BAB IV
METODE PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain pipet ukur pyrex 1 mL, pipet ukur pyrex 5 mL, pipet ukur pyrex 10 mL, labu ukur herma 50 mL, labu ukur herma 100 mL, labu ukur 1000 mL, gelas ukur pyrex 100 mL, gelas beker pyrex dan herma 100 mL, gelas ukur pyrex 250 mL, pipet tetes, pro pipet, corong gelas, spatula, cawan porselin, kaca arloji, pengaduk kaca, voltameter, botol vial 100 mL, magnetik stirrer, DC *power supply* Zhaoxin PS-3005D, Spektrofotometer UV-VIS Hitachi UH5300, Scanning Electron Microscope-Electron Dispersive Spectrometer (SEM-EDS) JSM-6360 dan Fourier Transform Infrared (FTIR) Perkin Elmer Spectrum 10.5.1.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain sampel air kolam tambak udang, serbuk kalium nitrat (KNO_3) Merck, larutan standar nitrat, elektroda aluminium (Al), akuades, akuabides, kertas saring dan plastik wrap.

4.2 Sampel dan Teknik Pengambilan

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini yaitu air tambak udang. Pengambilan sampel air tambak udang dilakukan di Pantai Kuwaru, Bantul pada hari Kamis 15 November 2018. Pengambilan dilakukan dengan cara pengambilan di lima titik yang berbeda, kemudian sampel dihomogenkan yang ditempatkan ke dalam derigen yang telah dibilas terlebih dahulu. Sampel yang diambil sebanyak 10 L.

4.3 Cara Kerja

4.3.1 Penentuan karakteristik dan kandungan unsur pada elektroda aluminium

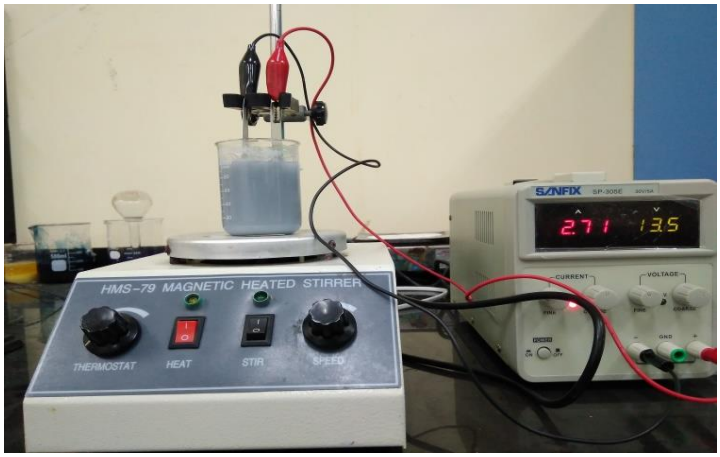
Elektroda mengandung lebih dari satu logam, sehingga harus dianalisis terlebih dahulu kadar logam utamanya menggunakan *Scanning Electron Microscope-Electron Dispersive Spectrometer* (SEM-EDS). Dipotong plat elektroda aluminium dengan ukuran 2 x 8 cm. Dicuci plat aluminium dengan menggunakan akuabides hingga bersih dan dikeringkan dengan tisu. Kemudian plat aluminium dianalisis menggunakan SEM-EDS.

4.3.2 Preparasi Elektroda Aluminium

Elektroda yang digunakan yaitu elektroda aluminium, dipotong dengan ukuran 2 cm x 8 cm. Sebelum digunakan elektroda di rendam terlebih dahulu dan dibilas dengan aquabides, dikeringkan dengan tisu dan kemudian elektroda siap digunakan untuk elektrolisis.

4.3.3 Proses Elektrolisis

Elektrolisis air kolam ikan dilakukan dengan kapasitas 100 mL yang ditampung dalam gelas beker 100 mL. Proses elektrolisis dilakukan dengan bantuan pengaduk menggunakan magnetik stirer dengan rangkaian alat sebagai berikut:



Gambar 4.1 Rangkaian Sel Elektrolisis

1. Pengaruh tegangan terhadap penurunan konsentrasi nitrat

Limbah air tambak udang sebanyak 100 mL dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL. Kemudian plat elektroda anoda-katoda aluminium dipasang ke dalam rangkaian alat elektrolisis yang telah diberi jarak 2 cm dan kedalaman 3 cm. Dinyalakan DC *power supply* dan dialirkan tegangan dengan variasi 3, 5, 7, 9 dan 11 V dan diaduk dengan menggunakan magnetik stirer selama 30 menit. Setelah diaduk dengan magnetik stirer kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring. Diambil larutan hasil elektrolisis dan dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan ditentukan tegangan optimum untuk menurunkan konsentrasi nitrat pada air tambak udang.

2. Pengaruh waktu terhadap penurunan konsentrasi nitrat

Limbah air tambak udang sebanyak 100 mL dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL. Kemudian plat elektroda anoda-katoda aluminium dipasang ke dalam rangkaian alat elektrolisis yang telah diberi jarak 2 cm dan kedalaman 3 cm. Dinyalakan DC *power supply* dan dialirkan tegangan optimum 9 V dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60 dan 75 menit dan diaduk dengan menggunakan magnetik stirer. Setelah diaduk dengan magnetik stirer kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring. Diambil larutan hasil elektrolisis dan dianlisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan ditentukan waktu optimum untuk menurunkan konsentrasi nitrat pada air tambak udang.

3. Pengaruh waktu pendiaman terhadap penurunan konsentrasi nitrat

Limbah air tambak udang sebanyak 100 mL dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL. Kemudian plat elektroda anoda-katoda aluminium dipasang ke dalam rangkaian alat elektrolisis yang telah diberi jarak 2 cm dan kedalaman 3 cm. Dinyalakan DC *power supply* dan dialirkan tegangan dan waktu optimum yaitu 9 V dan 60 menit kemudian diaduk dengan menggunakan magnetik stirer. Setelah diaduk dengan magnetik stirer didiamkan pada variasi 1, 2, 3, 4 dan 5 jam kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring. Diambil larutan hasil elektrolisis dan dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan ditentukan waktu pendiaman optimum untuk menurunkan konsentrasi nitrat pada air tambak udang.

4.3.4 Analisis Nitrat Secara Spektroskopi Menurut SNI 01-3554-2006

4.3.3.1 Pereaksi

Pereaksi dibuat dengan menggunakan air bebas nitrat, yaitu air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan. Kemudian larutan intermediet, dibuat dengan dipanaskan serbuk kalium nitrat, KNO_3 di oven pada suhu 105 ˚C selama 24 jam. Larutkan 0,7218 g dalam air suling bebas nitrat (aquabides) dan diencerkan hingga 1000 mL. 1 mL = 100 µg NO_3-N. Pembuatan larutan baku nitrat, diencerkan 100 mL larutan baku nitrat menjadi 1000 mL dengan aquabides. 1 mL = 10 µg NO_3-N.

4.3.3.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan standar kalibrasi nitrat dibuat dengan kepekatan 1 ; 2 ; 3 ; 4 dan 5 mg NO_3-N dengan cara di pipet masing-masing 5 ; 10 ; 15 ; 20 dan 25 mL larutan baku nitrat ke dalam labu ukur 50 mL. Kemudian diencerkan volumenya hingga tanda tera dengan aquabides. Setelah itu dipipet larutan contoh sebanyak 50 mL. Diukur larutan standar dan contoh dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 220 nm dan 275 nm.

4.3.3.3 Perhitungan

Dikurangi pembacaan absorben standar dan contoh dari panjang gelombang 220 nm dengan panjang gelombang 275 nm. Dibuat kurva kalibrasi konsentrasi dan adsorben standar hasil pengurangan. Dihitung konsentrasi contoh dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis linier. Dari hasil pengurangan pada panjang gelombang 220 nm dan 275 nm.