

BAB IV

PROSEDUR PENELITIAN

4.1. Penentuan Trayek pH Indikator Alami

Dalam penentuan trayek pH, dilakukan beberapa persiapan seperti pembuatan ekstrak buah naga merah dan buah murbei. Selain itu, juga dilakukan penyiapan larutan dapar pH 1-12.

4.1.1. Pembuatan ekstrak pekat sampel

1. Buah Naga Merah

Daging buah naga merah ditimbang sebanyak 150 gram dengan menggunakan timbangan elektrik. Kemudian dimasukkan ke dalam beaker glass 500 mL, ditambahkan metanol:HCl 1% (9:1) hingga batas ukuran, kemudian diblender hingga halus. Filtrat yang didapat kemudian didekantasi dan kemudian dipekatkan dengan *rotary vacuum evaporator* pada suhu 40°C hingga tersisa \pm seperlimanya. Ekstrak yang didapatkan, dikumpulkan dalam vial dan disimpan di lemari pendingin sebelum digunakan.

2. Buah Murbei

Buah murbei matang ditimbang sebanyak 150 gram dengan menggunakan timbangan elektrik. Kemudian dimasukkan ke dalam beaker glass 500 mL dan ditambahkan metanol:HCl 1% (9:1) hingga batas ukuran. Kemudian diblender hingga halus. Filtrat yang didapat kemudian didekantasi dan kemudian dipekatkan dengan *rotary vacuum evaporator*

pada suhu 40°C hingga tersisa \pm seperlimanya. Ekstrak yang dihasilkan dikumpulkan di vial, dan bila perlu dapat disimpan di lemari pendingin sebelum digunakan.

4.1.2. Pembuatan larutan dan dapar pH 1-12

Larutan dan dapar pH 1-12 dibuat dengan cara pencampuran larutan HCl 0,01 M dengan aquadest, pencampuran asam asetat dengan natrium asetat dan kalium posfat dengan natrium posfat.

4.1.3. Pengujian trayek pH

Sejumlah larutan dan dapar pH 1-12 dimasukkan ke dalam 12 tabung reaksi berbeda yang ditandai dengan nomor 1-12. Sebanyak 3 tetes ekstrak pekat buah naga merah dimasukkan ke dalam tabung reaksi, perubahan warna yang terbentuk di masing-masing tabung reaksi diamati. Trayek pH indikator alami dari buah naga merah ditentukan dengan melihat perubahan warna yang terbentuk, terjadi pada rentang pH berapa. Ulangi prosedur ini terhadap ekstrak buah murbei.

4.2. Penyiapan Perekasi

Dalam penelitian ini, digunakan berbagai macam pereaksi seperti larutan indikator sintesis, larutan baku sekunder, dan larutan baku primer.

4.2.1. Penyiapan larutan indikator sintesis

1. Fenolftalein

Larutkan 100 mg fenolftalein dalam 30 mL etanol (90%) P, tambahkan air secukupnya hingga 50 mL.

2. Metil Merah

Hangatkan 5 mg metil merah dengan 0,19 mL NaOH 0,05 N dan 1 mL etanol (95%) P, setelah larut sempurna tambahkan etanol (50%) P hingga 50 mL.

3. Metil Jingga

Larutkan 20 mg dalam 50 mL etanol (20%) P.

4. Fenol Merah

Hangatkan 10 mg fenol merah dengan 0,57 mL NaOH 0,05 N dan 1 mL etanol (90%) P, setelah larut sempurna tambahkan etanol (20%) P secukupnya hingga 50 mL.

4.2.2. Penyiapan larutan asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0,05 N

Sebanyak 0,788 gram asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ditimbang secara kuantitatif, dimasukkan ke dalam labu takar 250 mL, dilarutkan dengan akuades secukupnya. Kemudian diencerkan dengan akuades sampai garis tanda pada labu takar.

4.2.3. Penyiapan larutan natrium hidroksida (NaOH)

Sebanyak 1 gram kristal NaOH ditimbang secara kuantitatif, dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL, dilarutkan dengan akuades secukupnya. Kemudian diencerkan dengan akuades sampai garis tanda pada labu takar. Kemudian larutan NaOH dibakukan dengan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,05 N:

Sejumlah 5 mL larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,05 N dipipet dan dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL. Kemudian ditambahkan indikator fenolftalein sebanyak 3 tetes, lalu titrasi dengan larutan asam oksalat NaOH sampai terjadi perubahan

warna larutan titrat dari warna bening menjadi warna merah lembayung. Catat volume larutan NaOH yang terpakai dan titrasi diulangi sebanyak 6 kali.

Perhitungan normalitas NaOH sesungguhnya:

$$N_{\text{NaOH}} = \left[\frac{\text{Volume rata-rata H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \times \text{normalitas H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}{\text{Volume rata-rata NaOH}} \right]$$

4.2.4. Penyiapan larutan natrium karbonat (Na_2CO_3) 0,05 N

Sebanyak 0,775 gram kristal Na_2CO_3 ditimbang secara kuantitatif, dimasukkan ke dalam labu takar 250 mL, dilarutkan dengan akuades secukupnya. Kemudian diencerkan dengan akuades sampai garis tanda pada labu takar.

4.2.5. Penyiapan larutan asam klorida (HCl)

Sebanyak 2 mL HCl 37% (pekat) dipipet ke dalam labu takar 500, dilarutkan dengan akuades secukupnya. Kemudian diencerkan dengan akuades sampai garis tanda pada labu takar. Kemudian larutan HCl dibakukan dengan larutan Na_2CO_3 0,05 N:

Sejumlah 5 mL larutan Na_2CO_3 0,05 N dipipet dan dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer 100 mL. Kemudian ditambahkan indikator metil merah sebanyak 3 tetes, lalu titrasi dengan larutan HCl. Catat volume larutan HCl yang terpakai dan titrasi diulangi sebanyak 6 kali.

Perhitungan normalitas HCl sesungguhnya:

$$N_{\text{HCl}} = \left[\frac{\text{Volume rata-rata Na}_2\text{CO}_3 \times \text{normalitas Na}_2\text{CO}_3}{\text{Volume rata-rata HCl}} \right]$$

4.3. Pengujian Perbandingan Akurasi Indikator Sintetis Dengan Alami

Pengujian perbandingan akurasi antara indikator titrasi asam-basa sintetis dengan indikator titrasi alami dilakukan melalui titrasi asam oksalat oleh natrium hidroksida, titrasi natrium karbonat dengan asam klorida, dan titrasi asam klorida oleh natrium hidroksida.

4.3.1. Titrasi asam-basa (1) dengan indikator fenolftalein

Sebanyak 5 mL larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,05 N dipipet dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Kemudian ke dalam larutan ini ditambahkan 3 tetes indikator fenolftalein dan dititrasi dengan larutan NaOH 0,05 N sampai terjadi perubahan warna larutan titrat dari warna bening menjadi warna merah lembayung. Dicatat volume NaOH dan titrasi diulangi sebanyak 3 kali.

4.3.2. Titrasi asam-basa (1) dengan indikator alami

a. Ekstrak buah naga merah

Sebanyak 5 mL larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,05 N dipipet dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Kemudian ke dalam larutan ini ditambahkan 3 tetes ekstrak buah naga merah dan dititrasi dengan larutan NaOH 0,05 N sampai terbentuk perubahan warna titrat dari warna merah lembayung menjadi warna ungu. Dicatat volume NaOH dan titrasi diulangi sebanyak 3 kali.

b. Ekstrak buah murbei

Sebanyak 5 mL larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,05 N dipipet dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Kemudian ke dalam larutan ini ditambahkan 3 tetes ekstrak buah murbei dan dititrasi dengan larutan

NaOH 0,05 N sampai terbentuk perubahan warna larutan titrat dari warna merah menjadi warna hijau. Dicatat volume NaOH dan titrasi diulangi sebanyak 3 kali.

4.3.3. Titrasi asam-basa (2) dengan indikator metil jingga

Sebanyak 5 mL larutan Na_2CO_3 0,05 N dipipet dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Kemudian ke dalam larutan ini ditambahkan 3 tetes indikator metil jingga dan dititrasi dengan larutan HCl 0,048 N sampai terjadi perubahan warna larutan titrat dari warna kuning menjadi jingga. Dicatat volume HCl dan titrasi diulangi sebanyak 3 kali.

4.3.4. Titrasi asam-basa (2) dengan indikator alami

a. Ekstrak buah naga merah

Sebanyak 5 mL Na_2CO_3 0,05 N dipipet dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Kemudian ke dalam larutan ini ditambahkan 3 tetes ekstrak buah naga merah dan dititrasi dengan larutan HCl 0,048 N sampai terbentuk perubahan warna titrat dari warna ungu menjadi warna merah lembayung. Dicatat volume HCl dan titrasi diulangi sebanyak 3 kali.

b. Ekstrak buah murbei

Sebanyak 5 mL Na_2CO_3 0,05 N dipipet dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Kemudian ke dalam larutan ini ditambahkan 3 tetes ekstrak buah murbei dan dititrasi dengan larutan HCl 0,048 N sampai terbentuk perubahan warna larutan titrat dari warna ungu kebiru-biruan menjadi warna merah. Dicatat volume HCl dan titrasi diulangi sebanyak 3 kali.

4.3.5. Titrasi asam-basa (3) dengan indikator fenol merah

Sebanyak 5 mL larutan HCl 0,048 N dipipet dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Kemudian ke dalam larutan ini ditambahkan 3 tetes indikator fenol merah dan dititrasi dengan larutan NaOH 0,05 N sampai terbentuk warna merah lembayung. Dicatat volume NaOH dan titrasi diulangi sebanyak 3 kali.

4.3.6. Titrasi asam-basa (3) dengan indikator alami

a. Ekstrak buah naga merah

Sebanyak 5 mL larutan HCl 0,048 N dipipet dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Kemudian ke dalam larutan ini ditambahkan 3 tetes ekstrak buah naga merah dan dititrasi dengan larutan NaOH 0,05 N sampai terbentuk perubahan warna dari warna merah lembayung menjadi warna ungu. Dicatat volume NaOH dan titrasi diulangi sebanyak 3 kali.

b. Ekstrak buah murbei

Sebanyak 5 mL larutan HCl 0,048 N dipipet dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Kemudian ke dalam larutan ini ditambahkan 3 tetes ekstrak buah murbei dan dititrasi dengan larutan NaOH 0,05 N sampai terbentuk perubahan warna dari warna merah menjadi warna merah bata. Dicatat volume NaOH dan titrasi diulangi sebanyak 3 kali.

4.4. Verifikasi Metode Analisis

Validasi atau verifikasi harus selalu dilakukan sebelum menggunakan metode baru sebagai metode untuk analisis rutin.

4.4.1. Akurasi (kecermatan)

Larutan baku sekunder natrium hidroksida dibakukan dengan larutan baku primer asam oksalat. Pembakuan diulangi sebanyak 6 kali. Larutan baku sekunder asam klorida dibakukan dengan larutan baku primer natrium karbonat. Pembakuan diulangi sebanyak 6 kali. Syarat akurasi yang baik memiliki nilai perolehan kembali berada pada rentang 98% - 102%.

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{\text{kadar hasil analisis}}{\text{kadar sesungguhnya}} \times 100\%$$

4.4.2. Presisi (keseeksamaan)

Larutan baku sekunder natrium hidroksida dibakukan dengan larutan baku primer asam oksalat. Pembakuan diulangi sebanyak 6 kali. Larutan baku sekunder asam klorida dibakukan dengan larutan baku primer natrium karbonat. Pembakuan diulangi sebanyak 6 kali. Kriteria seksama diberikan jika metode menunjukkan simpangan baku relatif atau koefisien variansi $\leq 2\%$.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(\bar{X} - X)^2}{n-1}}$$

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

Keterangan:

SD = Standar deviasi

KV = Koefisien variasi

\bar{X} = Rata-rata

X = Nilai X