

**BAB III**  
**METODE PENELITIAN**

**3.1. Alat dan bahan**

**3.1.1 Alat yang digunakan :**

- Spektrofotometer uv-vis model 1201 merk Shimadzu  
Japan
- pH meter model 420 A merk Orion Taiwan
- Seperangkat alat destilasi sederhana
- Labu ukur 50 mL
- Gelas ukur 10 mL
- Kuvet
- Pemanas
- Statif
- Penjepit
- Pipet
- Pengaduk
- Termometer 100<sup>o</sup> C

**3.1.2. Bahan yang digunakan :**

- Amonium klorida
- Natrium hidroksida
- Asam klorida 37%
- Merkuri iodida
- Kalium iodida
- Buffer fosfat

- Akuades

### 3.2. Preparasi Bahan <sup>(4,5)</sup>

#### a. Larutan Persediaan Amonium

dikeringkan 3,832 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 1-2 jam kemudian diencerkan dengan air suling sampai volume 1 liter dan dikocok (1 mL larutan persediaan = 1,22 mg  $\text{NH}_3$ ).

#### b. Larutan Standar Amonium

dilarutkan 10 mL larutan persediaan amonium ke dalam 1 liter air suling kemudian dikocok (1 mL larutan standar =  $12,2\ \mu\text{g}\ \text{NH}_3$ ).

#### c. Larutan Nessler

dilarutkan 10 g  $\text{HgI}_2$  dan 7,3 g  $\text{KI}$  ke dalam 50 mL air suling, ditambah  $\text{NaOH}$  sesuai dengan pH yang diinginkan kemudian diencerkan sampai volume 100 mL.

#### d. Larutan Buffer Fosfat

dilarutkan 14,3 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  dan 68,8 g  $\text{K}_2\text{HPO}_4$  dalam 1 liter air suling.

#### e. Larutan $\text{HCl}$ 0,2 N

dilarutkan 8,3 mL  $\text{HCl}$  37% (Bj : 1,19 g/mL) ke dalam air suling sampai volume 500 mL.

#### f. Larutan $\text{NaOH}$ 0,2 N

dilarutkan 4 g  $\text{NaOH}$  ke dalam air suling sampai volumenya 500 mL.

### 3.3. Cara Kerja <sup>(4,5,15)</sup>

#### 1. Penentuan Panjang Gelombang Optimum

- dimasukkan 2 mL larutan standar Amonium ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan air suling sampai volume 50 mL, kemudian ditambahkan 2 mL reagen Nessler.
- larutan dikocok dan dibolak-balikkan paling sedikit 6 kali, reaksi dibiarkan berjalan  $\pm$  20 menit.
- larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang kisaran 400 - 425 nm.

#### 2. Penentuan Volume reagen Nessler Optimum

- disiapkan 7 buah labu ukur 50 mL.
- dimasukkan 2 mL larutan standar Amonium ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan 0,5 - 3,5 mL reagen Nessler dengan selang volume 0,5 mL (digunakan reagen Nessler pada pH optimum).
- larutan dikocok dan dibolak-balikkan paling sedikit 6 kali, reaksi dibiarkan berjalan sampai waktu optimumnya.
- larutan diukur absorbansinya pada  $\lambda$  optimum.

#### 3. Penentuan pH Optimum

- disiapkan 4 buah labu ukur 50 mL.
- dimasukkan 2 mL larutan standar Amonium ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan air suling sampai volume 50 mL, kemudian ditambahkan 2 mL reagen

Nessler pada masing-masing tabung dengan range pH :  
11 - 14.

- larutan dikocok dan dibolak-balikkan paling sedikit 6 kali, reaksi dibiarkan berjalan  $\pm$  20 menit.
- larutan diukur absorbansinya pada  $\lambda$  optimum.

#### 4. Penentuan Waktu Optimum

- dimasukkan 2 mL larutan standar Amonium ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan air suling sampai volume 50 mL, kemudian ditambahkan 2 mL reagen Nessler pada pH optimum.
- larutan dikocok dan dibolak-balikkan paling sedikit 6 kali, reaksi dibiarkan berjalan pada kisaran waktu 5 - 50 menit dengan selang waktu 5 menit.
- larutan diukur absorbansinya pada  $\lambda$  optimum.

#### 5. Kalibrasi

- disiapkan 8 buah labu ukur 50 mL yang sejenis, kering dan bersih dalam rak.
- pipet berturut-turut larutan standar Amonium : 0,5 ; 1,0 ; 1,5 ; 2,0 ; 2,5 ; 3,0 ; 3,5 dan 4,0 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan 2 mL reagen Nessler pada pH optimumnya.
- larutan dikocok dan dibolak-balikkan paling sedikit 8 kali, reaksi dibiarkan berjalan sampai waktu optimumnya.
- larutan diukur absorbansinya pada  $\lambda$  optimum.

#### 6. Penentuan $\text{NH}_3$ dalam Urin

- dilarutkan 10 mL urin ke dalam 100 mL air suling, dinetralkan pada pH = 7, kemudian diencerkan sampai volume 250 mL.
- ditambahkan 5 mL larutan buffer fosfat.
- larutan didestilasi, destilat ditampung dalam erlenmeyer yang diisi 25 mL HCl 0,2 N (ujung alat destilasi harus tercelup dalam larutan HCl sedalam  $\pm$  1 cm).
- destilasi dihentikan jika jumlah larutan destilat dan larutan HCl yang ditampung dalam erlenmeyer sebanyak 150 mL.
- dinetralkan sampai pH = 7 dengan ditambahkan larutan NaOH 0,2 N, dan diencerkan dengan ditambahkan air suling sampai volume 250 mL, kemudian dikocok.
- 5 mL larutan tersebut dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, diencerkan sampai volume 250 mL, kemudian diambil 50 mL larutan (larutan diencerkan lagi jika terlalu pekat).
- ditambahkan 2 mL reagen Nessler pada pH optimumnya.
- larutan dikocok dan dibolak-balikkan paling sedikit 6 kali, reaksi dibiarkan berjalan sampai waktu optimumnya.
- larutan diukur absorbansinya pada  $\lambda$  optimum.