

See discussions, stats, and author profiles for this publication at: <https://www.researchgate.net/publication/286927152>

DETERMINATION OF TRACE NITRITE AS 4-(4-NITROBENZENAZO)-1-AMINONAPHTHALENE COMPLEX BY...

Article in Indonesian Journal of Chemistry · January 2009

CITATIONS

0

READS

4

3 authors, including:



Choirul Amri

Poltekkes Kemenkes Yogyakarta, Indonesia

10 PUBLICATIONS 6 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



Dwi Siswanta

Keio University

107 PUBLICATIONS 743 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)

Some of the authors of this publication are also working on these related projects:



Nanomaterials, design and applications [View project](#)



Separation of membrane bases polyeugenol derivate as carrier [View project](#)

Metode penentuan nitrit konsentrasi rendah ini didasarkan pada pembentukan kompleks berwarna dari 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen sebagaimana diilustrasikan pada Gambar 1. Kompleks tersebut merupakan spesies lipofilik yang akan terekstrak ke dalam pelarut n-amilalkohol dan kloroform. Intensitas warna dari 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen dalam pelarut tersebut akan sebanding dengan konsentrasi nitrit.

METODE PENELITIAN

Bahan

Semua pereaksi dibuat dari bahan kimia *pro analisis* (pa), antara lain: 4-Nitroanilin pa (Merck, CAS-No: 100-01-6), 1-Aminonaftalen pa (Merck, CAS-No: 134-02-7), Asam klorida 37% pa (Merck, CAS-No: 7647-01-0), Natrium nitrit pa (Merck, CAS-No: 7632-00-0), dan Kloroform pa (Merck CAS No: 67-66-3).

Alat

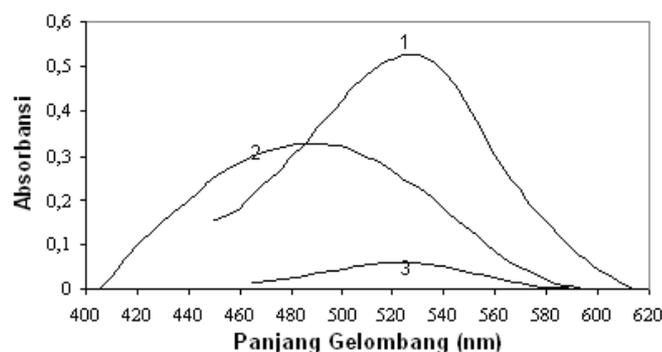
Dalam penelitian ini digunakan peralatan spektrofotometer UV-Tampak model 190 (kuvet 1 cm) dan seperangkat alat-alat gelas merk Pyrex.

Prosedur Kerja

Prosedur penentuan nitrit dengan senyawa dasar 4-nitroanilin dan 1-aminonaftalen secara ekstraksi-spektrofotometri menggunakan n-amilalkohol ditentukan kondisi optimumnya mengenai panjang gelombang, pH reaksi, konsentrasi pereaksi, waktu reaksi dan kestabilan senyawa kompleks.

Prosedur penentuan nitrit secara ekstraksi-spektrofotometri menggunakan pelarut n-amilalkohol dilakukan sebagai berikut: Air sampel mengandung nitrit sebanyak 50 mL diatur pH-nya dengan HCl 1 M hingga menunjukkan pH optimum reaksi, ditambah 4-nitroanilin 0,1% dan 1-aminonaftalen 1% masing-masing sesuai konsentrasi optimumnya, larutan digojok dan dibiarkan hingga reaksi sempurna, selanjutnya diekstraksi dengan 5 mL n-amilalkohol. Ekstrak amilalkohol dibaca pada panjang gelombang optimum.

Prosedur optimasi analisis nitrit secara ekstraksi dengan pelarut kloroform dilakukan sebagaimana prosedur penentuan kondisi optimum analisis nitrit secara ekstraksi dengan pelarut n-amil alkohol, dengan catatan sebagai berikut : (1) Pereaksi yang digunakan larutan 4-nitroanilin 1% dan 1-aminonaftalen 1%, masing-masing dalam kloroform, (2) Prosedur optimasi konsentrasi pereaksi dilakukan dengan mempertimbangkan jumlah pereaksi dalam kloroform, sehingga volume total kloroform sebanyak 5 mL.



Gambar 2. Spektra absorpsi pada daerah tampak untuk kompleks produk reaksi diazotisasi-kopling dengan 4-nitroanilin dan 1-aminonaftalen pada konsentrasi nitrit 0,02 mg/L $N-NO_2^-$ dalam n-amilalkohol (1), kloroform (2), dan air (3).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Panjang Gelombang Optimum

Penentuan panjang gelombang optimum penting dilakukan untuk menghindari kesalahan-kesalahan pengukuran. Jika panjang gelombang yang digunakan terlalu rendah dari yang seharusnya, maka energi yang dihasilkan akan sangat besar. Energi yang besar ini akan dapat memutus ikatan dalam molekul. Jika panjang gelombang yang digunakan terlalu besar, maka energi yang dihasilkan akan sangat kecil, sehingga tidak mampu mengeksitasi elektron dari tingkat energi rendah ke tingkat energi yang lebih tinggi. Pengukuran absorbansi kompleks pada panjang gelombang yang sesuai akan meningkatkan sensitivitas, karena pada panjang gelombang tersebut perubahan konsentrasi yang kecil dapat menyebabkan perubahan absorbansi yang besar.

Reaksi diazotisasi-kopling antara nitrit dengan 4-nitroanilin dan 1-aminonaftalen menghasilkan kompleks berwarna merah. Pada penelitian ini, penentuan panjang gelombang radiasi yang memberikan absorbansi maksimum dilakukan pada kisaran 400-600 nm. Spektra panjang gelombang dari kompleks produk reaksi diazotisasi-kopling dengan 4-nitroanilin dan 1-aminonaftalen dalam pelarut n-amilalkohol dan kloroform ditunjukkan pada Gambar 2.

Ekstraksi menggunakan n-amilalkohol dan kloroform dimaksudkan untuk menaikkan sensitivitas hasil pengukuran. Dengan dilakukannya ekstraksi, akan terjadi pemekatan konsentrasi kompleks. Faktor pemekatan dapat diatur sesuai dengan perbandingan volume pelarut air dan pelarut organik sebagai ekstraktan.

Pada penelitian ini dilakukan ekstraksi dengan pemekatan 10 kali. Pada kadar nitrit 0,02 mg/L $N-NO_2^-$

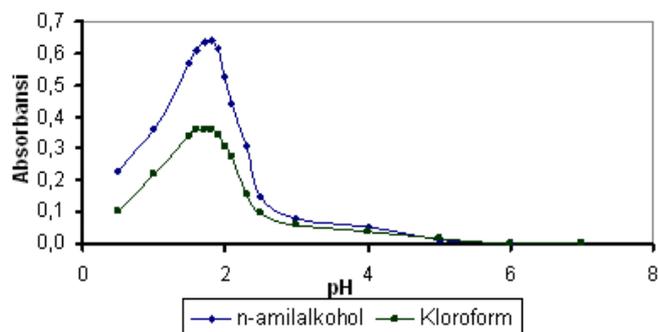
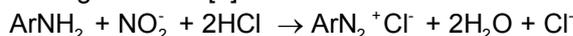
dalam larutan air dihasilkan absorbansi maksimum pada panjang gelombang 528 nm yaitu sebesar 0,06. Pada kadar nitrit yang sama (dalam larutan air), setelah dilakukan ekstraksi menggunakan pelarut n-amilalkohol dan kloroform dengan faktor pemekatan 10 kali dihasilkan absorbansi maksimum masing-masing pada panjang gelombang 528 nm sebesar 0,525 dan 490 nm sebesar 0,329.

Berdasarkan data di atas dapat diketahui bahwa dalam larutan air dan dalam pelarut n-amilalkohol tidak terjadi pergeseran panjang gelombang, yaitu 528 nm. Ekstraksi dengan n-amilalkohol dengan faktor pemekatan 10 kali meningkatkan absorbansi dari 0,060 (dalam air) menjadi 0,525 (dalam n-amilalkohol). Ini berarti bahwa terjadi peningkatan absorbansi 8,75 kali dari sebelum dilakukan ekstraksi. Data ini merupakan data hasil optimasi panjang gelombang yang belum dilakukan optimasi dari faktor lain. Namun demikian data tersebut sudah cukup memberikan gambaran bahwa dengan dilakukan ekstraksi telah terjadi pemekatan produk hasil reaksi [4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonafalen], sehingga dapat menaikkan sensitivitasnya.

Ekstraksi suatu kompleks berwarna menggunakan pelarut berbeda dimungkinkan dapat memberikan pergeseran absorpsi panjang gelombang. Penggunaan pelarut n-amilalkohol ($\epsilon = 13,9$) sebagai ekstraktan menyebabkan pergeseran absorpsi panjang gelombang optimum kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonafalen jika dibandingkan dengan dalam pelarut kloroform ($\epsilon = 4,81$). Pada kondisi ini, pergeseran absorpsi panjang gelombang yang terjadi adalah pergeseran merah atau batokromik, yaitu pergeseran absorpsi ke panjang gelombang yang lebih panjang [5]. Pergeseran ini disebabkan karena gaya polarisasi antara pelarut dan spesies, berakibat menurunnya selisih tingkat energi eksitasi dan tingkat energi tidak tereksitasi, sehingga energi yang dibutuhkan transisi elektron menjadi lebih kecil dan panjang gelombangnya menjadi lebih panjang [6]. Hal ini terlihat bahwa kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonafalen dalam pelarut kloroform, absorpsi maksimum terjadi pada panjang gelombang 490 nm, sedangkan dalam pelarut n-amilalkohol, absorpsi maksimum terjadi pada panjang gelombang yang lebih panjang, yaitu 528 nm.

pH Reaksi Pembentukan Kompleks

Kontrol keasaman merupakan tahapan yang penting dalam penentuan nitrit secara diazotisasi-kopling, karena reaksi ini berlangsung pada kondisi asam. Reaksi umum diazotisasi dengan kontrol keasaman menggunakan HCl dapat dinyatakan dalam reaksi sebagai berikut [7].



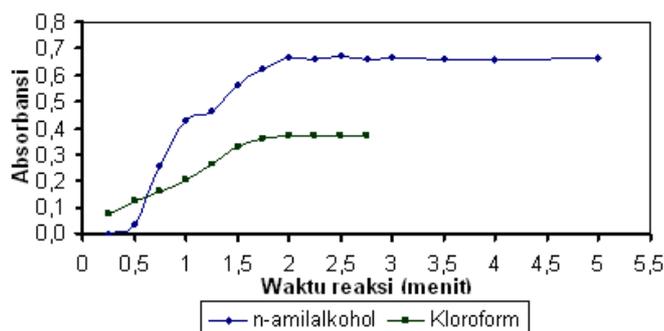
Gambar 3. Profil pengaruh pH pada pembentukan kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonafalen dalam pelarut n-amilalkohol dan kloroform.

Dalam reaksi tersebut, secara stoikiometri setiap satu mol NO_2^- dan satu mol senyawa aromatik primer membutuhkan dua mol asam. Kondisi ini dapat dijadikan pertimbangan untuk penggunaan sistem reaksi dalam kondisi asam kuat, tetapi tingkat keasaman juga harus dioptimalkan pada tingkat yang sesuai. Untuk itu pH reaksi pembentukan kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonafalen perlu dilakukan optimasi untuk mengetahui pH reaksi yang optimum. Hasil optimasi pH reaksi dapat dilihat pada Gambar 3.

Reaksi diazotisasi-kopling untuk pembentukan kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonafalen berlangsung pada pH optimum 1,75. Pada pH yang lebih rendah, efisiensi pembentukan kompleks menurun dengan penyebab yang belum diketahui, sedangkan reaksi pada kondisi pH yang lebih tinggi, reaksi diazotisasi-kopling tidak berjalan sempurna karena kurangnya asam, sehingga pada pH lebih dari 6 reaksi diazotisasi-kopling pembentukan kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonafalen tidak terjadi.

Waktu Reaksi Pembentukan dan Kestabilan Kompleks

Suatu senyawa kimia apabila direaksikan dengan senyawa kimia lain akan memberikan tiga kemungkinan, yaitu: (1) tidak bereaksi, (2) segera bereaksi, dan (3) bereaksi setelah dalam jangka waktu tertentu. Kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonafalen adalah merupakan produk hasil reaksi diazotisasi-kopling nitrit dengan 4-nitroanilin dan 1-aminonafalen. Umumnya reaksi diazotisasi-kopling terjadi pada kemungkinan yang ketiga, yaitu bereaksi setelah dalam jangka waktu tertentu. Ini dapat dimengerti bahwa reaksi tersebut merupakan reaksi bertahap, yaitu reaksi diazotisasi terlebih dahulu, kemudian disusul reaksi kopling pada tahap berikutnya. Jika reaksi diazotisasi-kopling belum sempurna, maka kompleks yang dihasilkan juga belum sempurna.

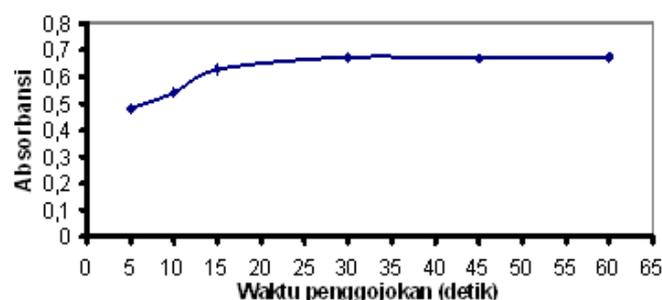


Gambar 4. Kurva waktu reaksi lawan absorbansi pada pembentukan kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen dengan konsentrasi nitrit dalam air 0,02 mg/L (sebagai N) dan pemekatan 10 kali dalam n-amilalkohol dan kloroform.

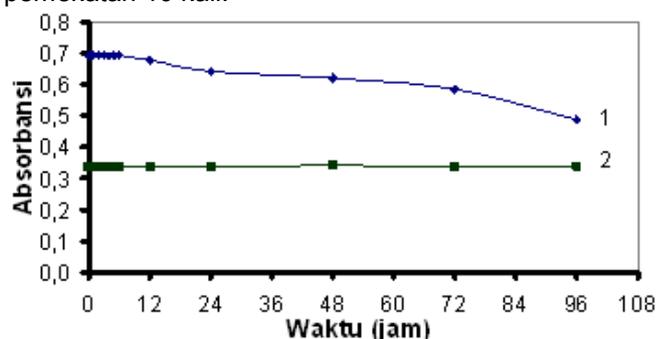
Untuk mengetahui waktu yang dibutuhkan reaksi diazotisasi-kopling hingga pembentukan 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen sempurna, maka perlu dilakukan optimasi waktu reaksi. Pada metode ekstraksi dengan kloroform, karena pereaksi 4-nitroanilin dan 1-aminonaftalen berada pada fasa organik, maka waktu reaksi optimum adalah sama dengan waktu penggojokan. Sedangkan pada ekstraksi dengan n-amilalkohol, reaksi diazotisasi-kopling dijalankan pada fasa air (pereaksi ditambahkan ke fasa air), selanjutnya diekstraksi ke dalam n-amilalkohol. Hasil optimasi waktu reaksi disajikan pada Gambar 4.

Sebagaimana terlihat pada Gambar 4, waktu reaksi pembentukan kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen pada fasa kloroform akan sempurna setelah selama dua menit dilakukan penggojokan. Penggojokan dimaksudkan untuk memberikan kontak antara nitrit yang berada pada fasa air dan reagen yang ada pada fasa organik. Selain itu juga untuk mengekstraksi 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen yang terbentuk ke dalam fasa organik.

Pada fasa air, reaksi pembentukan kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen lebih cepat dan menunjukkan telah sempurna pada menit ke 1,75 atau 105 detik. Reaksi pada fasa air ini lebih cepat oleh karena faktor kontak yang lebih sempurna antara analit (NO_2^-) dengan 4-nitroanilin dan 1-aminonaftalen. Sebagaimana dijelaskan di depan, bahwa pada ekstraksi dengan n-amilalkohol, reaksi diazotisasi-kopling dijalankan pada fasa air (reagen ditambahkan ke fasa air), selanjutnya diekstraksi ke dalam n-amilalkohol. Untuk ekstraksi kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen ke dalam n-amil alkohol membutuhkan waktu penggojokan selama minimal 30 detik (Gambar 5). Waktu ini cukup singkat karena n-amilalkohol termasuk pelarut yang semi polar, sehingga memudahkan transfer kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen dari fasa air ke fasa organik.



Gambar 5. Waktu ekstraksi kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen ke dalam pelarut n-amilalkohol pada kadar nitrit 0,02 mg/L N-NO_2^- dengan pemekatan 10 kali.

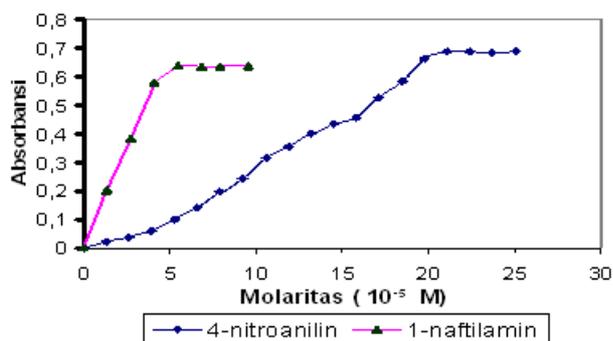


Gambar 6. Waktu kestabilan kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen (1) dalam n-amilalkohol, dan (2) dalam kloroform setelah pemekatan 10 kali dari 0,02 mg/L N-NO_2^- dalam air.

Waktu kestabilan kompleks juga merupakan informasi penting dalam penentuan suatu analit yang membentuk kompleks tersebut. Karena itu penentuan waktu kestabilan perlu dilakukan untuk mengetahui sampai seberapa lama kestabilan kompleks tersebut dapat bertahan. Saat reaksi pembentukan kompleks telah sempurna dan kompleks berada pada kondisi stabil, maka pada saat itu kompleks akan menyerap energi radiasi secara maksimal dan pada saat tersebut analisis dilakukan. Jika kompleks tidak stabil, maka absorpsi energi radiasi tidak akan sempurna, sehingga absorbansinya juga akan kecil dari yang semestinya. Jika serapan energi radiasi sempurna, kesalahan analisis dapat dihindari.

Dalam penelitian ini, waktu kestabilan kompleks ditentukan segera setelah kompleks tersebut diekstrak dalam pelarut organik sampai 96 jam (batas waktu pengukuran). Waktu kestabilan kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen dalam pelarut n-amilalkohol dan kloroform dapat dilihat pada Gambar 6.

Kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen dalam pelarut kloroform dapat stabil sampai 96 jam atau 4 hari (batas akhir pengamatan). Stabilitas kompleks ini diperkirakan dapat bertahan lebih lama lagi. Dalam pelarut n-amilalkohol stabilitas kompleks



Gambar 7. Pengaruh konsentrasi pereaksi terhadap pembentukan kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen setelah pemekatan 10 kali dalam pelarut n-amilalkohol pada 0,02 mg/L N-NO₂⁻.

hanya bertahan sampai 6 jam, untuk selanjutnya stabilitas menurun 7,3% setelah 24 jam dan 29,7% setelah 96 jam.

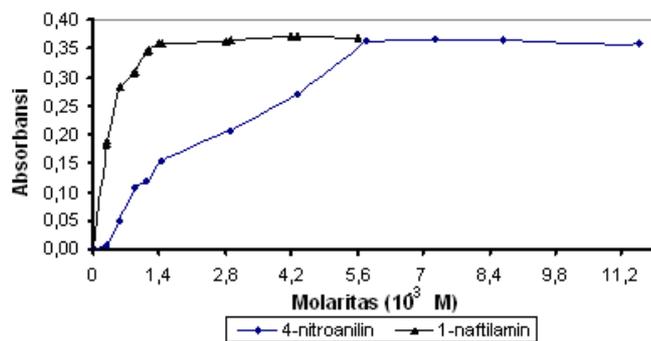
Konsentrasi Optimum 4-Nitroanilin dan 1-Aminonaftalen

Konsentrasi 4-nitroanilin dan 1-aminonaftalen perlu dioptimasi untuk mengetahui jumlah pereaksi minimum yang harus ada dalam larutan, sehingga semua analit NO₂⁻ dapat terkomplekskan. Jumlah pereaksi yang cukup tersebut diharapkan tidak terlalu berlimpah agar tidak menjadi pengganggu jalannya reaksi.

Pada metode ekstraksi dengan n-amilalkohol, optimasi pereaksi dilakukan pada fasa air, setelah terbentuk kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen kemudian diekstraksi dengan n-amilalkohol dengan pemekatan 10 kali. Hasil optimasi disajikan pada Gambar 7. Konsentrasi optimum 4-nitroanilin pada metode ekstraksi dengan n-amilalkohol adalah 21,1x10⁻⁵ M, sedangkan 1-aminonaftalen 5,48x10⁻⁵ M. Dengan demikian, pada metode ini konsentrasi optimum pereaksi 4-nitroanilin dan 1-aminonaftalen berada pada perbandingan 3,9:1.

Pada metode ekstraksi-spektrofotometri dengan pelarut kloroform, pereaksi berada pada fasa organik, sehingga optimasi pereaksi dihitung berdasarkan konsentrasinya di dalam fasa kloroform. Hasil optimasi konsentrasi pereaksi pada metode ekstraksi-spektrofotometri dengan pelarut kloroform disajikan pada Gambar 8. Konsentrasi optimum 4-nitroanilin adalah 5,8x10⁻³ M dan konsentrasi optimum 1-aminonaftalen adalah 1,4x10⁻³ M. Perbandingan konsentrasi optimum 4-nitroanilin dan 1-aminonaftalen adalah 4,1:1.

Jika dibandingkan metode ekstraksi menggunakan pelarut n-amilalkohol dengan kloroform, menggunakan pelarut n-amilalkohol membutuhkan pereaksi dengan



Gambar 8. Pengaruh konsentrasi 4-nitroanilin dan 1-aminonaftalen terhadap pembentukan kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen dalam pelarut kloroform pada 0,02 mg/L N-NO₂⁻ dengan pemekatan 10 kali.

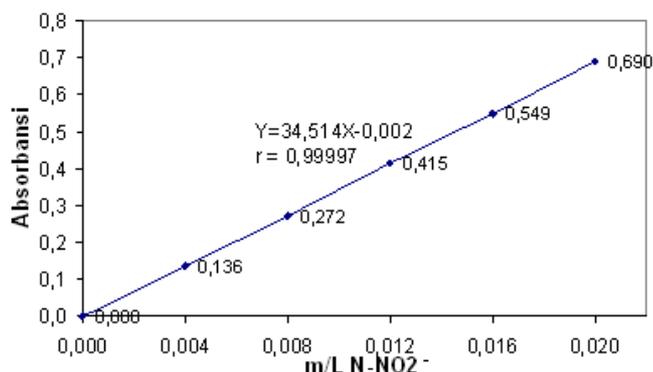
konsentrasi yang sedikit lebih rendah. Sebagaimana dijelaskan sebelumnya, bahwa dengan metode ekstraksi menggunakan n-amilalkohol, ekstraksi dilakukan setelah terbentuk kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen. Dengan cara ini reaksi antara analit dengan pereaksi dalam pelarut air lebih sempurna.

Pada metode ekstraksi menggunakan kloroform, karena pereaksi berada pada fasa organik, reaksi antara pereaksi dengan analit berada di antar muka, yaitu fasa air dan fasa organik, sehingga untuk membantu kontak antara reagen dengan analit diperlukan penggojokan. Dengan cara ini dapat dimengerti bahwa penggunaan reagen harus lebih banyak untuk dapat mempercepat dan menyempurnakan reaksi tersebut. Namun jika dilihat perbandingan konsentrasi pereaksi pada kedua metode tersebut, merupakan perbandingan yang mendekati 4:1.

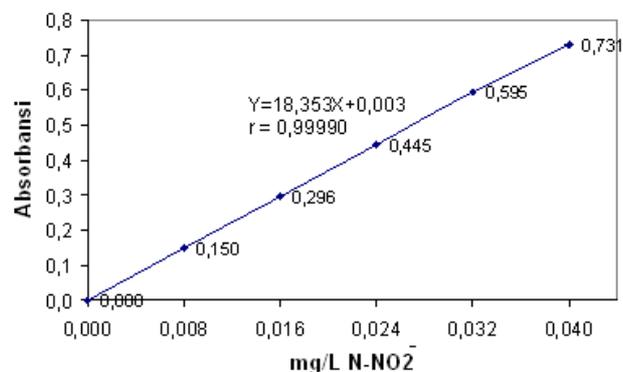
Parameter Analitik Metode Ekstraksi-Spektrofotometri

Untuk mengetahui tingkat kemampuan (kinerja) analitik metode ekstraksi menggunakan n-amilalkohol dan kloroform, maka perlu diketahui linearitas, batas deteksi, dan sensitivitas metode tersebut, sehingga metode ini dapat digunakan dengan mempertimbangkan parameter analitik metode tersebut. Pembuatan kurva standar dilakukan dengan cara memvariasikan mg/L N-NO₂⁻, sedangkan kondisi yang lain diperlakukan berdasarkan kondisi-kondisi optimum yang diperoleh dari eksperimen sebelumnya.

Linieritas kurva standar perlu ditentukan untuk mengetahui jangkauan konsentrasi yang masih memenuhi hukum Lambert-Beer, sehingga dalam analisis kurva standar dibuat dalam jangkauan konsentrasi tersebut. Kisaran linier untuk metode eks-



Gambar 9. Kurva standar penentuan nitrit metode ekstraksi-spektrofotometri sebagai kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen dalam n-amilalkohol dengan pemekatan 10 kali.



Gambar 10. Kurva standar penentuan nitrit metode ekstraksi-spektrofotometri sebagai kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen dalam kloroform dengan pemekatan 10 kali.

Tabel 1. Kinerja metode ekstraksi-spektrofotometri penentuan nitrit sebagai kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen dengan n-amilalkohol dan kloroform.

Parameter	Ekstraksi n-amilalkohol	Ekstraksi kloroform
Persamaan regresi	$Y=34,514X-0,002$	$Y=18,353X+0,003$
Koefisien korelasi (r)	0,99997	0,99990
Koefisien determinasi (r^2)	0,99994	0,99981
Koefisien variasi (%)	0,53	0,97
Slope (m) pada α 0,05 =	$34,514 \pm 0,364$	$18,353 \pm 0,355$
Sensitivitas (unit abs/ mg/L N-NO ₂ ⁻)	$34,514 \pm 0,364$	$18,353 \pm 0,355$
Intersep (b) pada α 0,05	$(-0,002) \pm 0,004$	$0,003 \pm 0,009$
Limit deteksi (mg/L N-NO ₂ ⁻)	$1,91 \times 10^{-4}$	$7,03 \times 10^{-4}$
Konsentrasi linier (mg/L N-NO ₂ ⁻)	0,0-0,054	0,0-0,100

traksi-spektrofotometri menggunakan n-amilalkohol (metode 1) yaitu 0,000-0,054 mg/L N-NO₂⁻ dalam fasa air, sedangkan untuk metode ekstraksi menggunakan kloroform (metode 2) memiliki kisaran linier 0,000-0,100 mg/L N-NO₂⁻ dalam fasa air. Oleh karena itu, untuk pembuatan kurva standar dibuat pada kisaran tersebut.

Pada penelitian ini diambil kisaran 0,00-0,02 mg/L N-NO₂⁻ untuk metode 1, dan kisaran 0,00-0,04 mg/L N-NO₂⁻ untuk metode 2. Masing-masing dilakukan pada lima titik dengan tiga kali pengulangan. Kurva standar untuk metode ekstraksi menggunakan n-amilalkohol disajikan pada Gambar 9 dan kurva standar untuk metode ekstraksi menggunakan kloroform disajikan pada Gambar 10.

Berdasarkan kurva standar yang diperoleh dapat dihitung batas deteksi dan sensitivitas. Batas deteksi dimaksudkan sebagai batas minimum konsentrasi NO₂⁻ yang masih dapat ditentukan dengan menggunakan metode di atas. Sensitivitas metode dapat dilihat dari kemiringan garis pada kurva standar. Sensitivitas yang tinggi menunjukkan bahwa perubahan yang kecil dari konsentrasi NO₂⁻ mengakibatkan perubahan absorbansi yang cukup besar.

Kurva standar pada metode ekstraksi-spektrofotometri dengan n-amilalkohol memberikan persamaan garis $Y=34,514X-0,002$, dengan koefisien korelasi (r) = 0,99997, dan koefisien determinasi (r^2) = 0,99994. Hal ini menunjukkan bahwa antara absorbansi dengan konsentrasi nitrit ada korelasi yang tinggi, yang mana 99,994% perubahan absorbansi disebabkan oleh hubungannya dengan variabel konsentrasi nitrit. Pada batas kepercayaan 95%, nilai kemiringan/slope (m) memiliki harga $34,514 \pm 0,364$, dan titik potong $(-0,002) \pm 0,004$. Berdasarkan data-data dari analisis kurva standar, dapat ditentukan limit deteksi penentuan nitrit dengan metode ekstraksi-spektrofotometri sebagai kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonaftalen dalam pelarut n-amilalkohol. Metode ini memiliki limit deteksi $1,91 \times 10^{-4}$ mg/L N-NO₂⁻. Limit deteksi ini diperoleh dengan menginterpolasikan Y ke persamaan regresi, yang mana Y adalah jumlah absorbansi blanko estimasi dan tiga kali simpangan baku ($Y=Y_B+3S_B$). Metode ini cukup sensitif dengan nilai sensitivitas $34,514 \pm 0,364$ unit absorbansi per mg/L N-NO₂⁻. Reprodusibilitas metode juga cukup baik yang ditunjukkan oleh koefisien variasi yang hanya 0,53%.

Kurva kalibrasi standar pada metode ekstraksi-spektrofotometri dengan pelarut kloroform memberikan persamaan garis $Y = 18,353X + 0,003$, dengan koefisien korelasi (r) = 0,99990, dan koefisien determinasi (r^2) = 0,99981. Pada batas kepercayaan 95%, nilai kemiringan/slope (m) memiliki harga $18,353 \pm 0,355$, dan titik potong/intersep (b) $0,003 \pm 0,009$. Berdasarkan data-data dari analisis kurva kalibrasi standar, dapat ditentukan limit deteksi penentuan nitrit dengan metode ekstraksi-spektrofotometri sebagai kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonftalen dalam pelarut kloroform. Metode ini memiliki limit deteksi $7,03 \times 10^{-4}$ mg/L N-NO₂⁻ dan nilai sensitivitas $18,353 \pm 0,355$ unit absorbansi per mg/L N-NO₂⁻. Reprodusibilitas metode ini juga masih cukup baik, yang ditunjukkan dengan nilai koefisien variasi sebesar 0,97%.

Secara umum, metode ekstraksi-spektrofotometri dengan n-amilalkohol memiliki kinerja yang lebih baik. Namun demikian metode ekstraksi-spektrofotometri dengan kloroform juga masih memiliki kinerja yang baik, bahkan metode ini memiliki kisaran konsentrasi linear yang cukup luas, yaitu 0,0-0,100 mg/L N-NO₂⁻, sedangkan metode ekstraksi-spektrofotometri menggunakan pelarut n-amilalkohol hanya sekitar setengahnya, yaitu 0,0-0,054 mg/L N-NO₂⁻.

KESIMPULAN

Kondisi optimum penentuan nitrit dengan metode ekstraksi-spektrofotometri sebagai kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonftalen dengan n-amil alkohol adalah : (1) Panjang gelombang maksimum 528 nm, (2) pH reaksi 1,75, (3) Waktu reaksi 2 menit, (4) Waktu ekstraksi/penggojokan minimal 30 detik, (5) Waktu kestabilan kompleks 6 jam, (6) Konsentrasi 4-nitroanilin $21,1 \times 10^{-5}$ M, sedangkan 1-aminonftalen $5,48 \times 10^{-5}$ M.

Kondisi optimum penentuan nitrit dengan metode ekstraksi-spektrofotometri sebagai kompleks 4-(4-nitrobenzenazo)-1-aminonftalen dengan kloroform adalah : (1) Panjang gelombang maksimum 490 nm, (2)

pH reaksi 1,75, (3) Waktu reaksi 2 menit, (4) Waktu kestabilan kompleks 96 jam atau sampai batas akhir pengamatan penelitian ini, (5) Konsentrasi optimum 4-nitroanilin adalah $5,8 \times 10^{-3}$ M dan konsentrasi optimum 1-aminonftalen adalah $1,4 \times 10^{-3}$ M.

Metode ekstraksi-spektrofotometri dengan n-amilalkohol memiliki daerah konsentrasi linier 0,0-0,054 mg/L N-NO₂⁻, batas deteksi $1,91 \times 10^{-4}$ mg/L N-NO₂⁻, sensitivitas $34,514 \pm 0,364$ unit absorbansi per mg/L N-NO₂⁻, dan reprodusibilitas metode ditunjukkan dengan nilai koefisien variasi 0,53%. Metode ekstraksi-spektrofotometri dengan kloroform memiliki daerah konsentrasi linier 0,0-0,10 mg/L N-NO₂⁻, batas deteksi $7,03 \times 10^{-4}$ mg/L N-NO₂⁻, sensitivitas $18,353 \pm 0,355$ unit absorbansi per mg/L N-NO₂⁻, dan reprodusibilitasnya ditunjukkan dengan nilai koefisien variasi 0,97%.

DAFTAR PUSTAKA

1. Hage, D.S., Paddyay, A.C., Wolfe, C.A.C., Grundman, J., and Bkelter, P., 1998, , *J. Chem. Educ.*, 75, 12.
2. Sawyer, C.N. and McCarty, P.L., 1978, *Chemistry for Environmental Engineering* – Third Edition, Mc Graw – Hill Book Company.
3. Christie, R.M., 2001, *Colour Chemistry*, Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK.
4. Popovych, O., and Tomkins, R.P.T., 1981, *Nonaques Solution Chemistry*, John Wiley & Sons, Inc., USA.
5. Khopkar, S.M., 1990, *Basic Concepts of Analytical Chemistry*, Wiley Eastern Limited.
6. Fessenden, R.J. and Fessenden, J.S., 1986, *Kimia Organik Edisi Ketiga*, Alih bahasa Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Ph.D., Erlangga, Jakarta.
7. Furniss, B.S., Antony J.H., Smith, P.W.G., and Tatchell, A.R., 1989, *Textbook of Practical Organic Chemistry-Fifth Edition*, John Wiley & Sons, Inc., New York.