

RINGKASAN PENGUKURAN KONSENTRASI NITRIT DAN NITRAT DI PERAIRAN DENGAN METODE SPEKTROFOMETRI

Kelompok : 2

Anggota:

1. Muthia Hafizha 1914201009
2. Nurmay Tri Banowati 1914201007
3. Rina Sugesti 1914201004
4. Risma Alfiah Rahayu 1954201003
5. Triana Budi Lestari 1914201041

1.1 Pengertian

a. Nitrit

Nitrit merupakan bentuk nitrogen yang hanya sebagian teroksidasi. Nitrit tidak ditemukan dalam air limbah yang segar, melainkan dalam limbah yang sudah basi atau lama. Nitrit tidak dapat bertahan lama dan merupakan keadaan sementara proses oksidasi antara amoniak dan nitrat. Nitrit bersumber dari bahan-bahan yang bersifat korosif dan banyak dipergunakan di pabrik-pabrik. Nitrit tidak tetap dan dapat berubah menjadi amoniak atau dioksidasi menjadi nitrat (Ginting, 2007).

Menurut Effendi (2003) di perairan alami, nitrit umumnya ditemukan dalam jumlah yang sangat sedikit karena sifatnya yang tidak stabil akibat keberadaan oksigen. Sebagaimana kita ketahui bahwa nitrit umumnya merupakan bentuk transisi antara amoniak dan nitrat dan segera berubah menjadi bentuk yang lebih stabil yakni nitrat. Meskipun demikian nitrit merupakan salah satu parameter kunci dalam penentuan kualitas air karena bersifat racun ketika bereaksi dengan hemoglobin dalam darah yang menyebabkan darah tidak dapat mengangkut oksigen.

b. Nitrat

Senyawa nitrat dan fosfat secara alamiah berasal dari perairan itu sendiri melalui proses-proses penguraian pelapukan ataupun dekomposisi tumbuh-tumbuhan, sisa-sisa organisme mati dan buangan limbah baik limbah daratan seperti domestik, industri, pertanian, dan limbah peternakan ataupun sisa pakan yang dengan adanya bakteri terurai menjadi zat hara (Wattayakorn, 1988).

Nitrat adalah bentuk nitrogen utama di perairan alami. Nitrat berasal dari ammonium yang masuk ke dalam badan sungai terutama melalui limbah domestik konsentrasinya di dalam sungai akan semakin berkurang bila semakin jauh dari titik pembuangan yang disebabkan adanya aktifitas mikroorganisme di dalam air contohnya bakteri nitrosomonas (Jollenweider, 1968 dalam Wetzel, 1975).

1.2 Kandungan Senyawa Nitrat dan Nitrit

Analisis kandungan senyawa nitrit dan nitrat dalam air merupakan parameter umum yang dapat dilakukan untuk mengetahui tingkat pencemaran pada suatu perairan. Dalam perairan alami, nitrit (NO_2) biasanya ditemukan dalam jumlah yang sangat sedikit, lebih sedikit daripada nitrat, karena bersifat tidak stabil dengan keberadaan oksigen. Nitrit merupakan bentuk peralihan (intermediate) dari amonia menjadi nitrat pada proses nitrifikasi, dan dari nitrat menjadi gas nitrogen pada proses denitrifikasi. Menurut Effendi H (2003), denitrifikasi berlangsung pada kondisi anaerob. Kandungan senyawa nitrit yang tinggi di perairan disebabkan oleh aktifitas yang tinggi dari bakteri pengurai akibat pembuangan limbah rumah tangga, pertanian, serta industri.

1.3 Uji nitrat

Senyawa nitrat dalam contoh uji direduksi menjadi nitrit oleh kadmium (Cd) yang dilapisi dengan tembaga (Cu) dalam suatu kolom. Untuk menentukan nitrit dalam contoh uji dengan nitrit yang berasal dari hasil reduksi nitrat dilakukan penetapan nitrit tanpa melewati contoh uji pada kolom reduksi kadmium. Kadar nitrat diperoleh dengan mengkoreksi hasil total nitrit yang didapat dari hasil reduksi dengan hasil nitrit yang diperoleh tanpa melewati kolom reduksi kadmium.

Salah satu faktor yang mempengaruhi keberadaan nitrat di perairan adalah sumber nitrat itu sendiri. Nitrat di badan air dapat berasal dari proses difusi oleh atmosfer, fiksasi, hasil degradasi bahan organik serta buangan limbah organik akibat aktifitas manusia. Salah satu buangan limbah yang berpotensi meningkatkan konsentrasi nitrat di kolom air adalah pemanfaatan pupuk di lahan pertanian. Tidak semua partikulat pupuk yang masuk ke dalam tanah akan terserap oleh tumbuhan sebagai sumber makanan, sebagian diantaranya tersimpan dalam tanah dan sewaktu-waktu dapat release ke kolom air. Proses erosi dan pengikisan di lahan pertanian memungkinkan nitrat yang sebelumnya terjebak dalam tanah akan masuk ke sungai dan bermuara ke laut.

- Bahan

Air bebas mineral; serbuk kalium nitrat (KNO₃); butir kadmium (Cd) dengan ukuran 20 - 100 mesh; asam klorida (HCl) 6N; larutan tembaga sulfat (CuSO₄) 2 % b/v; butir kadmium-tembaga (Cd-Cu); larutan pekat ammonium klorida-etilendiamin tetra asetat (NH₄Cl-EDTA); larutan NH₄Cl-EDTA encer; larutan pewarna

- Peralatan

Spektrofotometer visible; pH meter; labu ukur 50 mL; 100 mL dan 1000 mL; pipet volumetrik 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL; 8 mL dan 10 mL; gelas ukur 50 mL; 100 mL dan 200 mL; gelas piala 100 mL; 250 mL; 500 mL dan 1000 mL; oven; desikator; kolom reduksi kadmium; timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg; dan botol semprot.

1.3.1 Persiapan pengujian

- Pembuatan larutan induk nitrat 100 mg NO₃⁻ N/L:
 - a) Keringkan serbuk kalium nitrat (KNO₃) dalam oven pada suhu 105 °C selama 24 jam, kemudian dinginkan dalam desikator;
 - b) Imbang 0,722 g kalium nitrat (KNO₃), kemudian larutkan dengan 100 mL air bebas mineral di dalam labu ukur 1000 mL;
 - c) Tepatkan sampai tanda tera;
 - d) Awetkan dengan menambahkan 2 mL CHCl₃/L.
- Pembuatan larutan baku nitrat 10 mg NO₃⁻ -N/ L:
 - a) Pipet 100 mL larutan induk nitrat ke dalam labu ukur 1000 mL;
 - b) Tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera;
 - c) Awetkan dengan menambahkan 2 mL CHCl₃/L.
- Pembuatan larutan kerja nitrat (NO₃⁻-N)

Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda dalam labu ukur 100 mL secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran. Larutan kerja ini dibuat setiap akan digunakan.

2.3.1 Pembuatan dan uji efisiensi kolom reduksi

- a) Masukkan glass wool ke bagian bawah kolom reduksi, lalu isi dengan air bebas mineral.
- b) Masukkan butir Cd-Cu secukupnya sehingga panjang kolom 18,5 cm. Jaga permukaan air selalu lebih tinggi dari butir Cd-Cu untuk mencegah gelembung udara terperangkap;
- c) Cuci kolom dengan 200 mL larutan NH₄Cl-EDTA encer
- d) Atur kecepatan alir pada 7-10 mL/ menit;
- e) Lakukan uji efisiensi kolom dengan melewati sedikitnya 100 mL larutan campuran 1:3 standar 1,0 mg NO₃--N /L dan larutan NH₄Cl-EDTA pekat;
- f) Hitung efisiensi kolom reduksi dengan cara melewati satu kadar larutan kerja NO₃- N lalu bandingkan kadar nitrit yang dihasilkan dengan menggunakan kurva kalibrasi dengan larutan kerja NO₂- N yang sama konsentrasinya.

3.3.1 Pembuatan kurva kalibrasi

- a) Optimalkan alat uji spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengujian kadar nitrat;
- b) Kedalam masing-masing 25 mL larutan kerja tambahkan 75 mL larutan NH₄Cl-EDTA pekat lalu kocok;
- c) Lewatkan larutan di atas ke dalam kolom reduksi, atur kecepatan 7 - 10 mL/menit;
- d) Buang 25 mL tampungan pertama;
- e) Selanjutnya tampung dalam labu;
- f) Ukur 50 mL larutan yang sudah direduksi dan masukkan ke dalam erlenmeyer 50 mL;
- g) Tambahkan 2 mL larutan pewarna dan kocok;
- h) Baca absorbansinya dalam kisaran waktu antara 10 menit sampai 2 jam setelah penambahan larutan pewarna;
- i) Buat kurva kalibrasi dengan mengukur absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm dan tentukan persamaan garis lurusnya;
- j) Jika koefisien korelasi regresi linier (r) lebih kecil dari 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pembuatan kurva kalibrasi hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

4.3.1 Cara uji

- a) Atur pH contoh uji antara 7 - 9 dengan menambahkan HCl atau NaOH
- b) Siapkan 25 mL contoh uji ke dalam labu ukur 100 mL;
- c) Tambahkan 75 mL larutan NH₄Cl-EDTA pekat kemudian kocok;
- d) Lewatkan larutan tersebut melalui kolom reduksi dengan laju alir 7 - 10 mL/menit;
- e) Buang 25 mL tampungan pertama;
- f) Tampung eluat berikutnya dengan erlenmeyer atau gelas piala yang bersih dan kering;
- g) Ambil secara kuantitatif 50 mL eluat ke dalam erlenmeyer atau gelas piala;
- h) Tambahkan secara kuantitatif 2 mL larutan pewarna, kemudian dikocok;
- i) Ukur serapannya dalam waktu antara 10 menit sampai 2 jam setelah penambahan larutan pewarna pada panjang gelombang 543 nm;
- j) Tentukan kadar nitrit total dari kurva kalibrasi
- k) Uji nitrit secara terpisah dilakukan terhadap 50 mL contoh uji yang sama (tanpa melalui kolom reduksi) sesuai butir 3.6.g) - 3.6.i)

CATATAN kadar yang terukur adalah kadar nitrit total yang berasal dari nitrit dan nitrat yang telah direduksi menjadi nitrit;

5.3.1 Perhitungan

$$\text{Kadar nitrat (mg NO}_3\text{-N/L)} = A - B \quad (2)$$

Keterangan:

A adalah kadar NO₂-N dari kolom reduksi;

B adalah kadar NO₂-N tanpa melewati kolom reduksi.

1.4 Pengukuran nitrit

4 jenis larutan yang harus disediakan

- 1) Blanko
- 2) Larutan Standar
- 3) sampel
- 4) Spike

- Prosedur kerja:
 - a. Larutan blanko dibuat dari aquades murni tanpa ada tambahan apa-apa. Kemudian dimasukkan kedalam tabung nesler.
 - b. Larutan standar dibuat dengan 5 deret 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, dan 0.5 ppm.
 - c. Larutan sampel diambil langsung 50 tanpa ada tambahan apa-apa kemudian dimasukkan kedalam tabung nesler.
 - d. Larutan spike dibuat sebagai media pengontrol.

- Uji nitrit secara spektrofotometer:

Larutan induk nitrit sebanyak 500 ppm diencerkan menjadi 50 ppm. Bahan yang digunakan seperti Nethidroklorida, As sulfanila dan alatnya seperti tabung nesler, pipet dan lainnya.

- a. Cara Membuat larutan Standar:

1. Dari 0.1 ppm yang kita pipet dari 50 ppm sebesar 0.1 ml. kemudian ditambahkan aquades sampai 50 ml lalu tutup dan homogenkan. Lakukan cara ini untuk deret 0.2, 0.3, 0.4 dan 0.5.
2. Selanjutnya As. Sulfanila ditambahkan sebanyak 1 ml kedalam tabung nesler lalu homogenkan dan diamkan selama 2-5 menit lakukan kesemua tabung.
3. Setelah 5 menit lalu tambahkan masing-masing 1 ml nedhidroklorita lalu diamkan 10 menit.
4. Setelah 10 menit akan terlihat gradasi warna yang bertingkat dari 0.1 ppm sampai 0.5 ppm dari warna yang paling muda sampai yang paling pekat.
5. Setelah itu sampel diukur dengan spektrofotometer dengan panjang gelombang 543 nm untuk yang sampel.
6. Selanjutnya diperlukan kufet. Tuangkan masing-masing larutan standar kedalam kufet sebanyak $\frac{3}{4}$ dari kufet. Selanjutnya akan diukur dengan spektrofotometer. Langkah pertama colokan kabel pada stopkontak lalu nyalakan tombol on pada spektrofotometer sampai bunyi kemudian tunggu sampai 10 menit untuk menstabilkan setelah itu atur panjang gelombang dengan 543 nm kemudian enter.

7. Kemudian terdapat lubang untuk blanko, untuk blanko di isi dengan aquades kemudian masukan blanko pada blanko. Standar untuk nomor 2 dan setelah semuanya terisis kemudian tutup. Lalu tekan blankonya.
8. Didapat hasil untuk blanko 0.000, lanjut didapat 0. 129, 0.215, 0.306 dan 0.388. setelah itu keluarkan.
9. Lalu lanjut untuk standar 0.5 ppm di dapat 0.472 ukur sampelnya 0.313 setelah itu bilas kufet dengan aquades setelah selesai lakukan perhitungan.

DAFTAR PUSTAKA

- Effendi, H. 2003. *Telaah Kualitas Air bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Cetakan Kelima. Yogyakarta: Kanisius
- Ginting, Perdana. 2007. *Sistem Pengelolaan Lingkungan dan Limbah Industri*. Cetakan pertama. Bandung.
- Wattayakorn, G. 1988. *Nutrient Cycling in Estuarine. Thailand: Paper presented in the Project on Research and its Application to Management of the Mangrove of Asia and Pasific*, Ranong.
- Wetzel, R.G. 1975. *Limnology*. Philadelphia: W.B. Saunders Company.