

BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan yang digunakan untuk analisis nitrit dengan metode spektrofotometri UV-Vis

3.1.1 Alat- alat yang digunakan

- 1) Spektrofotometer sinar tampak *shimadzu* UV-1800 dengan kuvet silika;
- 2) Labu ukur 10 mL;
- 3) Pipet volumetrik 1 mL; 2 mL; 5 mL; 10 mL; 50 mL;
- 4) Pipet ukur 5 mL;
- 5) Gelas piala 200 mL;
- 6) Erlenmeyer 250 mL; dan
- 7) Neraca analitik.

3.1.2 Bahan yang digunakan

- 1) Akuabides
- 2) *Glass wool*
- 3) Kertas saring bebas nitrit berukuran pori 0,45 μm
- 4) Larutan sulfanilamida, $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$
- 5) Larutan NED dihidroklorida, N-(1-naftil)-etilen diamin dihidroklorid
- 6) Larutan induk nitrit, 250 mg/L $\text{NO}_2\text{-N}$
- 7) Larutan induk nitrat 100 mg/L
- 8) Asam klorida 1 N
- 9) Sampel air sungai Ringin, Kalisat, dan Galeh.

3.2 Analisis nitrit

3.2.1 Pembuatan reagen nitrit

1. Pembuatan larutan sulfanilamide

- 1) Sebanyak 0,5 gram sulfanilamida, dilarutkan ke dalam campuran 30 mL air suling dan 5 mL HCl pekat.
- 2) Larutan diencerkan dengan air suling hingga volume 50 mL, dikocok dan dihomogenkan.

2. Pembuatan larutan NED

- 1) Sebanyak 50 mg NED dihidroklorida diencerkan dengan air suling hingga 50 mL, dikocok dan dihomogenkan.
- 2) Larutan disimpan dalam botol gelap dalam lemari tertutup.

3. Pembuatan larutan induk nitrit

- 1) Sebanyak 0,1232 gram NaNO_2 dilarutkan ke dalam air suling bebas nitrit.
- 2) Larutan ditepatkan dengan air suling hingga volume 100 mL, dikocok dan dihomogenkan.

4. Pembuatan larutan intermedia nitrit, 50 mg/L $\text{NO}_2\text{-N}$

- 1) Sebanyak 5 mL larutan induk nitrit (250 mg/L) dimasukkan ke dalam labu takar 25 mL kemudian diencerkan dengan akuades sampai garis tanda.
- 2) Larutan intermedia ini dibuat baru setiap kali digunakan.

5. Pembuatan larutan baku nitrit, 0,50 mg/L $\text{NO}_2\text{-N}$

- 1) Sebanyak 1 mL larutan intermedia diencerkan dengan air suling sampai volume 100 mL.
- 2) Larutan dipersiapkan setiap hari atau setiap akan digunakan.

6. Pembuatan larutan standar nitrit, $\text{NO}_2\text{-N}$

- 1) Sebanyak 0,0 mL; 0,2 mL; 0,4 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL dan 4 mL larutan baku nitrit (0,5 mg/L) masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL.
- 2) Larutan ditambahkan air suling sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh kadar nitrit, $\text{NO}_2\text{-N}$ 0,00 mg/L; 0,01 mg/L; 0,02 mg/L; 0,05 mg/L; 0,10 mg/L; 0,15 mg/L dan 0,20 mg/L.

3.2.2 Pembuatan kurva kalibrasi

- 1) Alat spektrofotometer dioptimalkan sesuai petunjuk penggunaan alat.
- 2) Ke dalam masing-masing 10 mL larutan standar ditambahkan 0,2 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan dibiarkan 8 menit.
- 3) Larutan ditambahkan 0,2 mL larutan NED dihidroklorid, dikocok dan dibiarkan selama 10 menit dan segera lakukan pengukuran absorbansi (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam).

- 4) Masing-masing larutan dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm.
- 5) Dibuat kurva kalibrasinya.

3.2.3 Penentuan kandungan nitrit dalam sampel

- 1) Pipet 10 mL contoh uji, dimasukkan ke dalam gelas piala 200 mL.
- 2) Contoh uji ditambahkan 0,2 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan dibiarkan 8 menit.
- 3) Campuran larutan tersebut ditambahkan 0,2 mL larutan NED dihidroklorid, dikocok, dibiarkan selama 10 menit dan segera dilakukan pengukuran (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam).
- 4) Absorbansinya dibaca pada panjang gelombang 543 nm.

3.3 Pembuatan reagen nitrat

3.3.1 Pembuatan larutan induk nitrat

- 1) Sebanyak 0,0722 g KNO_3 dan dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL kemudian dilarutkan dengan 10 ml akuades
- 2) Larutan diencerkan sampai garis tanda dengan akuades.

3.3.2 Persiapan pembuatan kurva kalibrasi

- 1) Sebanyak 2,5 mL larutan blanko dan larutan baku nitrat 2; 4; 6; 8 dan 10 mg/L larutan induk nitrat dan dimasukkan masing-masing ke dalam labu takar 10 mL.
- 2) Ke dalam larutan tersebut masing-masing ditambahkan 0,5 mL larutan asam klorida 1 N.

3.3.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi

- 1) Alat spektrofotometer dioptimalkan sesuai petunjuk penggunaan alat.
- 2) Panjang gelombang diatur pada 220 nm dan diatur alat sehingga menunjukkan angka nol menggunakan larutan blanko.
- 3) Absorbansinya diukur dan dibaca.
- 4) Langkah 1 sampai 3 diulangi untuk panjang gelombang 275 nm.
- 5) Absorbansi nitrat dihitung dengan cara mengurangkan absorbansi yang terbaca pada panjang gelombang 220 nm dengan absorbansi yang terbaca pada panjang gelombang 275 nm.

- 6) Dibuat kurva kalibrasinya.

3.3.4 Penentuan kandungan nitrat pada sampel

- 1) Sebanyak 5 mL contoh uji dimasukkan ke dalam gelas piala.
- 2) Ke dalam contoh uji tersebut ditambahkan 0,1 mL larutan asam klorida 1 N dan diaduk sampai rata.
- 3) Absorbansinya dibaca pada panjang gelombang 220 nm dan 275 nm.