenat 5
2.5 Natrium Hidroksida..... 6
2.6 Natrium Hipoklorit..... 6
2.7 Asam Klorida..... 7
2.8 Mangan Sulfat 7
2.9 Fenol 7
3.0 Penentuan Ketepatan dan Ketelitian 8
3.1 Hipotesis 8

BAB III METODOLOGI
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian 9
3.2 Bahan dan Alat Penelitian 9
3.2.1 Alat Penelitian 9
3.2.2 Bahan Penelitian 9

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

3.3 Metode Penelitian 9
3.4 Cara Kerja Penelitian.....10
3.4.1 Optimasi volume NaOH 1 M pada kertas saring 10
3.4.2 Optimasi volume NaOCl 0,8 M pada kertas saring 10
3.4.3 Optimasi volume HCl 0,5 M pada kertas saring 10
3.4.4 Optimasi volume $MnSO_4$ 0,003 M pada kertas saring 10
3.4.5 Optimasi volume fenat 2,123 M pada kertas saring 10
3.4.6 Pembuatan komparator kertas N 1-15% 11
3.4.7 Pembuatan komparator pipa U N 1- 15% 11
3.4.8 Analisis pupuk menggunakan komparator kertas N 1-15% 11
3.4.9 Penentuan panjang gelombang maksimum ...12
3.4.10 Pembuatan kurva stándar nitrogen.....12
3.4.11 Penentuan nitrogen dalam sampel pupuk dengan metode standar mikrodestilasi 13
3.5 Analisa Data 13
3.5.1 Peritungan persamaan regresi linier pada kurva standar 13
3.5.2 Penentuan ketetapan dan ketelitian 14

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN
4.1 Optimasi Reagen 16
4.1.1 Optimasi volume NaOH 1 M pada kertas saring 17
4.1.2 Optimasi volume NaOCl 0,8 M pada kertas saring 18
4.1.3 Optimasi Volume HCl 0,5 M pada kertas saring 19
4.1.4 Optimasi Volume $MnSO_4$ 0,003 M pada kertas saring 19
4.1.5 Optimasi volume fenat pada kertas saring 20

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

4.2 Pembuatan Komparator 21
4.2.1 Pembuatan komparator kertas N 1-15% 21
4.2.2 Pembuatan komparator pipa U N 1-15% 22
4.3 Uji Validitas Komparator Warna 23
4.3.1 Analisis pupuk menggunakan komparator kertas N 1-15%..... 23
4.3.2 Penentuan panjang gelombang maksimum 24
4.3.3 Pembuatan kurva standar nitrogen 24
4.3.4 Penentuan nitrogen dalam sampel pupuk dengan metode standar mikrodistilasi 25
4.4 Penentuan ketepatan dan ketelitian 26

BAB V KESIMPULAN
5.1 Kesimpulan 28
5.2 Saran 28

DAFTAR PUSTAKA 29
LAMPIRAN..... 32

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 4.1 Pengaruh penambahan NaOH 1,3,5,7,10 mL 17
Gambar 4.2 Pengaruh penambahan NaOCl 0,05-0,35 mL 18
Gambar 4.3 Pengaruh penambahan HCl 0,05-0,35 mL 19
Gambar 4.4 Pengaruh penambahan $MnSO_4$ 0,05-0,35 mL 20
Gambar 4.5 Pengaruh penambahan fenat 0,05-0,35 mL 21
Gambar 4.6 Komparator nitrogen konsentrasi 1, 3, 5, 7, 10, 13 dan 15%..... 21
Gambar 4.7 Kurva Komparator Nitrogen 22
Gambar 4.8 Komparator nitrogen kosentrasi 1, 3, 5, 7, 10, 13 dan 15%..... 22
Gambar 4.9 Adsorbansi senyawa Indofenol Biru..... 24
Gambar 4.10 Kurva Standar Nitrogen 25
Gambar L7.1 Rangkaian alat komparator pipa U..... 45
Gambar L7.2 Rangkaian alatmikrodestilasi 46

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 3.5.2 nilai 3 kali pengukuran sampel nitrogen pada kondisi optimum 26
Tabel 4.3.4 Perbandingan uji validitas kertas vs mikrodestilasi 26
Tabel L2.1 Data perhitungan pembuatan larutan NH_4Cl 1-15% 34
Tabel L2.10 Pembuatan larutan standar nitrogen 3,5,7,8,10 dan 13% 37
Tabel L3.1 Data penentuan volume optimum 38
Tabel L3.2 Data panjang gelombang maksimum vs absorbansi 38
Tabel L3.3 Data pembuatan kurva standar nitrogen 39
Tabel L3.4 Data absorbansi sampel NPK 39
Tabel L3.5 Data absorbansi N 1-15% 39
Tabel L4.1.1 Data absorbansi NH_4Cl pada berbagai kosentrasi nitrogen 40
Tabel L4.1.2 Data regresi linier komparator pipa U 40
Tabel L4.1.3 Perhitungan koefisien korelasi 41
Tabel L5.1 Sampel NPK (volume 0,05 mL) 42
Tabel L5.2 Sampel NPK (volume 0,10 mL) 42
Tabel L6.1 Data kosentrasi nitrogen dalam pupuk NPK pada volume 0,05 mL dengan metode fenat pada kertas 43
Tabel L6.1 Data kosentrasi nitrogen dalam pupuk NPK pada volume 0,10 mL dengan metode fenat pada kertas 44

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran 1 Preparasi Sampel dan Reagen..... 32
Lampiran 2 Perhitungan Preparasi Larutan..... 34
Lampiran 3 Data Hasil Penelitian..... 38
Lampiran 4 Perhitungan Regresi Linier Komparator Pipa U..... 40
Lampiran 5 Penentuan Konsentrasi Nitrogen pada Pupuk NPK secara Mikrodestilasi..... 42
Lampiran 6 Penentuan Ketepatan dan Ketelitian 43
Lampiran 7 Gambar Perancangan Alat Penelitian 45

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

repository.ub.ac.id

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Pupuk merupakan bahan yang penting untuk menambah unsur hara dalam tanaman. Hampir sebagian besar petani memakai pupuk untuk meningkatkan kualitas dan kuantitas produksi pertanian. Saat ini banyak pupuk palsu beredar di pasaran sehingga terjadi penurunan produktifitas pertanian yang berimbas pada kenaikan harga bahan pangan. Oleh karena itu, dibutuhkan suatu cara untuk membedakan pupuk asli dengan pupuk palsu. Salah satu cara untuk membedakan antara pupuk asli dengan pupuk palsu yaitu dengan menentukan kadar nitrogen yang ada di dalamnya. Penentuan kadar nitrogen dapat ditentukan dengan beberapa metode antara lain : metode Kjeldahl, metode Nessler, dan metode Fenat. Tapi metode Kjeldahl dan metode Nessler memiliki tahapan analisis yang rumit dan sulit pengerjaannya sedangkan saat ini penentuan kadar nitrogen dengan analisis yang sederhana dan mudah dikerjakan dibutuhkan dalam masyarakat khususnya para petani.

Metode Fenat memungkinkan digunakan untuk pembuatan tes kit nitrogen, baik dibuat menggunakan larutan maupun kertas saring. Pada penentuan tes kit nitrogen menggunakan komparator larutan, warna sampel tercampur dengan warna lain sampel matriksnya (campurannya) sehingga mengganggu intensitas warna sampel. Masalah warna yang mengganggu pada penentuan Tes Kit Nitrogen menggunakan larutan menyebabkan penentuan kandungan nitrogen dalam sampel kurang akurat. Oleh karena itu, pada penelitian ini dibuat tes kit nitrogen dengan metode fenat dengan menggunakan kertas saring dimana warna sampel tidak tercampur dengan warna lain sampel matriksnya karena sampel dipisahkan dahulu sebelum ditentukan kadarnya. Prinsip dari metode ini adalah larutan sampel yang mengandung ammonium diubah menjadi amonia dengan penambahan larutan NaOH 1 M, kemudian amonia yang telah dibebaskan ditangkap dengan kertas yang telah dibasahi dengan reagen yaitu : NaOCl 0,205 M, HCl 0,5 M, $MnSO_4$ 0,003 M dan fenol dalam suasana basa (fenat 2,123 M).Dengan menggunakan metode Fenat menggunakan komparator kertas saring diharapkan mengatasi masalah warna yang menganggu pada komparator larutan dan lebih akurat dalam menganalisis kandungan nitrogen dalam

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

sampel. Dengan menggunakan media kertas saring diharapkan bahwa metode fenat dapat dijadikan alternatif untuk penentuan kadar nitrogen dan cocok untuk analisis di lapangan.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana kondisi volume optimum NaOH 1 M, NaOCl 0,205 M, HCl 0,5 M, $MnSO_4$ 0,003 M dan fenat 2,123 M berpengaruh terhadap intensitas warna pada pembentukan senyawa indofenol sebagai dasar pembuatan komparator kertas ?
2. Bagaimana akurasi dan presisi komparator kertas terhadap analisis kandungan nitrogen dalam sampel ?

1.3 Batasan Masalah

1. Sampel yang digunakan adalah ammonium klorida dan sampel alami adalah pupuk NPK
2. Pembuatan komparator kertas dilakukan pada konsentrasi nitrogen 1-15% (b/v)
3. Uji validitas dilakukan dengan menggunakan metode standar mikrodestilasi

1.4 Tujuan Penelitian

Pada penelitian ini bertujuan untuk :

1. Menentukan kondisi volume optimum NaOH 1 M, NaOCl 0,205 M, HCl 0,5 M, $MnSO_4$ 0,003 M dan fenat 2,123 M yang berpengaruh terhadap intensitas warna pada pembentukan senyawa indofenol sebagai dasar pembuatan komparator kertas.
2. Pembuatan komparator warna untuk analisis N-NH_3
3. Uji validitas komparator yang dibuat

1.5 Manfaat Penelitian

Dengan penelitian ini diharapkan dapat mengembangkan metode analisis penentuan kadar nitrogen yang sederhana dan lebih efisien dalam hal penggunaan reagen, waktu dan jumlah sampel untuk mendeteksi pemalsuan pupuk yang dapat merugikan petani.

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nitrogen

Nitrogen merupakan elemen atomik yang berbentuk gas, berupa gas diatomik. Pada sistem periodik termasuk dalam golongan VA. Secara kimiawi nitrogen merupakan gas yang tidak berwarna, tidak berbau dan tidak reaktif (Sax, 1987).

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

Peran utama nitrogen bagi tanaman adalah untuk merangsang pertumbuhan tanaman secara keseluruhan, khususnya batang, cabang dan daun, serta berperan penting dalam pembentukan hijau daun dalam proses fotosintesis. Tanaman yang kekurangan nitrogen tampak pada daun tua yang mudah menguning (Lingga, 1989).

Nitrogen merupakan unsur penting yang banyak ditemukan di udara (79%). Nitrogen dapat berada dalam bentuk gas, cair, dan padat. Nitrogen dapat berada dalam sel, jaringan dan tubuh makhluk hidup terikat dalam berbagai macam senyawa. Selain itu, nitrogen dapat pula ditemukan dalam tanah dan dalam pupuk sintetis, misalnya Urea, ZA dan pupuk NPK (Novizan, 2002). NPK merupakan pupuk majemuk yang mengandung beberapa macam nutrisi dalam satu paket pupuk. Pupuk majemuk pada umumnya berbentuk butiran (granular), mudah larut dan mudah digunakan. Penggunaan pupuk NPK ini dapat menghemat biaya daripada menggunakan pupuk tunggal tetapi kebutuhan tanaman dapat terpenuhi 3 elemen nutrisi yang penting (Nitrogen, Fosfat, Kalium). Pupuk majemuk NPK diproduksi dalam berbagai macam perbandingan (N:P:K) antara lain 10-26-26; 14-35-14; 14-28-14; 17-17-17; 19-19-19; 22-22-11 (Biswas dan Mukherjee, 1987).

Nitrogen dalam bentuk amonia merupakan jenis nitrogen yang penting pada lingkungan sekitar. Amonia merupakan gas yang

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

dominan di udara dan berperan penting dalam proses kimia di atmosfer (Galloway, 1995). Nitrogen dalam bentuk amonia dapat dianalisis dengan metode Kjeldahl, Nessler dan Fenat (Greenberg, *et al.*, 1992).

2.2 Metode Kjeldahl

Metode Kjeldahl telah banyak digunakan untuk penentuan nitrogen total suatu protein pada makanan maupun penentuan nitrogen dalam sampel air, tanah dan banyak sampel lainnya. Metode ini terdiri dari 3 tahap yaitu destruksi, destilasi dan titrasi (Horwitz, 1980). Metode destilasi dan titrasi biasanya digunakan untuk kosentrasi N-NH_3 lebih besar dari 5 mg/L (Greenberg *et al*., 1992). Sedangkan menurut Horwitz (1980), metode titrimetri hanya dapat digunakan jika kosentrasi nitrogen dalam sampel lebih besar dari 1,0 mg/L. Persamaan reaksi 2.1 menunjukkan reaksi pada proses destruksi dan persamaan 2.2 menunjukkan persamaan reaksi pada proses destilasi dan persamaan 2.3 menunjukkan persamaan reaksi pada proses titrasi (Parmer, 2008) :

$$\text{Sampel N} + H_2SO_4 \rightarrow (NH_4)_2SO_4 + H_2O + CO_2 + \text{matriks sampel} \quad (2.1)$$

$$(NH_4)_2SO_4 + 2\ NaOH \rightarrow 2NH_3 + Na_2SO_4 + H_2O \quad (2.2)$$

$$2\ NH_3 + 2H_2SO_4 \rightarrow (NH_4)_2SO_4 + H_2SO_4 \quad (2.3)$$

2.3 Metode Nessler

Metode Nessler adalah salah satu metode spektrofotometri yang cukup baik dalam hal stabilitas kimia reagen-reagen yang digunakan dan sensivitas terhadap nitrogen dalam bentuk ion ammonium. Reagen Nessler, menyebabkan perubahan warna dari kuning sampai cokelat yang disebabkan reaksi Nessler-amonia yang menyerap kuat pada panjang gelombang yang lebar. Warna kuning menunjukkan konsentrasi nitrogen amonia yang rendah (0,4 sampai 5 mg/L) yang dapat diukur dengan sensivitas yang masih diterima pada panjang gelombang pada daerah panjang gelombang 400-425 nm. Warna merah kecokelatan menunjukkan konsentrasi amonia sekitar 10 mg/L yang dapat diukur pada daerah 450-500 nm. Pada kondisi yang

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

optimum reagen Nessler dapat memberikan respon terhadap konsentrasi nitrogen amonia yang besarnya 1µg/50 mL (Greenberg, *et al.*, 1992).

Prinsip penentuan nitrogen secara spektrofotometri dengan reagen Nessler adalah mereaksikan ion ammonium dengan reagen Nessler larutan basa kalium tetraiodomerkurat (II) sehingga akan didapatkan larutan yang berwarna merah bata. Pewarnaan larutan yang menghasilkan dalam penentuan nitrogen menggunakan pereaksi Nessler ini sesuai dengan jumlah amonia atau amonium yang terikat (Svehla, 1985). Reaksi dengan reagensia Nessler (larutan basa kalium tetraiodomerkurat (II) dapat dinyatakan pada persamaan reaksi 2.4 (Basset, dkk., 1994) :

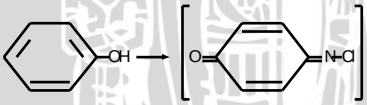
$$2K_2[HgI_4]_{(aq)} + 2NH_{3(aq)} \rightarrow \underset{\text{merah bata}}{NH_2Hg_2I_{3(aq)}} + 4KI_{(aq)} + NH_4I_{(aq)} \quad .....(2.4)$$

2.4 Metode Fenat

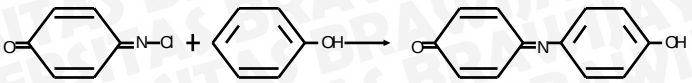
Prinsip dari metode fenat adalah terbentuknya senyawa indofenol yang berwarna biru dengan mereaksikan amonia, hipoklorit dan fenol dengan garam mangan sebagai katalis. Pada metode ini yang menjadi pengganggu adalah ion kalsium (Ca^{2+}) dan ion magnesium (Mg^{2+}) yang dapat membentuk $CaCO_3$ dan $MgCO_3$ yang dapat menyebabkan pengendapan selama analisis. Gangguan tersebut dapat diatasi dengan penambahan larutan EDTA karena dapat mengomplekskan ion magnesium dan ion kalsium, selain itu gangguan tersebut juga dapat diatasi dengan metode destilasi. Warna biru pada indofenol memiliki adsorbansi maksimum pada panjang gelombang 630 nm (Greenberg, *et al.*, 1992). Reaksi pembentukan indofenol dapat dinyatakan pada reaksi 2.5 – 2.7 sebagai berikut (Bohley, 1967):

$$\underset{\text{amonia}}{NH_3} + H^+ + \underset{\text{hipoklorit}}{OCl^-} \longrightarrow H_2O + \underset{\text{kloramin}}{NH_2Cl} \quad (2.5)$$

NH_2Cl +



kloramin fenol p-quinon-kloramin (2.6)



p-quinon-kloramin fenol indofenol kuning

(2.7)

indofenol kuning indofenol biru

Pada penelitian lain tentang pembentukan senyawa indofenol biru Falkowska dan Lewandowska (2004) melaporkan bahwa senyawa indofenol biru terbentuk dengan mereaksikan amonia, hipoklorit dan fenol dengan garam natrium nitroprusida sebagai katalis. Reaksi diawali dengan pembentukan senyawa kloramin setelah mereaksikan amonia dengan hipoklorit.Kloramin kemudian bereaksi dengan hipoklorit yang tersisa dan fenol membentuk senyawa quinon kloramin dengan garam natrium nitroprusida sebagai katalis. Senyawa quinon kloramin kemudian bereaksi dengan fenol yang tersisa untuk membentuk senyawa indofenol biru.

2.5 Natrium hidroksida

Senyawa yang berbentuk kristal, berwarna putih, titik lebur 318^0 C, titik didih 1390^0 C, mudah menyerap air dan karbondioksida dari udara, beracun, dapat menyebabkan iritasi pada kulit dan larut dalam alkohol, gliserol dan air. Natrium hidroksida digunakan dalam pembuatan kertas, alumunium, sabun, tekstil dan karet (Basri, 2003). Peran natrium hidroksida dalam metode fenat adalah untuk memisahkan nitrogen yang semula berbentuk amonium menjadi amonia (APHA, *et al.*, 1998).

2.6 Natrium hipoklorit

Garam dengan rumus kimia NaOCl, padatan kristal berwarna putih. Hipoklorit mempunyai sifat tidak stabil dan biasanya disimpan dalam bentuk larutannya dalam air (berwarna hijau), digunakan sebagai oksidator dalam pemutihan kertas dan tekstil serta sebagai anti septik dan fungisida (Ham, 2008). Menurut (Stricland dan

Parsons, 1994) natrium hipoklorit berperan dalam pembentukan senyawa kloramin. Senyawa kloramin selanjutnya bereaksi dengan hipoklorit yang tersisa dan fenol membentuk senyawa quinon kloramin (Falkowska dan Lewandowska 2004) dalam metode fenat.

2.7 Asam klorida

Senyawa anorganik dengan rumus kimia HCl, tidak berwarna dan berbau tajam, dapat dibentuk dengan mereaksikan NaCl dengan H_2SO_4 pekat dan larut dalam pelarut air (Ham, 2008). HCl berperan dalam pembentukan asam hipoklorit dalam metode fenat.

2.8 Mangan sulfat

Senyawa dengan rumus kimia $MnSO_4.4H_2O$ berbentuk bubuk dan berwarna merah pucat. Larut dalam air dan tidak larut dalam alkohol.Mangan sulfat dihasilkan sebagai produk samping dari produksi hidroquinon atau dengan mereaksikan asam sulfat pada mangan hidroksida. Mangan sulfat digunakan dalam pembuatan pupuk, cat, pernis, fungisida dan obat-obatan (Basri, 2003). Peran mangan sulfat adalah sebagai katalis dalam reaksi antara kloramin dengan fenol (Greenberg *et al*., 1992) seperti peran dinatrium pentasianonitrosilferrat (III) mengkatalisis kloramin dengan turunan fenol (Honikel dan Heinz, 1976).

2.9 Fenol

Senyawa aromatik yang mengandung gugus hidroksi yang terikat pada cincin benzena. Fenol dapat menyerap air dari udara dan meleleh, berbau tidak enak, larut dalam air, eter, kloroform, alkohol, karbon disulfida, gliserol dan larutan alkali. Fenol digunakan dalam pembuatan resin epoksi, larutan indikator dan farmasi (Basri,2003). Peran fenol dalam metode fenat adalah berperan dalam pembentukan warna pada senyawa para quinon kloramin dimana intensitas warna pembentukan tergantung pada kosentrasi senyawa kloramin (Patton dan Crouch, 1977).

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

3.0 Penentuan Ketepatan dan Ketelitian

Ketepatan dapat didefinisikan sebagai kedekatan hasil pengukuran dengan nilai sebenarnya dari suatu jumlah yang diukur. Ketelitian adalah kedekatan hasil dari beberapa pengukuran yang biasanya dinyatakan dalam standar deviasi (Day dan Underwood, 1996). Untuk menyatakan konsentrasi hasil pengukuran, dapat ditentukan dengan cara menghitung nilai rata-rata dan standar deviasi dan konsentrasi.

Untuk menentukan konsentrasi % kesalahan (ketelitian) perlakuan percobaan dapat dihitung dengan persamaan berikut :

% kesalahan relatif = SD x 100 % .....(2.8)

Makin kecil kesalahan relatif, menunjukkan makin tinggi tingkat ketelitian hasil pengukuran sehingga ketelitian dapat ditentukan sebagai berikut :

% ketelitian = 100 % - % kesalahan relatif .....(2.9)

Adapun ketepatan hasil pengukuran dapat dihitung sebagai berikut :

$$\% \text{ ketepatan} = \frac{\textit{kosentrasi nitrogen hasil pengukuran}}{\textit{kosentrasi nitrogen sebenarnya}} \times 100\ \% \quad (2.10)$$

3.1 Hipotesis

Optimasi volume reagen yang digunakan antara lain $MnSO_4$ 0,003 M, NaOCl 0,205 M, HCl 0,5 M, NaOH 1 M dan fenat 2,123 M berpengaruh terhadap intensitas warna pada pembentukan senyawa indofenol. Reagen NaOCl 0,205 M adalah reagen yang paling berpengaruh tehadap intensitas warna pada pembentukan senyawa indofenol karena berperan dalam pembentukan kloramin dan pembentukan para quinon kloramin.

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

BAB III
METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan waktu Penelitian

Penelitian mengenai "Pembuatan Tes Kit Nitrogen berdasarkan Metode Fenat menggunakan Komparator Kertas" dilaksanakan pada bulan Agustus 2007 hingga Juni 2008 di labolatorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Alat penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah : bunsen, seperangkat alat destilasi, pipet mikromili Acura 821 (adjustable micropipette) 5-50 µL, pipet mikromili Assipette 100-1000 µL no. 115/100, spektrofotometri UV-Vis, serta alat gelas dan plastik yang lazim digunakan dalam laboratorium kimia.

3.2.2 Bahan penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini semua berderajat pro analisis, yaitu: NH_4Cl sebagai sampel, pupuk NPK sebagai sampel alami, NaOH, NaOCl pekat 5,25 % (bj = 1,165 kg/L), HCl pekat 37% (bj = 1,19 kg/L), $MnSO_4.H_2O$, dan H_2SO_4 pekat 96 % (bj = 1,84 kg/L), kecuali kertas dan akuadem.

3.3 Metode penelitian

Metode yang digunakan adalah metode fenat dengan menggunakan kertas saring. Dalam penelitian ini dilakukan beberapa tahapan antara lain :

1. Pengoptimasian masing-masing reagen yang digunakan dalam percobaan
2. Pembuatan komparator
3. Uji validitas komparator yang dibuat
4. Penentuan ketepatan dan ketelitian

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

3.4 Cara Kerja Penelitian

3.4.1 Optimasi volume NaOH 1 M pada kertas saring

Optimasi volume NaOH 1 M dilakukan dengan cara memasukkan 0,15 ml N 1% ke dalam tabung reaksi, lalu ditambahkan 5,0 mL NaOH 1 M, kemudian ditutup dengan kertas saring. Kertas kemudian dibasahi secara berurutan dengan 0,05 mL $MnSO_4$ 0,003 M, 0,05 mL NaOCl 0,205 M, 0,05 mL HCl 0,5 M, dan 0,20 mL fenat 2,123 M (setiap setelah penetesan, kertas didiamkan hingga kering sebelum ditetesi kembali), kemudian didiamkan selama 5 menit, dan tabung reaksi dipanaskan di atas bunsen selama 5 menit, dan kertas diberi 0,05 mL NaOCl 0,205 M dan didiamkan hingga warna biru timbul. Setelah warna pada kertas saring timbul, kertas dipotong bulat sesuai dengan bulatan tabung reaksi dan hasilnya difoto. Prosedur di atas diulang dengan memvariasi NaOH dengan volume 1, 3, 5, 7 dan 10 mL.

3.4.2 Optimasi volume NaOCl 0,205 M pada kertas saring

Optimasi volume NaOCl 0,205 M dilakukan seperti percobaan 3.4.1 dengan volume NaOH 1 M optimum (7,0 mL) dan NaOCl divariasi dari 0,10 sampai 0,35 mL.

3.4.3 Optimasi volume HCl 0,5 M pada kertas saring

Optimasi volume HCl 0,5 M dilakukan seperti percobaan 3.4.2 dengan volume NaOCl 0,205 M optimum (0,25 mL) dan HCl divariasi dari 0,10 sampai 0,35 mL.

3.4.4 Optimasi volume $MnSO_4$ 0,003 M pada kertas saring

Optimasi volume $MnSO_4$ 0,003 M dilakukan seperti percobaan 3.4.3 dengan volume HCl 0,5 M optimum (0,30 mL) dan $MnSO_4$ divariasi dari 0,10 sampai 0,35 mL.

3.4.5 Optimasi volume fenat 2,123 M pada kertas saring

Optimasi volume fenat 2,123 M dilakukan seperti percobaan 3.4.4 dengan volume $MnSO_4$ 0,003 M optimum (0,20 mL) dan fenat divariasi dari 0,10 sampai 0,35 mL.

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

3.4.6 Pembuatan komparator kertas N 1-15%

Komparator dibuat dengan cara menyiapkan larutan variasi konsentrasi sampel N yaitu : 1,3,5,7,10,13 dan 15%. Kemudian masing-masing larutan dipipet 0,01 mL dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi, lalu ditambahkan 7,0 mL (volume optimum) NaOH 1 M, kemudian ditutup dengan kertas saring (lihat perhitungan pada Tabel L2.1). Kertas kemudian dibasahi secara berurutan dengan reagen volume optimum yang diperoleh dari percobaan 3.4.1 sampai 3.4.5 yaitu : 0,25 mL NaOCl 0,205 M, 0,30 mL HCl 0,5 M, 0,20 mL $MnSO_4$ 0,003 M dan 0,30 mL fenat 2,123 M (setiap setelah penetesan, kertas didiamkan hingga kering sebelum ditetesi kembali), kemudian didiamkan selama 5 menit, dan tabung reaksi dipanaskan di atas bunsen selama 5 menit, dan kertas diberi 0,05 mL NaOCl 0,205 M dan didiamkan hingga warna biru timbul. Setelah warna pada kertas saring timbul, kertas dipotong bulat sesuai dengan bulatan tabung reaksi dan hasilnya difoto.

3.4.7 Pembuatan komparator pipa U N 1-15%

Komparator dibuat dengan cara menyiapkan larutan variasi konsentrasi sampel N yaitu : 1,3,5,7,10,13 dan 15%. Kemudian masing-masing larutan dipipet 0,01 mL dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi, lalu ditambahkan 7,0 mL NaOH 1 M, kemudian dihubungkan dengan tabung reaksi lain yang berisi reagen – reagen yaitu : 0,35 mL NaOCl 0,205 M, 0,05 mL HCl 0,5 M dan 0,50 mL $MnSO_4$ 0,003 M melalui pipa U. Tabung reaksi yang berisi campuran sampel N dan reagen NaOH dipanaskan di atas bunsen selama 5 menit, kemudian tabung reaksi yang berisi reagen NaOCl, HCl dan $MnSO_4$ ditambahkan 0,45 mL fenat 2,123 M dan 0,35 mL NaOCl 0,205 M dan didiamkan hingga warna biru timbul Setelah warna pada tabung reaksi timbul, hasilnya difoto dan diukur nilai adsorbansinya pada panjang gelombang 630 nm. Gambar alat ditunjukkan pada Lampiran L7.1.

3.4.8 Analisis pupuk menggunakan komparator kertas N 1-15%

Analisis pupuk dilakukan dengan cara menyiapkan dua variasi volume sampel NPK yaitu : 0,05 mL dan 0,10 mL dengan cara memasukkan ke dalam tabung reaksi, lalu ditambahkan 7 mL NaOH 1 M kemudian ditutup dengan kertas saring. Kertas saring kemudian

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

dibasahi secara berurutan dengan reagen volume optimum yang diperoleh dari percobaan 3.4.1 sampai 3.4.5 yaitu : 0,25 mL NaOCl 0,205 M, 0,30 mL HCl 0,5 M, 0,20 mL $MnSO_4$ 0,003 M dan 0,30 mL fenat 2,123 M, kemudian didiamkan selama 5 menit, dan tabung reaksi dipanaskan di atas bunsen selama 5 menit, dan kertas diberi 0,05 mL NaOCl 0,205 M dan didiamkan hingga warna biru timbul. Setelah warna pada kertas saring timbul, kertas dipotong bulat sesuai dengan bulatan tabung reaksi dan hasilnya difoto.

3.4.9 Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan stándar nitrogen dari NH_4Cl dengan konsentrasi nitrogen 5% dipipet sebanyak 0,01 mL, dimasukkan dalam labu ukur 25 mL kemudian ditambah 5,0 mL H_2SO_4 0,1 M dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas, kemudian diambil 1 mL dari labu takar dan dimasukkan dalam tabung reaksi dan ditambah reagen 0,50 mL $MnSO_4$ 0,003 M, 0,70 mL NaOCl 0,205 M, 0,05 mL HCl 0,5 M, 0,45 mL, fenat 2,123 M dan akuades sebanyak 7,8 mL. Diukur absorbansinya pada kisaran panjang gelombang 600 – 650 nm dengan spektrofotometri UV-Vis. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh digunakan untuk percobaan 3.4.10.

3.4.10 Pembuatan kurva stándar nitrogen

Larutan nitrogen dari NH_4Cl dengan konsentrasi nitrogen 3,5,7,8,10 dan 13% dipipet masing-masing sebanyak 0,01 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 25 mL, ditambah 5,0 mL larutan H_2SO_4 0,1 M dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan ini kemudian diambil masing-masing 1,0 mL dari labu ukur 25 mL, dimasukkan dalam tabung reaksi, kemudian ditambah dengan reagen 0,50 mL $MnSO_4$ 0,003 M, 0,70 mL NaOCl 0,205 M, 0,05 mL HCl 0,5 M, 0,45 mL fenat 2,123 M dan 7,8 mL akuades. Larutan tersebut kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum hasil percobaan 3.4.9.

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

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

3.4.11 Penentuan nitrogen dalam sampel pupuk dengan metode standar mikrodestilasi

Pada proses ini dilakukan pengambilan 0,05 mL dan 0,10 mL sampel NPK, kemudian dimasukkan ke dalam labu destilasi, ditambahkan 7,0 mL NaOH 1 M, dipanaskan dengan waktu destilasi selama 20 menit (dimulai dari awal mendidih), gas amonia diserap dan ditampung dalam 5,0 mL larutan H_2SO_4 0,1 M dengan penambahan indikator metil merah 1 tetes, larutan absorber dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 25 mL dan ditandabataskan dengan akuades, Larutan ini kemudian diambil masing-masing 1,0 mL dari labu takar 25 mL, dimasukkan dalam tabung reaksi, kemudian ditambah dengan reagen - reagen yaitu : 0,5 mL $MnSO_4$ 0,003 M; 0,05 mL HCl 0,5 M; 0,7 mL NaOCl 0,205 M; 0,45 mL fenat 2,123 M dan 7,8 mL akuades. Larutan tersebut kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometr UV-Vis pada panjang gelombang 630 nm. Gambar alat ditunjukkan pada Lampiran L7.2.

3.5 Analisa Data

3.5.1 Peritungan persamaan regresi linier pada kurva standar

Kurva standar hubungan antara kosentrasi nitrogen tehadap absorbansinya digunakan persamaan regresi linier y = ax, dimana y adalah absorbansi (A) sedangkan x menyatakan kosentrasi nitrogen.

Harga a dapat dihitung dari persamaan :

$$a = \frac{\sum x_i y_i}{\sum x_i^2}$$

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

$$r = \frac{\sum x_i y_i}{\sqrt{\sum x_i \cdot \sum y_i^2}}$$

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

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

3.5.2 Penentuan ketetapan dan ketelitian

Ketetapan adalah suatu kedekatan hasil hasil antara hasil pengukuran dengan nilai sebenarnya dari suatu jumlah yang diukur(Greenberg, *et al.*,1989). Dimana nilai sebenarnya pada penelitian ini adalah kosentrasi nitrogen hasil dari mikrodistilasi (dengan asumsi perolehan kembali nitrogen dari metode mikrodistilasi adalah 100%).

Data hasil pengukuran (absorbansi) diplotkan ke dalam persamaan regresi linier yang pada akhirnya diperoleh kosentrasi hasil pengukuran pada penentuan nitrogen (perolehan kembali nitrogen) dalam sampel pupuk. Kosentrasi hasil pengukuran pada penentuan nitrogen dapat ditentukan dengan menghitung nilai rata-rata dan standar deviasi dari kosentrasi nitrogen.

Tabel 3.5.2 nilai 3 kali pengukuran sampel nitrogen pada kondisi optimum

No	Hasil pengukuran	(X_i-X)	$(X_i-X)^2$
1	X_1	(X_1-X)	$(X_1-X)^2$
2	X_2	(X_2-X)	$(X_2-X)^2$
3	X_3	(X_3-X)	$(X_3-X)^2$
	X_i	(X_i-X)	$(X_i-X)^2$

Untuk menyatakan kosentrasi hasil pengukuran sampel buatan tersebut adalah :

$$(\bar{X} \pm SD)\ \%$$

Dimana $\bar{X}$ adalah rata-rata kosentrasi nitrogen dan n merupakan jumlah sampel.

$$\bar{X} = \frac{\sum x_i}{n} \qquad SD = \sqrt{\frac{\sum\left(x_i - \bar{x}\right)^2}{n-1}}$$

X_i adalah kosentrasi nitrogen dalam sampel buatan tiap pengukuran, dan $\bar{X}$ adalah rata-rata kosentrasi nitrogen dan n merupakan jumlah sampel.

Untuk menentukan ketelitian perlakuan percobaan dapat dihitung dari persamaan berikut :

$$\% \text{ ketelitian} = \frac{kosentrasi\ N\ hasilpengukuran\ - SD}{kosentrasi\ N\ hasil\ pengukuran} \times 100\%$$

Ketelitian juga dapat dihitung dengan nilai koefesien variasi (KV), dimana makin kecil nilai KV menunjukkan makin tinggi tingkat ketelitian hasil; pengukuran.

$$KV = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

Adapun ketepatan hasil pengukuran kadar nitrogen yang dilakukan dalam percobaan dapat dihitung dengan persamaan berikut :

$$\% \text{ ketetapan} = \frac{kosentrasi\ N\ hasil\ pengukuran}{kosentrasi\ N\ sebenarnya} \times 100\%$$

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Optimasi Reagen

Dalam penelitian ini optimasi dibuat untuk mencari volume reagen yang berpengaruh terhadap intensitas warna pada pembentukan senyawa indofenol biru secara optimum. Optimasi dilakukan pada masing-masing reagen yaitu : NaOH 1 M, NaOCl 0,205 M, HCl 0,5 M, $MnSO_4$ 0,003 M dan fenol dalam suasana basa (fenat 2,123 M) yang sesuai dengan prinsip pembentukan senyawa indofenol biru (Reaksi 2.5 - 2.7) pada metode Fenat yaitu dengan mereaksikan amonia dengan hipoklorit dan fenol dengan garam mangan sebagai katalis (Greenberg, *et al.*, 1992). Reaksi indofenol biru terbentuk pada pH 8 – 11,5. Pada pH lebih kecil dari 8, reaksi pembentukan indofenol biru tidak berlangsung sempurna sehingga terbentuk warna kuning, sebaliknya bila pH lebih besar dari 11,5 terbentuk warna hijau yang disebabkan oleh gabungan warna dari reaksi pembentukan indofenol antara yang terbentuk warna kuning dengan yang terbentuk warna biru (Falkowska dan Lewandowska, 2004). Pada penelitian ini reaksi berlangsung pada ph 9,5 sehingga sesuai dengan literatur.

Pada awal penelitian optimasi, kertas dibasahi terlebih dahulu dengan campuran reagen yaitu : NaOCl 0,205 M, HCl 0,5 M dan $MnSO_4$ 0,003 M agar dapat menangkap amonia yang telah dibebaskan NaOH 1 M, selanjutnya ditambahkan reagen fenat 2,123 M dengan harapan warna biru akan terbentuk. Akan tetapi warna yang terbentuk pada kertas berwarna cokelat. Kemudian dicoba cara lain yang secara prinsip kerja seperti langkah awal penelitian, perbedaannya dengan langkah awal penelitian yaitu seluruh reagen (NaOCl, HCl, $MnSO_4$ dan fenat) dicampur menjadi satu. Namun, warna yang terbentuk juga berwarna cokelat.Hal ini disebabkan reagen Mn^{2+} teroksidasi menjadi MnO_2. Kemudian dalam perkembangannya dicoba alternatif lain dengan berdasar pada reaksi pembentukan indofenol biru (2.5-2.7) yaitu kertas dibasahi terlebih dahulu dengan reagen yang berisi campuran reagen antara NaOCl 0,205 M dan HCl 0,5 M yang berfungsi untuk menangkap amonia yang telah dibebaskan NaOH 1 M, baru kemudian ditambahkan campuran reagen $MnSO_4$ 0,003 M dengan fenat. Akan tetapi warna yang terbentuk pada kertas berwarna cokelat. Setelah ketiga

percobaan sebelumnya tidak berhasil, pada percobaan keempat, senyawa indofenol biru dapat terbentuk dengan langkah yang dijelaskan pada subbab 3.4.1 yaitu tabung reaksi yang berisi amonia yang telah dibebaskan NaOH ditutup dengan kertas saring terlebih dahulu, kemudian kertas baru dibasahi secara berurutan dengan reagen $MnSO_4$ 0,003 M, NaOCl 0,205 M, HCl 0,5 M dan fenat 2,123 M.

4.1.1 Optimasi volume NaOH 1 M pada kertas saring

Reagen natrium hidroksida dapat membebaskan amonia dari sampel matriksnya (reaksi 4.1 dan 4.2). Natrium hidroksida memisahkan nitrogen yang semula berbentuk ammonium menjadi amonia. Berdasarkan mekanisme reaksi 4.1, maka secara stokiometri, tiap 1 mol NaOH (NaOH, Mr = 40 g/mol) akan membebaskan 1 mol amonium (NH_4^+, Mr = 18), apabila sampel amonium klorida (NH_4Cl, Mr = 53,5 g/mol) yang ditimbang sebanyak 3,821 g maka mol NaOH yang dibutuhkan untuk membebaskan ion amonium dari sampel matriksnya adalah sebesar 0,071 mol (dalam 100mL). Jumlah volume amonium klorida yang dipakai adalah 0,15 mL, maka jumlah mol NaOH adalah $1.071.10^{-4}$. NaOH yang dipakai menggunakan konsentrasi 1 M sehingga NaOH yang dibutuhkan untuk membebaskan adalah 0,107 mL.Dalam penelitian ini volume NaOH 1M yang digunakan adalah volume dari hasil optimasi yaitu 7,0 mL (Gambar 4.1) yang jauh lebih banyak dari perhitungan stokiometri. Pada penelitian ini juga dilakukan pemanasan untuk membantu NaOH membebaskan ion amonium menjadi amonia yang volatil sehingga reaksi berlangsung sempurna.

$$NH_4^+ + NaOH \rightarrow NH_4OH + Na^+ \quad \text{.....(4.1)}$$

.(4.2)

1 3 5 7 10

↓

X

Gambar 4.1 : Pengaruh penambahan NaOH 1, 3, 5, 7, 10 mL (kiri ke kanan), X menunjukkan hasil NaOH optimum = 7,0 mL

4.1.2 Optimasi volume NaOCl 0,205 M pada kertas saring

Pada optimasi volume NaOCl, natrium hipoklorit berfungsi untuk membentuk asam hipoklorit (reaksi 4.3) yang selanjutnya membentuk senyawa kloramin dalam suasana asam basa setelah bereaksi dengan amonia seperti yang ditunjukkan pada reaksi 2.5, Senyawa kloramin yang terbentuk bereaksi dengan hipoklorit berlebih untuk mengoksidasi fenol menjadi para quinon kloramin. Berdasarkan mekanisme reaksi 2.5, maka secara stokiometri, tiap 1 mol asam hipoklorit (HOCl, Mr = 52,5 g/mol) akan bereaksi dengan 1 mol amonia (NH_3, Mr = 17), Oleh karena jumlah mol amonia adalah $1{,}071.10^{-4}$ maka jumlah mol asam hipoklorit adalah $1{,}071.10^{-4}$. Berdasarkan mekanisme reaksi 4.3, maka secara stokiometri tiap 1 mol asam hipoklorit setara dengan 1 mol natrium hipoklorit (NaOCl, Mr = 74,5 g/mol) sehingga jumlah mol natrium hipoklorit adalah $1{,}071.10^{-4}$. Natrium hipoklorit yang dipakai menggunakan konsentrasi 0,205 M sehingga jumlah volume yang dibutuhkan untuk bereaksi dengan amonia adalah 0,05 mL. Pada penelitian ini, hasil optimasi volume NaOCl menunjukkan bahwa penambahan NaOCl meningkatkan intensitas warna indofenol dengan intensitas optimum pada penambahan 0,25 mL seperti yang ditunjukkan dalam gambar 4.2, sehingga cukup untuk bereaksi dengan amonia karena volumenya lebih besar dari perhitungan secara stokiometri.

$$HCl + NaOCl \quad HOCl + NaCl \quad (4.3)$$

asam hipoklorit

0,05 0,10 0,15 0,20 0,25 0,30 0,35

X

Gambar 4.2 : Pengaruh penambahan NaOCl 0,05-0,35 mL (kiri ke kanan), X menunjukkan hasil NaOCl optimum = 0,25 mL

4.1.3 Optimasi volume HCl 0,5 M pada kertas saring

Reagen HCl berfungsi untuk merubah natrium hipoklorit menjadi asam hipoklorit (reaksi 4.3), selain itu HCl (asam) menjaga suasana asam basa pada reaksi 2.5 dengan menyumbangkan ion H^+ yang bereaksi dengan amonia (basa) sehingga garam kloramin dapat terbentuk. Berdasarkan reaksi 4.3, maka secara stokiometri 1 mol asam klorida (HCl, Mr = 36,5 g/mol) akan bereaksi dengan 1 mol natrium hipoklorit sehingga sesuai dengan jumlah mol NaOCl pada bab 4.1.2 ($1{,}071.10^{-4}$), maka jumlah mol HCl adalah $1{,}071.10^{-4}$. HCl yang dipakai menggunakan konsentrasi 0,5 M sehingga jumlah volume yang dibutuhkan adalah 0,21 mL. Pada penelitian ini, hasil optimasi volume HCl menunjukkan penambahan HCl meningkatkan intensitas warna indofenol dengan intensitas optimum pada penambahan 0,30 mL seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 4.3, sehingga cukup untuk bereaksi dengan natrium hipoklorit karena volumenya lebih besar dari perhitungan secara stokiometri.

0,05 0,10 0,15 0,20 0,25 0,30 0,35

X

Gambar 4.3 : Pengaruh penambahan HCl 0,05-0,35 mL (kiri ke kanan), X menunjukkan hasil HCl optimum = 0,30 mL

4.1.4 Optimasi volume $MnSO_4$ 0,003 M pada kertas saring

Reagen $MnSO_4$ berfungsi sebagai katalis membantu mempercepat reaksi antara kloramin dengan fenol menjadi para quinon kloramin. Hasil optimasi volume $MnSO_4$ menunjukkan penambahan $MnSO_4$ meningkatkan intensitas warna indofenol dengan intensitas optimun pada penambahan 0,20 mL seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 4.4.

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

0,05 0,10 0,15 0,20 0,25 0,30 0,35

X

Gambar 4.4 : Pengaruh penambahan $MnSO_4$ 0,05-0,35 mL (kiri ke kanan), X menunjukkan hasil $MnSO_4$ optimum = 0,20 mL

4.1.5 Optimasi volume fenat 2,123 M pada kertas saring

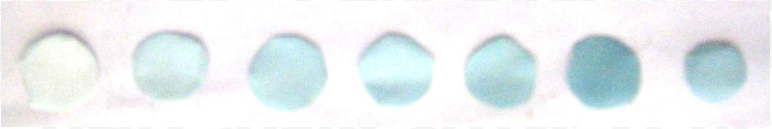
Reagen fenat merupakan fenol dalam suasana basa (reaksi 4.4). Senyawa kloramin hasil pembentukan dari reaksi 2.5 bereaksi dengan fenol membentuk para quinon kloramin. Fenol berfungsi membentuk warna pada senyawa para quinon kloramin dimana intensitas warna pembentukan tergantung pada kosentrasi senyawa kloramin. Senyawa para quinon kloramin hanya terbentuk bila senyawa kloramin mengandung 2 gugus hidrogen (Patton dan Crouch, 1977). Senyawa para quinon kloramin selanjutnya bereaksi dengan fenol yang tersisa membentuk senyawa indofenol biru yang ditunjukkan pada reaksi 2.7.

$$C_6H_5OH + NaOH \quad C_6H_5ONa + H_2O \text{.....(4.4)}$$

Berdasarkan mekanisme reaksi 2.6, maka secara stokiometri 1 mol fenol (C_6H_5OH, Mr = 94 g/mol) akan bereaksi dengan 1 mol kloramin (NH_2Cl, Mr = 51,5 g/mol). Jumlah mol senyawa kloramin adalah $1{,}071.10^{-4}$, maka jumlah mol fenol adalah $1{,}071.10^{-4}$. Berdasarkan melanisme reaksi 4.4, maka secara stokiometri 1 mol fenol setara dengan 1 mol fenat (C_6H_5ONa, Mr = 116 g/mol), sehingga jumlah mol fenat adalah $1{,}071.10^{-4}$. Fenat yang dipakai menggunakan konsentrasi 2,123 M sehingga jumlah volume yang dibutuhkan adalah 0,05mL. Hasil optimasi volume fenat menunjukkan penambahan fenat meningkatkan intensitas senyawa indofenol dengan intensitas optimum pada penambahan 0,30 mL seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 4.5, sehingga cukup untuk

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

bereaksi dengan kloramin karena volumenya lebih besar dari perhitungan secara stokiometri.



0,05 0,10 0,15 0,20 0,25 0,30 0,35

X

Gambar 4.5 : Pengaruh penambahan fenat 0,05-0,35 mL (kiri ke kanan), X menunjukkan hasil Fenat optimum = 0,30 mL

4.2 Pembuatan Komparator

4.2.1 Pembuatan komparator kertas N 1-15%

Pembuatan Komparator dilakukan untuk membuat Tes Kit dengan variasi konsentrasi kandungan Nitrogen sebanyak 1 sampai 15%. Komparator dibuat dengan menggunakan kondisi optimum yang diperoleh pada 4.1.1-4.1.5 yaitu NaOH 1 M (7,0 mL), NaOCl 0,205 M (0,25 mL), HCl 0,5 M (0,30 mL), $MnSO_4$ 0,003 M (0,20 mL) dan fenat 2,123 M (0,30 mL). Hasil pembuatan komparator menunjukkan semakin tinggi konsentrasi, semakin tinggi intensitas warna indofenol seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.6. Hasil komparator ini sudah baik dan dapat digunakan sebagai analisis sampel pupuk dalam satuan %.

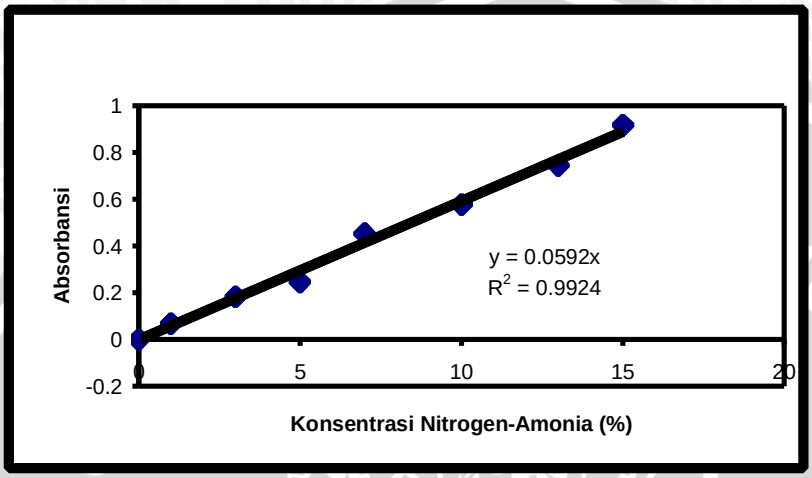
1 3 5 7 10 13 15

Gambar 4.6 : Komparator nitrogen konsentrasi 1, 3, 5, 7,10 ,13 dan 15% (b/v) (kiri ke kanan)

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

4.2.2 Pembuatan komparator pipa U N 1-15%

Pembuatan komparator dilakukan untuk mendukung Komparator Kertas N 1-15% karena pada komparator ini tidak hanya berdasarkan pandangan visual, tetapi juga dalam pembacaan absorbansi indofenol yang terbentuk. Dari pembuatan komparator diperoleh persamaan y = 0,0592x dengan R^2 = 0,9924. Hasil pembuatan komparator menunjukkan semakin tinggi konsentrasi, semakin tinggi nilai absorbansi indofenol seperti yang ditunjukkan pada grafik Gambar 4.7. Hasil pembuatan komparator menunjukkan semakin tinggi konsentrasi, semakin tinggi intensitas warna indofenol seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.8



Gambar 4.7 : Kurva Komparator Nitrogen

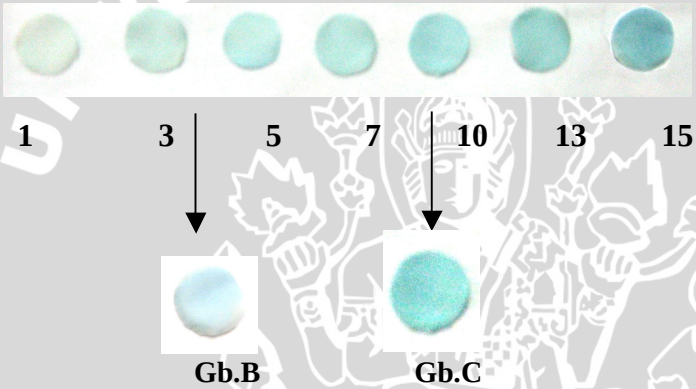
Gambar 4.8 : Komparator nitrogen konsentrasi 1, 3, 5, 7,10 ,13 dan 15% (b/v) (kiri ke kanan)

4.3 Uji Validitas Komparator Warna

4.3.1 Analisis pupuk menggunakan komparator kertas N 1-15%

Analisis pupuk dilakukan untuk menguji validitas dari Komparator Kertas nitogen ditinjau dari warna maupun nilai adsorbansi. Analisis pupuk menggunakan Komparator Kertas Nitrogen 1-15% dilakukan untuk menguji validitas dari komparator kertas Nitrogen. Oleh karena itu, pada penelitian ini pupuk yang dipakai adalah NPK, dimana terdapat 3 elemen nutrisi yang penting dan salah satunya adalah Nitrogen ($N\text{-}NH_3$) (Biswass dan Mukherjee, 1987) yang ditentukan konsentrasinya pada penelitian ini. Analisis dilakukan dengan perlakuan yang sama seperti pembuatan Komparator Kertas, kemudian hasilnya dibandingkan dengan Komparator Kertas untuk diketahui konsentrasi nitrogen yang terdapat pada pupuk NPK. Hal ini dapat dilihat pada gambar A di bawah ini :

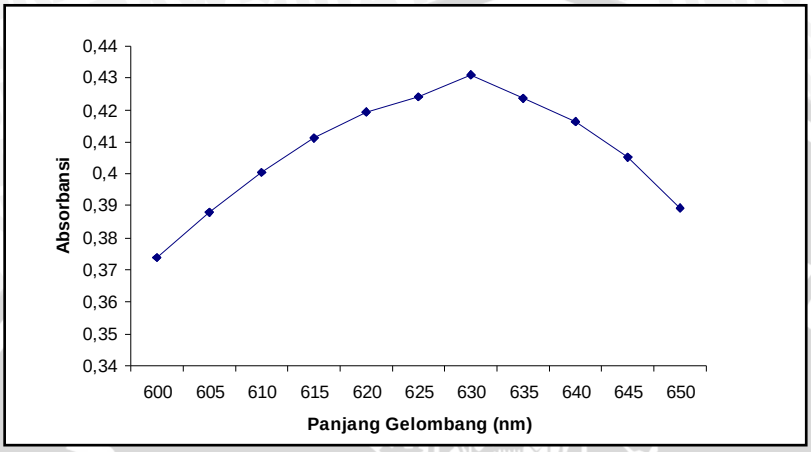
Gambar A: Komparator nitrogen konsentrasi 1, 3, 5, 7,10 ,13 dan 15% (kiri ke kanan)



Pada gambar B hasil penambahan volume NPK sebanyak 0,05 mL hampir sama dengan konsentrasi nitrogen 4% sehingga konsentrasi nitrogen pada gambar B adalah 4% dan pada hasil penambahan volume NPK sebanyak 0,10 mL hampir sama dengan konsentrasi nitrogen 10% sehingga konsentrasi NPK pada gambar C adalah 10%.

4.3.2 Penentuan panjang gelombang maksimum

Panjang gelombang maksimum untuk pembentukan senyawa indofenol yang berwarna biru dengan mereaksikan amonia, hipoklorit dan fenol dengan garam sebagai katalis memiliki absorbansi maksimum pada panjang gelombang 630 nm (Greenberg, et al., 1992). Dalam penelitian ini didapatkan panjang gelombang maksimum sebesar 630 nm pada Gambar 4.9 yang sesuai dengan data pada tabel L3.2. Hasil penentuan panjang gelombang maksimum ini digunakan untuk percobaan selanjutnya.



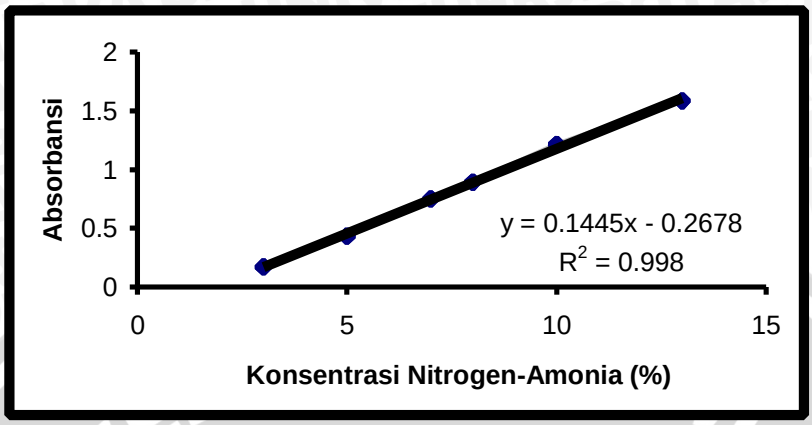
Gambar 4.9 : Adsorbansi senyawa Indofenol Biru

4.3.3 Pembuatan kurva standar nitrogen

Pada penelitian ini kurva standar dibuat dari hubungan antara konsentrasi nitrogen terhadap absorbansi senyawa indofenol biru, dimana konsentrasi nitrogen (%) pada sumbu x dan absorbansi sumbu y. Pembuatan kurva standar dilakukan dengan mengukur absorbansi senyawa indofenol biru yang terbentuk dari berbagai konsentrasi nitrogen. Penentuan absorbansi larutan standar senyawa indofenol biru meliputi tahapan yang sama dengan penentuan absorbansi pada sampel hasil proses destilasi. Tahapan penentuan meliputi penambahan larutan asam sulfat 0,1 M, pengenceran larutan dan penambahan reagen $MnSO_4$ 0,003 M, NaOCl 0,205 M, HCl 0,5

M dan fenat 2,123 M agar sama dengan kondisi larutan hasil destilasi.

Absorbansi dari senyawa indofenol pada berbagai konsentrasi ditunjukkan pada Gambar 4.10. Diperoleh persamaan regresi linier kurva standar nitrogen y = 0,1445x – 0,2678 dengan R^2 = 0,998. Kurva standar yang diperoleh digunakan sebagai dasar untuk menentukan konsentrasi nitrogen dalam sampel.



Gambar 4.10 : Kurva Standar Nitrogen

4.3.4 Penentuan nitrogen dalam sampel pupuk dengan metode standar mikrodistilasi

Destilasi larutan sampel NPK dilakukan untuk mengubah amonium yang terdapat pada larutan di dalam labu destilat menjadi gas amonia bila larutannya diubah menjadi bersifat basa seperti yang ditunjukkan pada reaksi 4.3 dan 4.4.

Gas amonia yang dihasilkan dari destilasi dapat diubah kembali menjadi amonium dalam kondisi asam. Proses pengubahan gas amonia menjadi menjadi amonium ini berlangsung pada tabung adsorber dimana tabung dispersi gas harus tercelup pada larutan (H_2SO_4 0,1 M). Gas amonia yang terdispersi dalam larutan adsorber yang bersifat asam akan terserap dan berubah menjadi ion amonium yang selanjutnya akan bereaksi dengan reagen $MnSO_4$ 0,003 M, NaOCl 0,205 M, HCl 0,5 M dan fenat 2,123 M membentuk indofenol biru (reaksi 2.5 – 2.7). Melalui proses destilasi ini

didapatkan ion amonium saja tanpa ada ion-ion lain sehingga proses pengukuran secara spektrofotometri lebih akurat karena tidak adanya gangguan warna. Adapun nilai adsorbansi yang diperoleh dari sampel pupuk dapat ditunjukkan dalam Tabel L3.4. Dengan memplotkan nilai absorbansi tersebut ke dalam persamaan y = 0,1445x – 0,2678 maka didapatkan kosentrasi nitrogen dalam sampel pupuk.

Hasil penelitian menunjukkan, penambahan volume NPK sebanyak 0,05 mL menghasilkan konsentrasi 3,88% dan pada penambahan sebanyak 0,10 mL menghasilkan konsentrasi 9,75%.

Tabel 4.3.4 Perbandingan uji validitas kertas vs mikrodestilasi

No.	Volume (mL)	Uji Validitas	
		Kertas	Mikrodestilasi
1	0,05	3,80%	3,88%
2	0,10	9,33%	9,75%

Hasil perbandingan uji validitas (Tabel 4.3.4) menunjukkan perbedaan nilai kosentrasi yang tidak telalu besar antara metode penentuan nitrogen berdasarkan metode fenat dengan media kertas dengan metode standar mikrodestilasi.

4.4 Penentuan Ketepatan dan Ketelitian

Ketelitian adalah kesesuaian antara nilai-nilai dari suatu deviasi pengukuran pada suatu kuantitas yang sama. Ketelitian dari hasil pengukuran dapat dilihat dari harga deviasi rata-rata atau kesalahan relatifnya, dimana semakin kecilnya presentase kesalahan relatifnya maka ketelitian semakin besar, demikian pula sebaliknya. Ketepatan adalah dekat tidaknya angka suatu hasil pengukuran dengan angka atau harga sebenarnya (Svehla, 1985).

Dalam penelitian ini, penentuan ketepatan dilakukan dengan membandingkan konsentrasi nitrogen hasil pengukuran dengan media kertas dengan konsentrasi nitrogen sebenarnya yang diperoleh dari metode mikrodestilasi (dengan asumsi perolehan kembali dari metode mikrodistilasi adalah 100 %). Dari hasil penelitian ini diperoleh nilai ketepatan masing-masing secara berurutan sebesar 98 % dan 95,70 % dengan ketelitian 92,36 % dan 93,89 % pada penambahan volume NPK sebanyak 0,05 dan 0,10 mL. Dari nilai

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

ketepatan dan ketelitian yang diperoleh dalam penelitian ini, diketahui metode penentuan nitrogen berdasarkan metode fenat menggunakan komparator kertas merupakan metode yang cukup baik dalam analisa sampel yang mengandung nitrogen dalam bentuk amonia.

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian pembuatan tes kit Nitrogen-Amonia berdasarkan metode fenat menggunakan komparator kertas dapat disimpulkan bahwa :

1. Volume optimum reagen-reagen yang diperlukan untuk pembentukan senyawa indofenol biru adalah NaOH 1 M (7 mL), NaOCl 0,205 M (0,25 mL), HCl 0,5 M (0,30 mL), $MnSO_4$ 0,003 M (0,2 mL) dan fenat 2,123 M (0,30 mL).
2. Komparator warna yang merupakan dasar pembuatan tes kit untuk penentuan kadar nitrogen-amonia dapat digunakan untuk analisis pupuk pada konsentrasi 1, 3, 5, 7, 10, 13 dan 15%.
3. Hasil validasi menunjukkan perbedaan konsentrasi yang tidak terlalu besar antara metode fenat dengan media kertas dengan metode mikrodestilasi dengan nilai ketepatan dan ketelitian pada metode fenat dengan media kertas masing-masing sebesar 98 % dan 95,70 % dengan ketelitian 92,36 % dan 93,89 % pada penambahan volume NPK sebanyak 0,05 dan 0,10 mL.

5.2 Saran

1. Diperlukan suatu penelitian lanjutan untuk meminimalkan jumlah volume optimum reagen yang dipakai karena volume optimum reagen yang digunakan untuk membuat komparator masih terlalu banyak.
2. Untuk foto komparator warna, menggunakan standar warna yang sudah ada.
3. Metode ini memerlukan ketelitian yang lebih tinggi

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

DAFTAR PUSTAKA

American Public Health Association, American Water Works Association and Water Environment Ferderation, 1998, Standar Method for The Examination of Water and Waste Water, 20 Ed, Washington, D.C

Basri, S, 1996, Kamus Kimia, Edisi kedua, PT. Rineka Cipta, Jakarta, 118, 162, 204

Basset, J., Denny, R.C., Jeffrey, C. H., dan Mendham. J.,1994, Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik, Penerjemah : L. Setiono dan A.H. Pudjaatmaka, Penerbit Buku Kedokteran EGC, Jakarta, 850

Biswas, T.D, dan Mukherjee, S, 1987, Textbook of Soil Science, Tata McGraw-Hill Publishing Company Limited, New Delhi, 171-208

Bohley, P, 1967, Metode Kjeldahl dan Reaksi Fenol-Hipoklorit, Hoppe-Seyler8 Z. Physiol.Chens. 34.8, 100

Day, J.R. dan Underwood, A.L., 1996, Analisis Kimia Kuantitatif, Edisi Kedua, Alih Bahasa : A.H Pudjaatmaka. Penerbit Erlangga, Jakarta, 12

Galloway, J.W., 1995, Acid Deposition : Perspectives in The Time and Space, Water Air Soil Pollut, 85, 15-24

Falkowska, L, dan Lewandowska, A, 2004, Ammonia and Ammonium Over The Southern Baltic Sea. Part 1. Preparation of Aerosol and Air Samples for The Determination of Ammonia by The Indophenol Method, University of Gdansk, Gdynia, pp 175-184

Gardener, F.P., Pearce, R. L., dan Mitchel, R., 1991. Fisiologi Tanaman Budaya, Penerjemah S. Herawati. UI-Press. Jakarta, 146-149

Greenberg, A. E., Clesceri, L. S., dan Eaton, A.D., 1992, Standard Methods fo r The Examination of Water and Wastewater. Eighteenth Edition, American Public Health Association.75:4-97

Ham, M., 2008, Kamus Kimia, PT.Bumi Aksara, Jakarta

Honikel, K.O., and Heinz, G., 1976, Ammonium Testing Vessel, Die Fleischwirtschaft, 11

Horwitz, W., 1980, Official Methods o f Analysis of The Association of Official Analytical Chemist, Thirteenth Edition, Published by The Journal of The AOAC, USA, 53

Lingga, P., 1989, Petunjuk Penggunaan Pupuk, penerbit Swadaya, Jakarta, p.32

Novizan ,2002, Petunjuk Pemupukan yang Efektif, Agromedia Pustaka, Jakarta, 34-37

Parmer, C., 2008, Kjeldahl Method for Determining Nitrogen, http://www.coleparmer.com, tanggal akses : 15 April 2008

Patton, C.J., and Crouch, S.R., 1977, Spechtrophotometric and Kinetic Investigation of The Berthelot Reaction for The Determination of Ammonia, Anal. Chem ., pp 49, 464

Sax, L.N., dan Lewis, R. J. Sr., 1987, Hawley's Condensed Condensed Chemical Dictionary, Eleventh Edition, Van Nostrand Reinhold, Company, New York

Strickland, J.D.H., dan Parsons, T.R., 1984, A Practical Handbook of Sea Water Analysis, Fisheries Research Board of Canada, Canada, pp 167, 1-311

Svehla, G., 1985, Vogel Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro, Edisi kelima, Penerjemah : L. Setiono dan A.H. Pudjaatmaka, PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta, 57

LAMPIRAN

Lampiran 1 Preparasi Sampel dan Reagen

L1.1 Pembuatan larutan N 1,3,5,7,10,13 dan 15%

Larutan N 1,3,5,7,10,13 dan 15% dibuat dengan penimbangan masing-masing 3,821; 11,464; 19,107; 26,750; 38,214; 49,679 dan 57,321 gram NH_4Cl, dilarutkan dengan akuades dalam beaker glass, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, ditambah akuades sampai dengan tanda batas dan dikocok sampai homogen.

L1.2 Pembuatan larutan sampel NPK

Larutan sampel NPK dibuat dengan penimbangan 6,667 gram NPK dilarutkan dengan akuades dalam beaker glass, kemudian dimasukkan ke labu ukur 100 mL dan ditambah akuades sampai dengan tanda batas kemudian dikocok hingga homogen.

L1.3 Pembuatan reagen $MnSO_4$ 0,003 M

Larutan $MnSO_4$ 0,003 M dibuat dengan penimbangan 50 miligram $MnSO_4.H_2O$, dilarutkan dengan akuades dalam beaker glass, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambah akuades sampai dengan tanda batas kemudian dikocok sampai homogen.

L1.4 Pembuatan reagen NaOCl 0,205 M

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

L1.5 Pembuatan reagen HCl 0,5 M

Larutan HCl 0,5 M dibuat dari 4,4 mL larutan HCl 37%, diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 100 mL dan ditambah akuades sampai dengan tanda batas, kemudian dikocok hingga homogen.

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

L1.6 Pembuatan reagen fenat 2,123 M

Larutan fenat dibuat dengan penimbangan 2,5 gram padatan NaOH, dilarutkan dengan sedikit akuades, dilakukan penimbangan 10 gram padatan fenol, dilarutkan dengan sedikit akuades, kemudian kedua larutan tadi dicampur dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan akuades dan ditambah akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen. Larutan fenat dibuat per minggu untuk menjaga kualitas dari larutan tersebut.

L1.7 Pembuatan larutan NaOH 40%

Larutan NaOH dibuat dengan penimbangan 40 gram padatan NaOH, dilarutkan dengan akuades dalam beaker glass kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambah akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

L1.8 Pembuatan reagen NaOH 1 M

Larutan NaOH 1M dibuat dari 10 mL larutan NaOH 40%, dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 100 mL, ditambah akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

L1.9 Pembuatan larutan H_2SO_4 0,1 M

Dipipet 0,56 mL H_2SO_4 96 % dan dimasukkan dalam labu takar 100 mL yang telah diisi akuades kemudian ditambahkan akuades sampai dengan tanda batas.

L1.10 Pembuatan larutan standar nitrogen

Dipipet 0,01 mL larutan standar nitrogen 3,5,7,8,10 dan 13%, kemudian dimasukkan dalam masing-masing labu takar 25 mL dan ditambah larutan H_2SO_4 0,1 M masing-masing 5 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas.

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

Lampiran 2. Perhitungan Preparasi Larutan

L2.1 Perhitungan Pembuatan Larutan NH_4Cl 1-15%

Volume larutan standar nitrogen = 0,1 L
Berat nitrogen yang diperlukan = 10000 ppm x 0,1 L
= 1000 mg
= 1 gram

$$\text{Berat } NH_4Cl = \frac{MrNH_4Cl}{Ar\ Nitrogen} x\, berat\ nitrogen$$

$$\text{Berat } NH_4Cl = \frac{53{,}5\, g/mol}{14\, g/mol} x 1\, gram = 3.821 \text{ g} \sim \text{N } 1\%$$

Tabel L2.1 Data Perhitungan Pembuatan Larutan NH_4Cl 1-15%

No.	Konsentrasi (%)	Berat Nitrogen (gram)	Berat NH_4Cl (gram)
1	1	1	3,821
2	3	3	11,464
3	5	5	19,107
4	7	7	26,750
5	10	10	38,214
6	13	13	49,679
7	15	15	57,321

L2.2 Perhitungan Pembuatan Larutan sampel NPK

$$1\text{gram N} = \frac{1}{\%NPK} x 100\, gram$$

$$= \frac{1}{15} x 100\, gram$$

$$= 6{,}667 \text{ gram}$$

L2.3 Perhitungan pembuatan reagen $MnSO_4$ 0,003M

$$mol\ MnSO_4 = \frac{gram\ MnSO_4}{Mr\ MnSO_4} = \frac{0{,}0507\,gram}{169\,g/mol}$$

= 0,0003 mol

$$kosentrasi = \frac{0{,}0003\,gram}{0{,}1\,L} = 0{,}003\ M$$

L2.4 Perhitungan pembuatan reagen NaOCl 0,205 M

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

$$[NaOCl] = \frac{BJ}{BM}\,x\,kadar(\%)\,x\,\frac{100\,mL}{0{,}1\,L}$$

$$= \frac{1{,}165\,g/mL}{74{,}5\,g/mol}\,x0{,}0525\,x\,\frac{100\,mL}{0{,}1\,L}$$

= 0,8209 mol/L
= 0,8209 M

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

V_1 x M_1 = V_2 x M_2
V_1 x 0,8209 M = 4 mL x 0,205 M
V_1 = 1 mL

L2.5 Perhitungan pembuatan reagen HCl 0,5 M

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

$$[HCl] = \frac{BJ}{BM}\,x\,kadar(\%)\,x\,\frac{1000\,mL}{1\,L}$$

$$= \frac{1{,}19\,g/mL}{36{,}458\,g/mol}\,x0{,}37\,x\,\frac{1000\,mL}{1\,L}$$

= 12,0769 mol/L
= 12,0769 M

Pengenceran untuk HCl 0,5 M sebanyak 100 mL

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

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

L2.6 Perhitungan Pembuatan reagen fenat 2,123 M

$C_6H_5OH + NaOH \quad C_6H_5ONa + H_2O$

Dibutuhkan : 10 g C_6H_5OH dan 2,5 g NaOH

$$mol\ C_6H_5OH = \frac{gram\,C_6H_5OH}{Mr\ C_6H_5OH} = \frac{10\,gram}{94\,g/mol} = 0{,}106\ mol$$

$$kosentrasi = \frac{0{,}106\,mol}{50\,mL} = 2{,}123\ M$$

L2.7 Perhitungan Pembuatan Larutan NaOH 40 %

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

L2.8 Perhitungan Pembuatan reagen NaOH 1 M

% (b/v) =g/mL × 100%
40% = g/100 mL × 100%
g = 40 g

$$40\%\ NaOH \sim \frac{40\,gram}{0{,}1L} x \frac{1}{40\,g/mol\,(MrNaOH)}$$
$$= 10\ M$$

Pembuatan Larutan NaOH 1M membutuhkan NaOH 40 % sebanyak :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$
$$V_1 \times 10M = 100ml \times 1M$$
$$V_1 = 10\ ml$$

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

L2.9 Perhitungan pembuatan larutan H_2SO_4 0,1 M

BJ H_2SO_4 pekat : 1,84 g/mL
Kadar H_2SO_4 pekat : 96 % (v/v)
Mr H_2SO_4 pekat : 98,08 g/mol
Massa H_2SO_4 pekat (dalam 1 L larutan) = ñ x kadar x 1 L
= 1,84 g/mol x 0,96 x 1000 mL
=1766,4 g

$$\text{Mol } H_2SO_4 \text{ pekat} = \frac{massa\ H_2SO_4}{Mr\ H_2SO_4}$$

$$= \frac{1766{,}4\ g}{98{,}08\ g/mol}$$

$$= 18{,}01 \text{ mol}$$

$$\text{Molaritas } H_2SO_4 \text{ pekat} = \frac{18{,}01 mol}{1 L} = 18{,}01 \text{ M}$$

Pembuatan Larutan H_2SO_4 0,1 M membutuhkan H_2SO_4 pekat sebanyak :

V_1 x M_1 = V_2 x M_2
V_1 x 18,01 M = 100 mL x 0,1 M
V_1 = 0,56 mL

L2.10 Pembuatan larutan standar nitrogen 3, 5, 7, 8, 10 dan 13%

M_1 x V_1 = M_2 x V_2
3% x V_1 = 3 % x 100 mL
V_1 = 0,01 mL

No.	Konsentrasi (%)	Stock (%)	Volume stock (mL)	Volume Akhir (mL)
1	3	3	0,01	100
2	5	5	0,01	100
3	7	7	0,01	100
4	8	8	0,01	100
5	10	10	0,01	100
6	13	13	0,01	100

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

Lampiran 3. Data Hasil Penelitian

L3.1 Penentuan volume optimum

Tabel L3.1 Data penentuan volume optimum

Reagen	Volume optimum (mL)			V rata-rata
	1	2	3	
NaOH	7	7	7	7
NaOCl	0,25	0,25	0,25	0,25
HCl	0,30	0,30	0,25	0,28
$MnSO_4$	0,20	0,25	0,20	0,22
fenat	0,30	0,30	0,30	0,30

L3.2 Data penentuan panjang gelombang maksimum

Tabel L3.2 Data panjang gelombang maksimum vs absorbansi

Panjang gelombang (nm)	Absorbansi
600	0,3740
605	0,3879
610	0,4005
615	0,4113
620	0,4193
625	0,4243
630*	0,4309*
635	0,4235
640	0,4166
645	0,4053
650	0,3894

L3.3 Data pembuatan kurva standar
Tabel L3.3 Data pembuatan kurva standar nitrogen

[N] %	Absorbansi 1	Absorbansi 2	A rata-rata
3	0,1699	0,1675	0,1687
5	0,4306	0,4312	0,4309
7	0,7396	0,7398	0,7497
8	0,8900	0,8940	0,8920
10	1,2143	1,2147	1,2145
13	1,5740	1,5980	1,5860

L3.4 Data mikrodestilasi NPK
Tabel L3.4 Data absorbansi sampel NPK

Volume (mL)	Absorbansi			A rata-rata
	1	2	3	
0,05	0,2933	0,2923	0,2938	0,2931
0,10	1,1436	1,1424	1,1429	1,1426

L3.5 Data komparator pipa U
Tabel L3.5 Data absorbansi N 1-15%

[N] %	Absorbansi			A rata-rata
	1	2	3	
1	0,0680	0,0679	0,0679	0,0679
3	0,1810	0,1847	0,1859	0,1838
5	0,2494	0,2451	0,2450	0,2465
7	0,4459	0,4459	0,4466	0,4526
10	0,5773	0,5785	0,5756	0,5771
13	0,7410	0,7435	0,7460	0,7435
15	0,9169	0,9164	0,9164	0,9166

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

Lampiran 4 Perhitungan Regresi Linier Komparator Pipa U

L4.1 Data Komparator Pipa U

Tabel L4.1.1 Data adsorbansi NH_4Cl pada berbagai kosentrasi nitrogen

[N] %	Absorbansi			A rata-rata
	1	2	3	
1	0,0680	0,0679	0,0679	0,0679
3	0,1810	0,1847	0,1859	0,1838
5	0,2494	0,2451	0,2450	0,2465
7	0,4459	0,4459	0,4466	0,4526
10	0,5773	0,5785	0,5756	0,5771
13	0,7410	0,7435	0,7460	0,7435
15	0,9169	0,9164	0,9164	0,9166

Tabel L4.1.2 Data regresi linier komparator pipa U

[N](X_1)	A (Y_i)	(X_i. Y_i)	(X_i^2)	(Y_i^2)
1	0,0679	0,0679	1	0,0046
3	0,1838	0,5541	9	0,0338
5	0,2465	1,2325	25	0,0607
7	0,4526	3,1682	49	0,2048
10	0,5771	5,7710	100	0,3330
13	0,7435	9,6655	169	0,5528
15	0,9166	13,7490	225	0,8402
=54	3,1880	34,2082	578	2,0299

$$a = \frac{\sum X_i Y_i}{\sum X_i^2} = \frac{34,2082}{578} =$$

persamaan regresi linier : y = ax

y = 0,0592x

Tabel L4.1.3 Perhitungan koefisien korelasi

[N](X_1)	A (Y_i)	(X_i. Y_i)	(X_i^2)	(Y_i^2)
1	0,0679	0,0679	1	0,0046
3	0,1838	0,5541	9	0,0338
5	0,2465	1,2325	25	0,0607
7	0,4526	3,1682	49	0,2048
10	0,5771	5,7710	100	0,3330
13	0,7435	9,6655	169	0,5528
15	0,9166	13,7490	225	0,8402
=54	3,1880	34,2082	578	2,0299

$$r = \frac{\sum X_i Y_i}{\sqrt{\sum X_i^2 \cdot \sum Y_i^2}} = \frac{34,2082}{\sqrt{578 x 2,0299}} = 0,998$$

Lampiran 5 Penentuan Kosentrasi Nitrogen pada Pupuk NPK secara Mikrodistilasi

Tabel L5.1 Sampel NPK (volume 0,05 mL)

Absorbansi	Kadar N (%)
0,2933	3,88
0,2923	3,87
0,2938	3,89

Contoh perhitungan :
Persamaan regresi linier y = 0,1445x – 0,2678
Rumus :

$$[N]\ (\%) = \left[\frac{Absorbansi + 0{,}2678}{a}\right]$$

$$[N]\ (\%) = \left[\frac{0{,}2933 + 0{,}2678}{0{,}1445}\right] = 3{,}88\%$$

Tabel L5.2 Sampel NPK (volume 0,10 mL)

Absorbansi	Kadar N (%)
1,1436	9,77
1,1424	9,75
1,1429	9,76

Contoh perhitungan :
Persamaan regresi linier y = 0,1445x – 0,2678
Rumus :

$$[N]\ (\%) = \left[\frac{Absorbansi + 0{,}2678}{a}\right]$$

$$[N]\ (\%) = \left[\frac{1{,}1436 + 0{,}2678}{0{,}1445}\right] = 9{,}76\%$$

Lampiran 6 Penentuan Ketepatan dan Ketelitian

Tabel L6.1 Data kosentrasi nitrogen dalam pupuk NPK pada volume 0,05 mL dengan metode fenat pada kertas

No.	[N]%	X	(X_i-X)	$(X_i-X)^2$
1	4	3,8	0,2	0,04
2	4		0,2	0,04
3	3,5		-0,3	0,09
	=11,5			

$$\bar{X} = \frac{U_1 + U_2 + U_3}{3} = \frac{4 + 4 + 3,5}{3} = 3,8$$

Keterangan : U = Ulangan

$$SD = \sqrt{\frac{\sum\left(x_i - \bar{x}\right)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0,17}{3-1}} = 0,29$$

$$\% \text{ ketelitian} = \frac{kosentrasi\ N\ hasil\ pengukuran\ -\ SD}{kosentrasi\ N\ hasil\ pengukuran} \times 100\%$$

$$= \frac{3,8 - 0,29}{3,8} \times 100\ \%$$

$$= 92,36\ \%$$

$$\% \text{ ketetapan} = \frac{kosentrasi\ N\ hasil\ pengukuran}{kosentrasi\ N\ sebenarnya} \times 100\%$$

$$= \frac{3,8\%}{3,88\%} x100\%$$

$$= 98\ \%$$

Tabel L6.2 Data kosentrasi nitrogen dalam pupuk NPK pada volume 0,10 mL dengan metode fenat pada kertas

No.	[N]%	X	(X_i-X)	$(X_i-X)^2$
1	10	9,33	0,67	0,4489
2	9		-0,33	0,1089
3	9		-0,33	0,1089
	=28			

$$\bar{X} = \frac{U_1 + U_2 + U_3}{3} = \frac{10 + 9 + 9}{3} = 9{,}33$$

$$= 10$$

Keterangan : U = Ulangan

$$SD = \sqrt{\frac{\sum\left(x_i - \bar{x}\right)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0{,}667}{3-1}} = 0{,}57$$

$$\%\ \text{ketelitian} = \frac{kosentrasi\ N\ hasil\ pengukuran\ -\ SD}{kosentrasi\ N\ hasil\ pengukuran} \times 100\%$$

$$= \frac{9{,}33 - 0{,}57}{9{,}33} \times 100\%$$

$$= 93{,}89\ \%$$

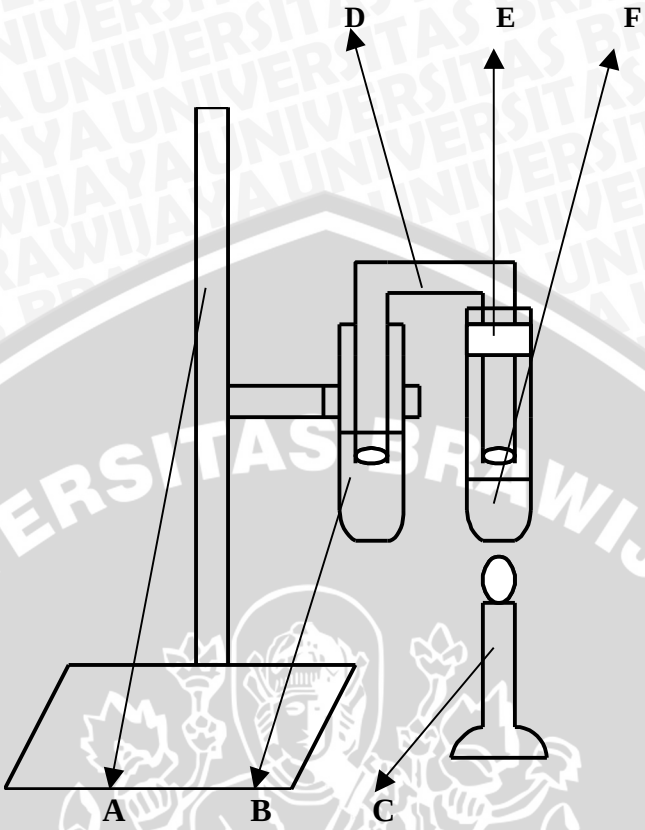
$$\%\ \text{ketetapan} = \frac{kosentrasi\ N\ hasil\ pengukuran}{kosentrasi\ N\ sebenarnya} \times 100\%$$

$$= \frac{9{,}33\%}{9{,}75\%} x100\%$$

$$= 95{,}70\ \%$$

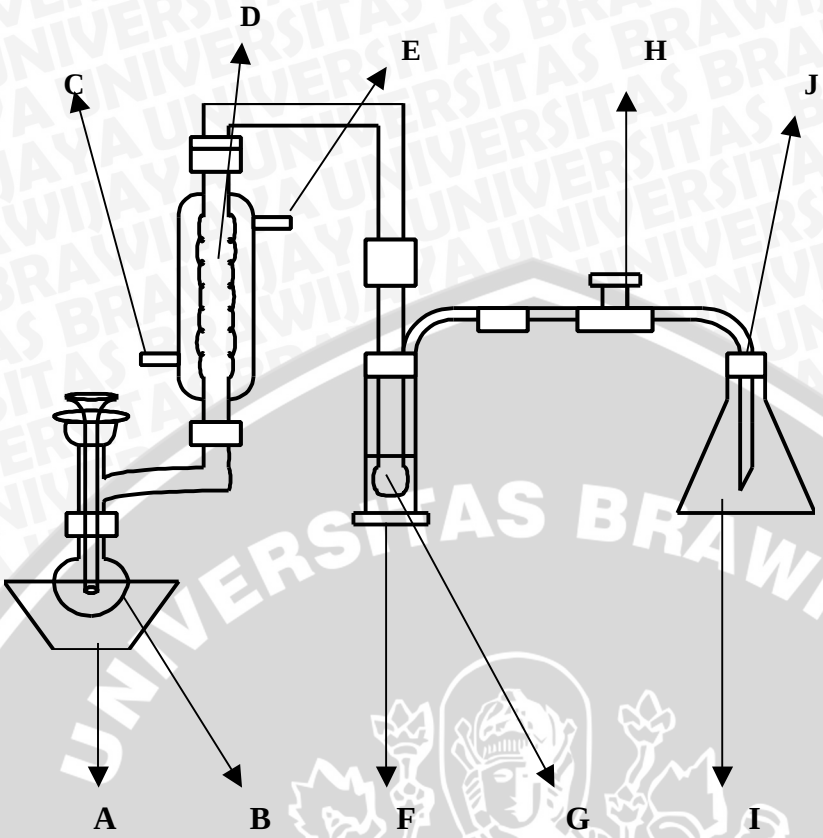
Lampiran 7. Gambar Perancangan Alat Penelitian

L7.1 Rangkaian alat komparator pipa U



Keterangan : *A. Statif*
B. Tabung Reaksi :berisi reagen NaOCl, HCl dan $MnSO_4$
C. Bunsen
D. Pipa U
E. Penutup
F. Tabung Reaksi : berisi sampel NH_4Cl dan NaOH

L7.2 Rangkaian alat mikrodestilasi



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

repository.ub.ac.id

UNIVERSITAS BRAWIJAYA