

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Persiapan Sampel

Air yang akan dianalisis pada PKL ini adalah air sungai. Air sungai merupakan air permukaan. Air permukaan adalah air yang berada di permukaan tanah dan dapat dengan mudah dilihat oleh mata kita. Pengambilan sampel dilakukan sesuai dengan SNI 6989 57:2008 tentang Metode Pengambilan Contoh Air Permukaan.

Pengambilan sampel air dari ketiga sungai dilakukan pada hari Rabu 15 Februari 2012. Sampel air sungai diambil di Kabupaten Temanggung antara lain adalah Sungai Ringin, Sungai Kalisat, dan Sungai Galeh. Sungai Ringin berlokasi di Dusun Lamuk, Desa Legoksari, Tlogomulyo, Temanggung dan koordinat pengambilan sampel S 07°21'20,1" E 10°07'26,3" dan dilakukan pada pukul 10.00 WIB. Sungai Kalisat berlokasi di Jalan Raya Kedu KM 2, Bulu, Temanggung (di depan Rumah Sakit PKU Muhammadiyah Temanggung) dan koordinat pengambilan sampel S 07°16'46,5" E 110°07'07,8" pengambilan sampel dilakukan pada pukul 11.00 WIB. Sungai Galeh berlokasi di Desa Batusari, Kledung, Temanggung dan koordinat pengambilan sampel S 07°20'25,9" E 110°02'08,2" pengambilan sampel dilakukan pada pukul 12.00 WIB.

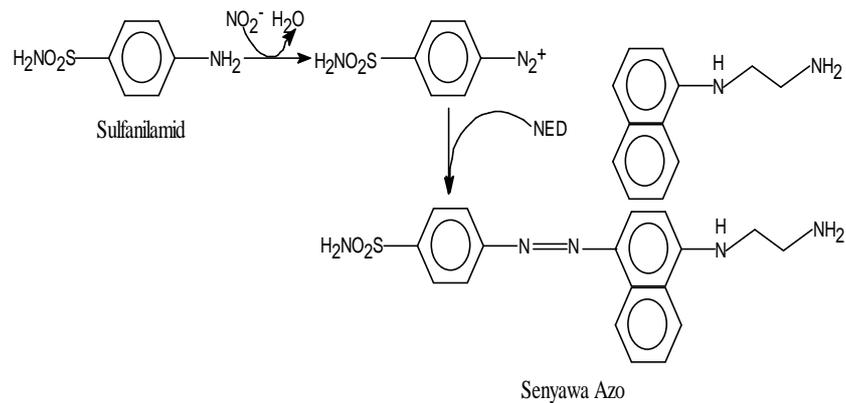
Sebelum sampel dianalisis di laboratorium, terlebih dahulu dilakukan pengukuran parameter lapangan antara lain pH, *Total Dissolve Solid* (TDS), Suhu, dan *Dissolve Oxygen* (DO). *Total Dissolve Solid* merupakan total padatan terlarut dalam air yang tidak tersaring dengan ukuran pori 0,45 µm, dinyatakan dalam mg per unit volume air (mg/L). Sedangkan *Dissolve Oxygen* atau oksigen terlarut dalam air sangat penting untuk kelangsungan kehidupan ikan dan organisme air lainnya yaitu untuk proses respirasi. Hasil pengukuran parameter lapangan adalah sebagai berikut :

Tabel 1. Hasil pengukuran parameter lapangan sampel air sungai

Sampel	TDS	Suhu	pH	DO
Sungai Ringin	68 mg/L	21,7 ⁰ C	7,62	2,9 mg/L
Sungai Kalisat	119 mg/L	27,1 ⁰ C	7,85	6,9 mg/L
Sungai Galeh	82 mg/L	27,7 ⁰ C	7,55	4,6 mg/L

Ketiga sungai tersebut digunakan untuk pembudidayaan ikan air tawar dan untuk mengairi pertanian, sehingga digolongkan ke dalam kelas ketiga sesuai dengan PP No 82 tahun 2001. Hasil pengukuran parameter lapangan untuk TDS memenuhi baku mutu yaitu maksimal sebesar 400 mg/L. Untuk temperatur baku mutunya adalah deviasi 3 yang berarti berbeda $\pm 3^{\circ}$ C dari suhu keadaan alamiah. Untuk Sungai Kalisat dan Sungai Galeh memiliki suhu alam sekitar 29,4⁰ C berarti suhu air ini masih berada 3⁰ C di bawah suhu alami, dengan demikian suhu ini memenuhi persyaratan, sedangkan untuk Sungai Ringin suhu alamiahnya 28⁰ C berarti suhu air ini tidak memenuhi baku mutu. Untuk pH juga memenuhi baku mutu karena baku mutu pH untuk kelas tiga yaitu 6-9. Untuk nilai DO hanya Sungai Ringin yang memenuhi baku mutu karena nilai baku mutu DO yang dianjurkan yaitu minimal 3 mg/L.

Air sungai yang akan dianalisis dimasukkan dalam botol plastik dan disimpan pada pendingin 4⁰C dengan waktu penyimpanan tidak lebih dari 48 jam. Nitrit ditentukan secara kolorimetri dengan alat spektrofotometer. Nitrit bereaksi dengan sulfanilamid dan kemudian bereaksi kembali dengan N-1(1-naftil)-etilendiamin dihidroklorida (NED dihidroklorida), maka akan terbentuk larutan yang berwarna ungu kemerah-merahan. Larutan tersebut dapat menyerap sinar dengan panjang gelombang maksimal 543 nm. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Gambar 3. Reaksi yang terjadi dalam analisis nitrit

Senyawa azo merupakan senyawa organik dengan rumus umum $ArN=NAr^1$ atau $RN=NR^1$, dimana Ar dan Ar^1 adalah gugus aromatik, sedangkan R dan R^1 adalah gugus alkil. Umumnya senyawa azo berwarna karena disebabkan adanya sistem kromofor gugus azo $-N=N-$ dan karena itu banyak digunakan sebagai zat warna (Fessenden dan Fessenden, 1984).

Reaksi yang terjadi dalam analisis nitrit yaitu reaksi diazotasi dan reaksi kopling. Reaksi diazotasi adalah reaksi antara amina aromatik primer dengan asam nitrit dalam suasana asam membentuk garam diazonium. Garam diazonium yang diperoleh dari reaksi diazotasi kemudian bereaksi dengan senyawa aromatik lain yang disebut dengan reaksi kopling. Reaksi kopling adalah reaksi organik antara senyawa diazonium dan senyawa aromatik lain yang menghasilkan senyawa azo.

4.2 Analisis nitrit

4.2.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar

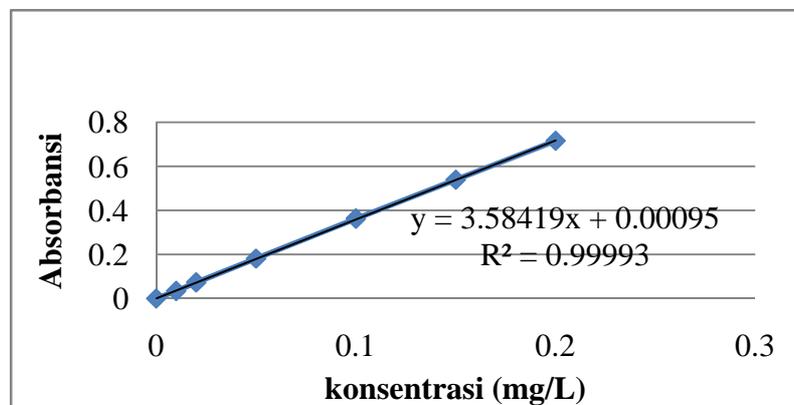
Pembuatan kurva kalibrasi sangat penting dalam analisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Kurva kalibrasi digunakan sebagai pembanding dalam penentuan kadar nitrit. Kalibrasi alat spektrofotometer UV-Vis dilakukan dengan menggunakan larutan standar nitrit dengan berbagai konsentrasi dan absorbansi dari masing-masing larutan standar tersebut diukur dengan spektrofotometer UV-Vis. Langkah selanjutnya adalah membuat kurva antara konsentrasi versus absorbansi.

Hasil analisis dengan spektrofotometer UV-Vis untuk masing-masing larutan standar diperoleh data absorbansi sebagai berikut :

Tabel 2. Data konsentrasi dan absorbansi larutan standar nitrit

konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0,00	0,000
0,01	0,034
0,02	0,073
0,05	0,181
0,10	0,363
0,15	0,539
0,20	0,716

Data dari tabel 2 tersebut dapat dibuat kurva standar konsentrasi versus absorbansi, sehingga dapat diketahui persamaan garis liniernya untuk menentukan kadar sampel.



Gambar 4. Kurva kalibrasi standar nitrit

Berdasarkan kurva kalibrasi standar nitrit diperoleh nilai r (linearitas) sebesar 0,99996 dengan persamaan regresi linier $y = 3,58419x + 0,00095$, dengan Y adalah nilai absorbansi dan x adalah nilai konsentrasi dari sampel. Persamaan regresi linier diperoleh dari nilai slope 3,58419 dan intersep 0,00095, sehingga konsentrasi nitrit dalam sampel dapat dicari menggunakan persamaan regresi.

4.2.2 Analisis nitrit dalam sampel

Analisis kandungan nitrit di air Sungai Ringin, air Sungai Kalisat dan air Sungai Galeh di Kota Temanggung dilakukan di Balai Pengujian dan Laboratorium Lingkungan Hidup (BPL2H) Provinsi Jawa Tengah.

Data yang diperoleh dari hasil analisis sampel menggunakan spektrofotometer UV-Vis adalah sebagai berikut :

Tabel 3 . Data absorbansi dan konsentrasi air sungai berdasarkan hasil percobaan

Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
<i>Spike</i>	0,704	0,196
Sungai Ringin	0,631	0,176
Sungai Kalisat	0,091	0,025
Sungai Galeh	0,032	0,009

Kadar yang diperoleh sama dengan nilai konsentrasi sampel karena tidak dilakukan pengenceran sampel. Pengukuran absorbansi sampel dilakukan dengan analisis duplo, hal ini dilakukan untuk kontrol ketelitian.

Jaminan mutu pengujian sampel dilakukan dengan membuat *spike matrix*. Persiapan *spike matrix* sama dengan persiapan sampel, hanya saja persiapan *spike* ditambah dengan 0,2 mL larutan baku NO₂-N 1 mg/L sebelum penambahan larutan sulfanilamid dan NED dihidroklorid. Sampel yang digunakan untuk membuat *spike* sebanyak 8 mL. Konsentrasi *spike* yang diperoleh dari percobaan yaitu sebesar 0,196 mg/L.

Untuk kontrol gangguan matrik maka dilakukan analisis *spike matriks*. Hasil *spike matriks* digunakan untuk menentukan nilai *recovery*. Nilai *recovery* yang mendekati 100 % menunjukkan bahwa metode tersebut memiliki ketepatan yang baik dalam menunjukkan tingkat kesesuaian dari pengukuran yang sebanding dengan nilai sebenarnya. Hasil Persen temu balik (% *Recovery*) yang diperoleh dengan rumus $\% Recovery = \frac{(E-F)(100\%)}{G}$ adalah sebesar 100 % hasil ini memenuhi kisaran persen temu balik kriteria sertifikat *Certified Reference Material* (CRM) yaitu 90 % sampai 110 %.

Berdasarkan hasil pengamatan yang telah dilakukan, dapat dilihat bahwa terdapat air sungai yang melebihi batas standar yang telah ditetapkan oleh PP No 82 tahun 2001 mengenai Pengolahan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air yakni sebesar 0,06 mg/L yaitu untuk air permukaan. Kadar nitrit dalam air sungai yang memenuhi standar yaitu air Sungai Kalisat sebesar 0,025 mg/L dan air Sungai Galeh sebesar 0,009 mg/L sedangkan air sungai yang tidak memenuhi standar yang telah ditetapkan dalam PP No 82 tahun 2001 yaitu Sungai Ringin sebesar 0,176 mg/L. Hal ini disebabkan kondisi sungai Ringin terdapat banyak sampah, sehingga kadar nitrit dalam air sungai tinggi. Limbah rumah tangga yang berupa sisa makanan dan kotoran menyebabkan pembusukan sisa tanaman dan hewan sehingga menyebabkan tingginya kadar amonia yang akan dioksidasi oleh bakteri menjadi nitrit.

4.3 Analisa Nitrat

4.2.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar

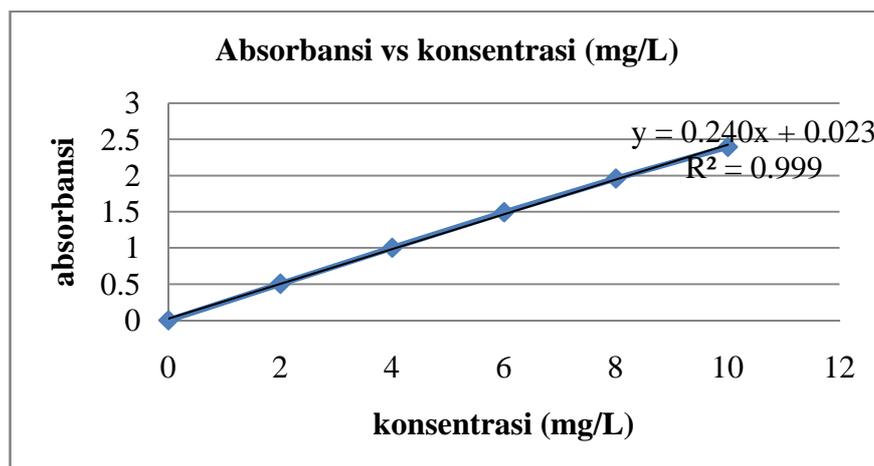
Pembuatan kurva kalibrasi sangat penting dalam analisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Kurva kalibrasi digunakan sebagai pembanding dalam penentuan kadar nitrat. Kalibrasi alat Spektrofotometer UV-Vis dilakukan dengan menggunakan larutan standar nitrat dengan berbagai konsentrasi dan absorbansi dari masing-masing larutan standar tersebut diukur dengan Spektrofotometer UV-Vis. Masing-masing konsentrasi diukur menggunakan dua panjang gelombang yaitu 220 nm dan 275 nm, hal ini dikarenakan dalam nitrat terdapat pengotor sehingga perlu dilakukan pengukuran dengan panjang gelombang yang berbeda untuk mendapatkan hasil absorbansi untuk nitrat murni tanpa pengotor. Langkah selanjutnya adalah membuat grafik antara konsentrasi *versus* absorbansi.

Hasil analisis dengan spektrofotometer UV-Vis untuk masing-masing larutan standar diperoleh data absorbansi, sebagai berikut :

Tabel 4. Data konsentrasi dan absorbansi larutan standar

konsentrasi (mg/L)	220 nm	275 nm	Absorbansi
0	0	0	0
2	0,505	0	0,505
4	1,002	0	1,002
6	1,497	0,005	1,492
8	1,960	0,001	1,959
10	2,397	0,002	2,395

Data dari tabel tersebut dapat dibuat kurva standar konsentrasi versus absorbansi, sehingga dapat diketahui persamaan garis liniernya untuk menentukan kadar sampel.



Gambar 5. Kurva kalibrasi standar nitrat

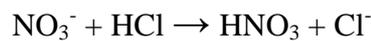
Berdasarkan kurva kalibrasi standar nitrat diperoleh nilai r (linearitas) sebesar 0,999 dengan persamaan regresi linier $y = 0,240x + 0,023$, dengan y adalah nilai absorbansi dan x adalah nilai konsentrasi dari kadar sampel. Persamaan regresi linier diperoleh dari nilai slope 0,240 dan intersep 0,023, sehingga konsentrasi nitrat dalam sampel dapat dicari menggunakan persamaan regresi.

4.3.2 Analisis nitrat dalam sampel

Penentuan kandungan nitrat menggunakan alat spektrofotometer. Penelitian ini dilakukan untuk analisis nitrat dalam air sungai menggunakan alat

spektrofotometer UV-Vis. Penentuan nitrat dengan alat ini pada prinsipnya adalah penambahan sejumlah larutan asam klorida dalam cairan yang mengandung ion nitrat.

Reaksi antara nitrat dengan asam klorida adalah:



(Vogel, 1985)

Data yang diperoleh dari hasil analisis sampel menggunakan spektrofotometer UV-Vis adalah sebagai berikut :

Tabel 5 . Data absorbansi dan konsentrasi air sungai berdasarkan hasil percobaan

Sampel	220 nm	275 nm	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
<i>Spike</i>	1,670	0,097	1,573	6,458
Sungai Ringin	1,702	0,086	1,616	6,637
Sungai Kalisat	0,334	0,090	0,244	0,921
Sungai Galeh	0,579	0,002	0,577	2,308

Jaminan mutu pengujian sampel dilakukan dengan membuat *spike matrix*. Persiapan *spike matrix* sama dengan persiapan sampel, hanya saja persiapan *spike* ditambah dengan 0,4 mL larutan baku NO₃-N 100 mg/L sebelum penambahan larutan asam klorida. Contoh uji yang digunakan untuk membuat *spike* sebanyak 8 mL. Konsentrasi *spike* yang diperoleh dari percobaan yaitu sebesar 6,458 mg/L.

Untuk kontrol gangguan matrik maka dilakukan analisis *spike matriks*. Hasil *spike matriks* digunakan untuk menentukan nilai *recovery*. Nilai *recovery* yang mendekati 100 % menunjukkan bahwa metode tersebut memiliki ketepatan yang baik dalam menunjukkan tingkat kesesuaian dari pengukuran yang sebanding dengan nilai sebenarnya. Hasil Persen temu balik (% *Recovery*) yang diperoleh dengan rumus $\% \text{ Recovery} = \frac{(E-F)(100\%)}{G}$ adalah sebesar 103,75 % hasil ini memenuhi kisaran persen temu balik kriteria sertifikat *Certified Reference Material* (CRM) yaitu 90 % sampai 110 %.

Berdasarkan hasil pengamatan yang telah dilakukan, dapat dilihat bahwa kandungan nitrat ketiga air sungai tersebut memenuhi baku mutu PP No 82 tahun 2001 mengenai Pengolahan Kualitas Air dan Pencemaran Air yaitu maksimal sebesar 20 mg/L. Kadar nitrat yang diperoleh untuk sungai Ringin, Kalisat, dan Galeh berturut-turut adalah sebesar 6,637 mg/L ; 0,921 mg/L: 2,308 mg/L.

Sebenarnya nitrat tidak terlalu toksik. Namun, konsumsi dalam jumlah yang berlebihan dan konsentrasi tinggi dapat menyebabkan keracunan, karena nitrat akan direduksi menjadi nitrit yang 10 kali lebih toksik dari nitrat. Selanjutnya, ion nitrit diserap dalam darah, dan bila terjadi kontak dengan eritrosit, nitrit akan mengoksidasi Fe^{2+} dalam haemoglobin (Hb) menjadi Fe^{3+} membentuk methaemoglobin (MetHb). Kandungan MetHb dalam darah 30–40% dapat menimbulkan gejala klinis, dan bila kandungannya mencapai 80–90% akan menyebabkan kematian pada ternak (Clarke dan Clarke 1976; Osweiler *et al.* 1976).

Hasil yang diperoleh dari penelitian yang dilakukan oleh BPL2H digunakan untuk menentukan dan memantau kualitas air di daerah tersebut setiap tahunnya.