

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Pada penelitian ini digunakan sampel nitrit murni, sebelumnya dilakukan penentuan kondisi optimum (Optimasi) faktor-faktor yang mempengaruhi penentuan nitrit, baik yang menggunakan asam sulfanilat maupun kalium permanganat. Faktor-faktor tersebut adalah : konsentrasi yang dibutuhkan, pH dan kestabilan senyawa.

3.1. Alat dan Bahan

- a. Alat : - Spektronik 20 Milton Roy Company
- pH meter Hanna Instrument
- Alat-alat gelas yang biasa digunakan untuk praktikum
- b. Bahan : - Sodium nitrit (NaNO_2) p a
- Asam sulfanilat p a
- α - naftilamina p a
- Asam klorida pekat (HCl) p a
- Sodium asetat trihidrat p a
- Kalium permanganat (KMnO_4) p a
- Sodium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) p a
- Asam Sulfat pekat (H_2SO_4) p a
- Aqua bebas ion
- Aquadest

3.2. Pembuatan larutan

a. Larutan Asam Sulfanilat

Ditimbang 1,5 g asam sulfanilat dan dilarutkan dalam 70 ml HCl pekat dan diencerkan menjadi 250 ml dengan aqua bebas ion.

b. Larutan α -naftilamina

Ditimbang 1,5 g α -naftilamina dilarutkan dalam 75 ml aqua bebas ion yang telah ditambah 1 ml HCl pekat, diencerkan menjadi 250 ml.

c. Larutan Sodium asetat 2 M

Sebanyak 27,5 g sodium asetat trihidrat ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dilarutkan dalam 100 ml, aqua bebas ion.

d. Stok Larutan sodium nitrit (1 ml = 1 mg nitrogen nitrit)

Sebanyak 1,5 g NaNO_2 kering dilarutkan dalam aqua bebas ion dan diencerkan menjadi 1 liter, tambahkan 1 ml kloroform untuk melindungi larutan dari bakteri (pengawet).

e. Larutan nitrit standar (1 ml = 0,001 mg)

Diambil 50 ml larutan stok NaNO_2 diencerkan 1 liter, diambil 20 ml dari larutan tersebut dan diencerkan 1 liter dengan aqua bebas ion.

f. Larutan H_2SO_4 0,2 N

Diambil H_2SO_4 p sebanyak 5,5 ml dilarutkan dalam 250 ml aqua bebas ion, dikocok kuat-kuat dan diencerkan 1 liter.

g. Stok Larutan KMnO_4 (1 ml = 1 mg Mn setara dengan 0,0911N)

Ditimbang 2,88 g KMnO_4 dilarutkan dalam 1 L aqua bebas ion, dipanaskan 15 menit - 30 menit pada suhu 70°C -

80° C didinginkan sampai suhu kamar, kemudian larutan disaring dengan corong yang dilengkapi glass wool dan disimpan dalam botol coklat yang bersih.

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1 Penentuan Nitrit dengan asam sulfanilat

- a. Pembuatan kurva panjang gelombang versus absorbansi senyawa azo.

Dipipet 5 ml larutan nitrit standar, dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml ditambah 2 ml asam sulfanilat dan dibiarkan 5 menit dalam keadaan dingin (suhu tidak lebih dari 10° C), ditambahkan 2 ml larutan α -naftilamina dan 1 ml larutan sodium asetat 2M, diencerkan sampai tanda batas dan dibiarkan 30 menit.

Dimasukkan ke dalam kuvet yang sudah bersih dan dilakukan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang 480 nm - 580 nm dengan selang 5 nm. Dibuat kurva absorbansi versus panjang gelombang dan ditentukan panjang gelombang maksimumnya.

- b. Penentuan konsentrasi asam sulfanilat yang dibutuhkan untuk membuat senyawa azo pada penentuan nitrit dengan asam sulfanilat.

Dimasukkan 5 ml larutan standar NaNO_2 , dalam labu takar 25 ml, ditambah 1 ml asam sulfanilat dan dibiarkan 5 menit dalam keadaan dingin, lalu ditambahkan 2 ml larutan α -naftilamina dan 1 ml larutan sodium asetat 2 M,

diencerkan sampai tanda batas dan dibiarkan 30 menit. Dimasukkan ke dalam kuvet yang sudah bersih dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimumnya. Pengerjaan yang sama dilakukan untuk variasi penambahan asam sulfanilat 1,5 ml - 5,0 ml dengan selang 0,5 ml. Dibuat kurva absorbansi versus ml asam sulfanilat dan Ditentukan batas minimal asam sulfanilat yang dibutuhkan.

- c. Penentuan konsentrasi α -naftilamin yang dibutuhkan untuk membuat senyawa azo pada penentuan nitrit dengan asam sulfanilat.

Dimasukkan 5 ml larutan nitrit standar ke dalam labu takar 25 ml, ditambah 2,5 ml larutan asam sulfanilat dan dibiarkan 5 menit dalam keadaan dingin, ditambah 1 ml larutan α -naftilamin dan 1 ml larutan sodium asetat, diencerkan sampai tanda batas, dan dibiarkan 30 menit. Dimasukkan ke dalam kuvet yang sudah bersih dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 525 nm.

Pengerjaan yang sama dilakukan untuk variasi penambahan 1,0 ml - 5 ml larutan α -naftilamin dengan selang 0,5 ml. Dibuat kurva absorbansi versus ml α -naftilamina dan ditentukan batas minimal larutan α -naftilamina yang dibutuhkan.

- d. Penentuan pH optimum senyawa azo nitrit pada penentuan nitrit dengan asam sulfanilat.

Ke dalam labu takar 25 ml, dimasukkan 5 ml larutan

standar NaNO_2 , ditambahkan 2,5 ml asam sulfanilat dan dibiarkan 5 menit dalam keadaan dingin, ditambah 1,0 ml larutan α -naftilamina dan 1,0 ml larutan sodium asetat dan dibiarkan 30 menit. Dimasukkan kedalam kuvet yang bersih dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 525 nm. Pengerjaan yang sama dilakukan untuk variasi penambahan larutan sodium asetat 1,5 ml - 5,0 ml dengan selang 0,5 ml serta masing-masing diukur pHnya. Dibuat kurva pH versus absorbansi dan ditentukan pH optimumnya.

- e. Penentuan waktu kestabilan senyawa azo pada penentuan nitrit dengan asam sulfanilat.

Kedalam labu takar 25 ml, dimasukkan 5 ml larutan standar NaNO_2 , ditambah 2,5 ml asam sulfanilat dan dibiarkan 5 menit dalam keadaan dingin, ditambahkan 3,0 ml larutan α -naftilamina dan 2,5 ml larutan sodium asetat, diencerkan sampai tanda batas. Pengukuran absorbansi dilakukan setelah larutan didiamkan 5 menit, dan tiap 5 menit berikutnya sampai 240 menit. Dibuat kurva absorbansi versus waktu dan ditentukan waktu kestabilannya.

- f. Pembuatan kurva standar penentuan nitrit dengan asam sulfanilat.

Dibuat seri larutan standar NaNO_2 masing-masing : 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; ... 10,0 ml dalam labu takar 25 ml.

Ditambah 2,5 ml asam sulfanilat dalam tiap-tiap labu takar 25 ml, dibiarkan 5 menit dalam keadaan dingin,

Ditambahkan 3 ml larutan α -naftilamina dan 2,5 ml larutan sodium asetat, diencerkan sampai tanda batas dan dibiarkan 30 menit. Dimasukkan kedalam kuvet yang sudah bersih dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 525 nm. Dibuat kurva standar nitrit dan ditentukan persamaan garis lurus nya.

3.3.2. Penentuan nitrit dengan Kalium permanganat

a. Standarisasi Larutan KMnO_4 0,0911 N (1 ml = 1 mg Mn)

Kedalam erlenmeyer 250 ml, 0,1 g Sodium Oksalat, ditambah 100 ml aquadest hingga larut dan ditambah 10 ml H_2SO_4 1 : 1, sambil dikocok dengan hati-hati. Dipanaskan $80^\circ\text{C} - 90^\circ\text{C}$, kemudian dititrasi dengan KMnO_4 0,0911 N. Pengerjaan yang sama diulang untuk larutan blangko.

$$\text{Normalitas } \text{KMnO}_4 = \frac{\text{gr Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{(\text{A}-\text{B}) \times 0,06701}$$

Dimana : A = ml KMnO_4 standar untuk sampel

B = ml KMnO_4 standar untuk blangko

b. Pembuatan kurva panjang gelombang versus absorbansi KMnO_4

Larutan KMnO_4 standar yang dipakai 1 ml = 0,001 mg Mn.

Dibuat dengan mengencerkan 25 ml larutan stok KMnO_4 yang sudah distandarisasi menjadi 1 L, diambil 40 ml larutan tersebut dan diencerkan menjadi 1 L dengan aqua bebas ion. Diambil 8 ml larutan standar KMnO_4 dimasukkan kedalam labu takar 25 ml dan diencerkan sampai tanda batas.

Dimasukkan kedalam kuvet yang bersih dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 480 nm - 580 nm dengan selang 5 nm. Dibuat kurva absorbansi versus panjang gelombang dan ditentukan panjang gelombang maksimumnya.

- c. Penentuan pH optimum pada penentuan nitrit dengan KMnO_4
Dimasukkan 8 ml larutan standar KMnO_4 kedalam labu takar 25 ml, ditambah 1 ml H_2SO_4 0,2 N dan dipanaskan sebentar, ditambah 5 ml larutan standar NaNO_2 dan diencerkan sampai tanda batas. Dimasukkan kedalam kuvet yang sudah bersih dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 530 nm. Pengerjaan yang sama dilakukan untuk variasi penambahan H_2SO_4 0,2 N sebanyak : 1,5 ml - 5,0 ml dan masing-masing diukur pHnya dengan pH meter. Dibuat kurva absorbansi versus pH dan ditentukan pH optimumnya.
- d. Penentuan waktu kestabilan untuk penentuan nitrit dengan KMnO_4 .
Kedalam labu takar 25 ml, dimasukkan 8 ml larutan standar KMnO_4 ditambah 4 ml H_2SO_4 0,2 N, dipanaskan sebentar, kemudian ditambah 5 ml larutan standar NaNO_2 dan diencerkan sampai tanda batas. Pengukuran absorbansi dilakukan setelah larutan didiamkan 5 menit, dan tiap 5 menit berikutnya sampai 120 menit pada panjang gelombang 530 nm. Dibuat kurva absorbansi versus waktu (menit) dan ditentukan waktu kestabilannya.

e. Pembuatan kurva standar KMnO_4 .

Dibuat seri larutan standar KMnO_4 , masing-masing : 1,0 ml ; 2,0 ml ; 3,0 ml.... 10 ml dalam labu takar 25 ml dan diencerkan sampai tanda batas. Dimasukkan kedalam kuvet yang bersih dan masing-masing diukur absorbansinya pada panjang gelombang 530 nm.

3.3.3. Penentuan sampel nitrit dengan asam sulfanilat dan kalium permanganat

- Sampel yang digunakan larutan NaNO_2 murni dengan kode A,B,C,D,E,F.
- Kedalam 2 labu takar 25 ml, masing-masing dimasukkan larutan seperti berikut :

Labu 1 :

2 ml (sampel A), ditambah 2,5 ml asam sulfanilat, didiamkan 5 menit dalam keadaan dingin, ditambah 3,0 ml larutan α -naftilamin dan 2,5 ml larutan sodium asetat dan diencerkan sampai batas, dibiarkan 30 menit. Dimasukkan kedalam kuvet yang bersih dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 525 nm.

Labu 2 :

10 ml KMnO_4 standar ditambah 4 ml H_2SO_4 0,2 N dipanaskan sebentar, ditambah 2 ml (sampel A) dan diencerkan 25 ml, dibiarkan 10 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 530 nm.

Pengerjaan yang sama diulang untuk masing-masing sampel B - F , dengan volume masing-masing sebagai berikut :

sampel	volume (ml)
B	9
C	7
D	9
E	6
F	8

