

# PEMBUATAN TES KIT KERTAS NITROGEN-AMONIA BERDASARKAN PEMBENTUKAN SENYAWA INDOFENOL BIRU

Hermin Sulistyarti<sup>1</sup>, Chasan Bisri<sup>1</sup>, Erwin Sulityo<sup>2</sup>, Firman Eka Permana<sup>1</sup> dan Zuri Rismiarti<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Brawijaya Malang*

<sup>2</sup>*Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik  
Universitas Brawijaya Malang*

## ABSTRACT

**Sulistyarti et al.**, 2014. Production of Test kit of ammonia-nitrogen paper based on the formation of blue indophenol compound.

Test kit of ammonia-nitrogen using paper based comparator has been developed based on the formation of blue indophenol compound. The validity of test kit was tested visually and absorbance reading using distillation standard method followed by UV-Vis spectrophotometry at  $\lambda$  630 nm. The results showed that increasing the volume of NaOH, NaOCl, HCl, MnSO<sub>4</sub>, phenate increased the colour intensity of blue indophenol with optimum volume of each of 7, 0.25, 0.3, 0.2 and 0.1 mL respectively. The result of validity test using the standard method distillation-spectrophotometry showed that the proposed test kit of nitrogen using paper can be used for fertilizer analysis from 1- 15 % nitrogen-ammonia.

**Kata kunci :** paper test kit, phenate, nitrogen, ammonia, blue indophenol

## ABSTRACT

**Sulistyarti et al.**, 2014. Pembuatan tes kit kertas nitrogen-amonia berdasarkan pembentukan senyawa indofenol biru

Pembuatan tes kit nitrogen-amonia berdasarkan metode fenat menggunakan komparator kertas didasarkan pada reaksi pembentukan senyawa indofenol biru. Tes kit diuji validitasnya secara visual dan pembacaan absorbansi melalui metode standar spektrofotometri UV-Vis pada  $\lambda$  630 nm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan volume NaOH, NaOCl, HCl MnSO<sub>4</sub> dan fenat meningkatkan intensitas warna indofenol biru dengan optimasi volume masing-masing 7, 0,25, 0,3, 0,2 dan 0,1 mL. Uji validasi dengan metode standar distilasi-spektrofotometri menunjukkan metode tes kit dengan media kertas dapat digunakan untuk analisis nitrogen pada pupuk yang mengandung 1-15 % nitrogen ammonia.

**Keywords :** tes kit kertas, fenat, nitrogen, amonia, indofenol biru

## PENDAHULUAN

Pupuk merupakan bahan yang penting untuk menambah unsur hara dalam tanah yang selanjutnya dapat diserap oleh 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. 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 (Gardner dkk., 1991). Peran utama nitrogen bagi tanaman adalah untuk merangsang pertumbuhan tanaman secara keseluruhan, khususnya batang, cabang dan daun, serta berperan penting dalam pembentukan hijau daun dalam proses fotosintesis (Lingga, 1989). Nitrogen dapat ditemukan dalam tanah dan dalam pupuk sintetis, misalnya Urea, ZA dan pupuk NPK (Novizan, 2002). Penentuan kadar nitrogen dapat ditentukan dengan beberapa metode antara lain: metode Kjeldahl, metode spektrofotometri UV-Vis berdasarkan reagen Nessler maupun fenat (Grennber dkk., 1992; Parmer, 2008; Basset dkk., 1994). Akan tetapi metode tersebut memiliki tahapan analisis yang rumit dan tidak memungkinkan untuk analisis lapang, serta memerlukan keahlian dalam pengerjaannya. Oleh karena itu, ketersediaan metode analisis untuk

penentuan kadar nitrogen dengan analisis yang sederhana dan mudah dikerjakan sangat diperlukan oleh masyarakat awam khususnya para petani untuk mendeteksi secara dini adanya pemalsuan pupuk nitrogen ammonia.

Metode fenat memungkinkan digunakan sebagai dasar untuk pembuatan tes kit nitrogen, baik dibuat menggunakan larutan maupun kertas saring. Prinsip dari metode ini adalah larutan sampel yang mengandung ammonium diubah menjadi amonia dengan penambahan larutan NaOH, kemudian amonia yang telah dibebaskan ditangkap dengan kertas yang telah dibasahi dengan reagen fenat yaitu : NaOCl, HCl, MnSO<sub>4</sub> dan fenat (fenol dalam suasana basa) (Falkowska dkk., 2004; Patton dkk., 1977). Pada penentuan tes kit nitrogen berbasis warna larutan, akan terganggu oleh warna sampel sehingga mengganggu pengukuran intensitas warna dari nitrogen sehingga menyebabkan penentuan kandungan nitrogen dalam sampel kurang akurat. Oleh karena itu, pada penelitian ini dibuat tes kit nitrogen-amonia dengan metode fenat menggunakan kertas, warna yang dihasilkan tidak tercampur dengan warna dari matriks sampel karena nitrogen diuapkan dahulu sebelum dideteksi sehingga lebih akurat dalam menganalisis kandungan nitrogen. Pada penelitian ini, tes kit yang dibuat juga diaplikasikan untuk analisis kandungan nitrogen dalam sampel pupuk NPK dan divalidasi dengan membandingkan hasilnya dengan hasil yang diperoleh menggunakan metode standar distilasi-spektrofotometri UV-Vis.

## BAHAN DAN METODE

Bahan yang digunakan adalah NH<sub>4</sub>Cl, fenol, NaOH, HCl (37 %), MnSO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (98 %), NaOCl 15 %, kertas saring Whatman dan pupuk NPK sebagai sampel.

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat distilasi, pipet mikromili 5-50 µL (*Acura 821 Adjustable Micropipette*), pipet mikromili 100-1000 µL (*Assipette No. 115/100*), spektrofotometri UV-Vis (*Shimadzu*).

### Optimasi Reagen

Optimasi volume NaOH 1 M yaitu dengan cara memasukkan 0,15 ml N 1% ke dalam tabung reaksi dan ditambah NaOH 1 M dengan variasi volume sebesar 1, 3, 5, 7 dan 10 mL, kemudian ditutup dengan kertas saring yang telah ditetesi secara berurutan dengan 0,05 mL MnSO<sub>4</sub> 0,003 M, 0,05 mL NaOCl 0,205 M, 0,05 mL HCl 0,5 M, dan 0,2 mL fenat 2,123, setiap setelah penetesan, kertas didiamkan hingga kering sebelum ditetesi kembali. Tabung reaksi dipanaskan di atas bunsen selama 5

menit, dan kertas diberi 0,05 mL NaOCl 0,205 M dan didiamkan hingga timbul warna biru pada kertas saring, dan hasilnya difoto. Perlakuan yang sama digunakan untuk optimasi volume NaOCl 0,205; MnSO<sub>4</sub> 0,003; fenat 2,123; HCl 0,5 M dengan variasi 0,1-0,35 mL dengan menggunakan hasil optimasi reagen dari percobaan sebelumnya.

### Pembuatan Kertas Warna Standar Nitrogen (N) 1-15% (Komparator Warna)

Komparator dibuat dengan cara menyiapkan sederet variasi konsentrasi sampel N 1% dari 0,01 - 0,15 mL dengan cara memasukkan ke dalam tabung reaksi lalu ditambahkan 7 mL (volume optimum) NaOH 1 M kemudian ditutup dengan kertas saring yang ditetesi secara berurutan dengan reagen fenat optimum yang diperoleh dari percobaan sebelumnya yaitu: 0,25 mL NaOCl 0,205 M; 0,30 mL HCl 0,5 M; 0,2 mL MnSO<sub>4</sub> 0,003 M dan 0,1 mL fenat 2,123 M dimana setiap setelah penetesan, kertas didiamkan hingga kering sebelum ditetesi kembali. Kemudian tabung reaksi dipanaskan di atas bunsen selama 5 menit, ditutup dengan kertas saring yang telah ditetesi 0,05 mL NaOCl 0,205 M dan didiamkan hingga timbul warna biru pada kertas saring, dan hasilnya difoto.

### Uji Validasi

Uji validasi dilakukan dengan membandingkan hasil yang diperoleh pada metode tes kit kertas nitrogen-amonia dengan hasil yang diperoleh dari metode standar distilasi-spektrofotometri UV-Vis pada penentuan kandungan N (%) dalam sampel pupuk NPK.

### Analisis Kandungan N menggunakan Komparator Kertas N 1-15%

Analisis kandungan N menggunakan 3 sampel pupuk NPK dilakukan sesuai prosedur pembuatan kertas standar N 1-15 %. Selanjutnya hasil foto masing-masing warna sampel tersebut dibandingkan dengan komparator kertas N 1-15 % sehingga dapat dianalisis konsentrasi nitrogen (%).

### Analisis Kandungan N dengan Metode Standar Distilasi-Spektrofotometri

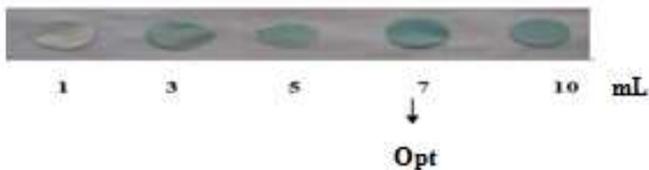
Analisis kandungan N dengan metode standar distilasi-spektrofotometri UV-Vis menggunakan 3 sampel pupuk, sampel dimasukkan ke dalam labu destilasi, ditambahkan 7 mL NaOH 1M, dipanaskan dengan waktu destilasi selama 20 menit (dimulai dari awal mendidih), gas amonia diserap dan ditampung dalam 5 mL larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1 M dengan penambahan

indikator metil merah 1 tetes. Selanjutnya larutan absorber dimasukkan ke dalam labu takar 25 mL lalu ditambah reagen fenat seperti 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 absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 630 nm.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Optimasi reagen dilakukan untuk menentukan volume optimum reagen yang berpengaruh terhadap intensitas warna biru pada pembentukan senyawa indofenol. Optimasi dilakukan pada masing-masing reagen yaitu, NaOH 1 M; NaOCl 0,205 M; HCl 0,5 M;  $MnSO_4$  0,003 M dan fenat 2,123 M yang sesuai dengan prinsip pembentukan senyawa indofenol biru.

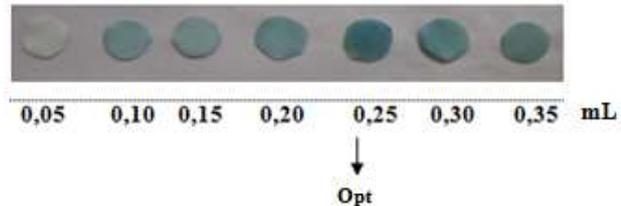
Hasil optimasi volume NaOH (Gambar 1), peningkatan penambahan NaOH meningkatkan intensitas warna biru dari indofenol dengan warna optimum dicapai pada volume NaOH 1M adalah 7 mL. Berdasarkan Gambar 1 menunjukkan pada penambahan 1 mL NaOH 1M tidak memberikan perubahan warna biru (warna tetap bening). Hal ini mengindikasikan bahwa NaOH yang dibutuhkan belum cukup untuk membebaskan ion amonium dari sampel matriksnya sebagai ammonia, akibatnya tidak terbentuk senyawa indofenol. Pada penambahan 3 dan 5 mL NaOH 1M memberikan peningkatan penambahan ion amonium menjadi ammoniak dengan intensitas tertinggi pada volume 7 mL. Peningkatan penambahan NaOH 10 mL, intensitas warna biru indofenol relatif tetap yang menunjukkan bahwa semua amonium telah diubah menjadi ammonia. Oleh karena itu, volume optimum 0,7 mL NaOH 1M digunakan untuk percobaan selanjutnya.



**Gambar 1.** Pengaruh penambahan NaOH (mL) dari kiri ke kanan dengan volume NaOH optimum = 7 mL

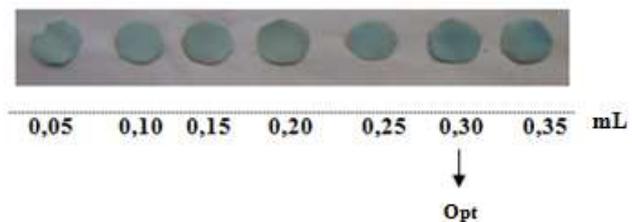
NaOCl berfungsi untuk membentuk senyawa kloramin setelah bereaksi dengan amonia. Pada Gambar 2 menunjukkan bahwa penambahan 0,05–0,25 mL NaOCl 0,205 M terjadi peningkatan intensitas warna biru senyawa indofenol dengan intensitas tertinggi pada penambahan NaOCl sebesar 0,25 mL. Penurunan intensitas warna pada

penambahan NaOCl 0,3 – 0,35 mL dikarenakan NaOCl bersifat sebagai oksidator sehingga apabila volumenya berlebih maka indofenol biru akan tereduksi dan warna menjadi pudar. Selain itu, NaOCl yang dipakai pada penelitian ini bersifat pemutih. Dengan demikian optimasi NaOCl 0,205M adalah 0,25 mL yang memberikan intensitas warna biru yang paling tinggi dan digunakan untuk percobaan selanjutnya.



**Gambar 2.** Pengaruh penambahan NaOCl (mL) dari kiri ke kanan dengan volume NaOCl optimum = 0,25 mL

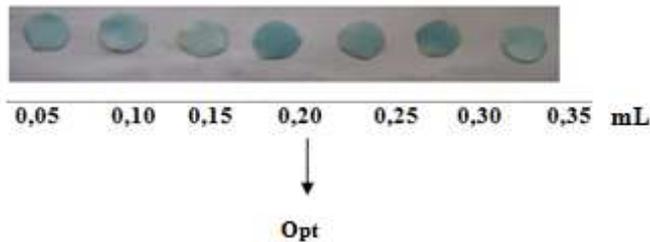
Penambahan asam selain berfungsi untuk mengkondisikan pembentukan kloroamin juga untuk perubahan warna indofenol kuning menjadi biru yang digunakan sebagai dasar penentuan nitrogen. Pada penambahan HCl 0,5M sebesar 0,05 – 0,3 mL menunjukkan peningkatan intensitas warna biru senyawa indofenol biru dengan intensitas tertinggi pada volume 0,3 mL sedangkan penambahan HCl selanjutnya tidak meningkatkan intensitas warna indofenol biru (Gambar 3). Hal ini menunjukkan bahwa penambahan 0,3 mL HCl 0,5M telah cukup sebagai sumber ion  $H^+$  untuk pembentukan kloroamin dan pembentukan indofenol biru serta kondisi tersebut digunakan untuk percobaan selanjutnya.



**Gambar 3.** Pengaruh penambahan HCl (mL) dari kiri ke kanan dengan volume HCl optimum = 0,30 mL

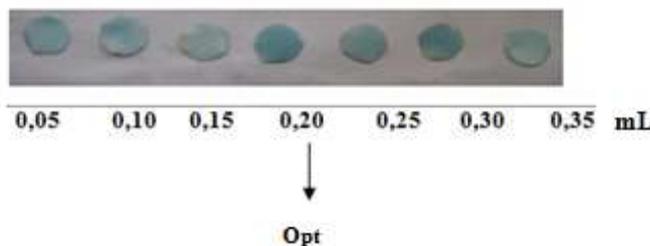
Pereaksi  $MnSO_4$  berfungsi sebagai katalis yang membantu mempercepat reaksi antara kloramin dengan fenol menjadi p-quinion-kloramin. Hasil optimasi volume  $MnSO_4$  0,003M menunjukkan bahwa penambahan  $MnSO_4$  meningkatkan intensitas warna indofenol biru dengan intensitas optimum pada penambahan 0,20 mL (Gambar 4). Pada penambahan selanjutnya yaitu 0,25 – 0,35 mL  $MnSO_4$  terjadi penurunan intensitas warna biru karena terjadi

percepatan pembentukan indofenol biru, sehingga melampaui waktu optimum pembentukan indofenol biru. Oleh karena itu, kondisi tersebut digunakan untuk percobaan selanjutnya.



**Gambar 4.** Pengaruh penambahan  $MnSO_4$  (mL) dari kiri ke kanan dengan volume  $MnSO_4$  optimum = 0,20 mL

Fenat berfungsi untuk membentuk kloroamin menjadi p-quinon-kloramin selanjutnya bereaksi dengan fenol sisa membentuk senyawa indofenol. Hasil optimasi volume fenol menunjukkan bahwa penambahan fenat menurunkan intensitas warna indofenol biru dengan intensitas optimum pada penambahan 0,10 mL seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 5. Oleh karena itu, 0,1 mL fenat 0,1 M digunakan untuk percobaan selanjutnya.



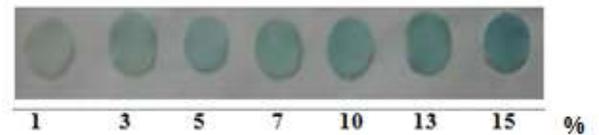
**Gambar 5.** Pengaruh penambahan fenat (mL) dari kiri ke kanan dengan volume fenat optimum = 0,10 mL

#### Pembuatan Komparator Kertas N 1-15%

Pembuatan komparator kertas N1-15 % dilakukan menggunakan kondisi-kondisi optimum yang diperoleh dari percobaan sebelumnya yaitu 7 mL NaOH 1 M; 0,25 mL NaOCl 0,205 M; 0,3 mL HCl

0,5 M; 0,2 mL  $MnSO_4$  0,003 M dan 0,1 mL fenat 2,123 M.

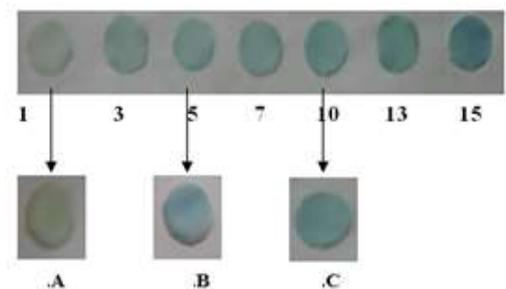
Hasil pembuatan komparator kertas menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi nitrogen (%), semakin tinggi intensitas warna indofenol biru (Gambar 6). Hasil komparator ini sudah baik karena memberikan perbedaan warna untuk konsentrasi N (%) yang berbeda sehingga dapat digunakan sebagai analisis N (%) dalam sampel pupuk yang mengandung nitrogen.



**Gambar 6.** Komparator Kertas N 1-15 %

#### Uji Validasi Tes Kit Kertas

Hasil analisis kandungan N dari sampel pupuk NPK menggunakan komparator kertas N 1-15% (Gambar 7). Berdasarkan Gambar 7 menunjukkan hasil analisis 3 macam sampel pupuk NPK menggunakan tes kit kertas yang dibuat memberikan konsentrasi 1, 5 dan 10 % sedangkan hasil analisis 3 macam sampel pupuk tersebut menggunakan metode standar distilasi-spektrofotometri UV-Vis memberikan hasil yang relatif sama dengan metode tes kit kertas yang dibuat yaitu 1,06; 5,29; dan 10,31 % (Tabel 1).



**Gambar 7.** Komparator kertas N 1-15% dan tiga macam sampel pupuk NPK

**Tabel 1.** Perbandingan Uji Validasi Tes kit dengan Metode Standar Distilasi-Spektrofotometri UV-Vis

Sampel pupuk	Kandungan N (%)		Akurasi Metode Tes Kit (%)
	Spektrofotometri UV-Vis	Tes Kit	
1	1,06	1	93,94
2	5,29	5	94,53
3	10,31	10	97,02

Data dari Tabel 1 diketahui metode tes kit kertas nitrogen-amonia memiliki nilai akurasi yang cukup tinggi untuk analisa kandungan nitrogen-ammoniak dalam sampel pupuk NPK

## KESIMPULAN

Metode tes kit nitrogen-amonia menggunakan komparator kertas dapat dijadikan sebagai metode alternatif yang mudah dan murah untuk penentuan kadar nitrogen-amonia (%) dalam sampel pupuk yang mengandung nitrogen dan cocok untuk analisis di lapangan.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih kepada Kementerian Riset dan Teknologi atas dukungan dana penelitian melalui program Intensif Riset Terapan

## DAFTAR PUSTAKA

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

Anorganik. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC

Falkowska, L, dan Lewandowska, A. 2004. Ammonia and Ammonium Over The Southern Baltic Sea. Part1. Preparation of Aerosol and Air Samples for The Determination of Ammonia by The Indophenol Method, University of Gdansk, Gdynia, 175-184

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

Greenberg, A.E., Clesceri, L.S., dan Eaton, A.D. 1992, Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater. Eighteenth Edition. USA: American Public Health Association

Lingga, P. 1989. Petunjuk Penggunaan Pupuk, Jakarta: Penerbit Swadaya

Novizan. 2002. Petunjuk Pemupukan yang Efektif. Jakarta. Agromedia Pustaka

Parmer, C. 2008. Kjeldahl Method for Determining Nitrogen, <http://www.coleparmer.com> (10 Januari 2014)

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