

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2011 sampai Maret 2012 di laboratorium Kimia Analitik dan laboratorium Kimia Anorganik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Pengambilan sampel dilakukan di jalan Soekarno Hatta Bandar Lampung dan analisa sampel dilakukan di laboratorium Biomasa Terpadu Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Adapun alat – alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: satu set alat sampling udara (*impinger, flow meter, pompa dan selang*), elektroda kerja Au (ETO76), elektroda bantu Pt (ETO78), elektroda acuan Ag/AgCl (ETO72), Potensiostat Edaq (EA161), neraca analitik dan peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium.

Sedangkan bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu NaOH (J.T. Baker) 0,1 M, HNO₃ pekat, larutan standar NaNO₂ (MERCK), larutan Natrium Perklorat (MERCK) 0,1 M dalam asetonitril (J.T.Baker), larutan elektrolit pendukung H₂SO₄ (J.T.Baker) 0,3 M dan akuades.

C. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Larutan

a. Larutan HNO₃ 1 M

Sebanyak 7,14 mL HNO₃ pekat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

b. Larutan NaOH 0,1 M

Sebanyak 0,4 g NaOH dimasukan ke dalam labu ukur 100 mL yang berisi akuades 30 mL, setelah larut kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas (Esaifan dan Hourani,2009).

c. Larutan Induk NaNO₂ 0,5 M

Sebanyak 6,9 gram NaNO₂ dimasukan ke dalam labu ukur 200 mL, kemudian ditambahkan akuades sampai batas dan dihomogenkan.Larutan induk kemudian diencerkan menggunakan persamaan 3 (Chang, 2003).

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2 \quad (3)$$

Keterangan :

M₁ : konsentrasi larutan induk NaNO₂ mula-mula

V₁ : volume larutan induk NaNO₂ mula-mula

M₂ : konsentrasi larrutan NaNO₂ yang dikehendaki

V₂ : volume larutan NaNO₂ yang dikehendaki

d. Larutan Natrium Perklorat 0,1 M dalam asetonitril

Sebanyak 1,26 gram natrium perklorat yang telah dipanaskan pada temperatur 110 °C selama 12 jam, didinginkan dalam desikator kemudian dilarutkan dalam 100 mL asetonitril.

e. Larutan elektrolit pendukung H_2SO_4 0,3 M

Sebanyak 1,66 mL H_2SO_4 pekat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang berisi akuades 20 mL. Kemudian diencerkan sampai tanda batas.

2. Membuat Kurva Kalibrasi Standar

Larutan Induk NaNO_2 0,5 M diencerkan untuk membuat larutan standar dengan konsentrasi 0 – 0,3 M. Masing – masing larutan standar diambil 20 mL kemudian ditambahkan 20 mL NaOH 0,1 M. Kurva kalibrasi dibagi menjadi 2 yaitu konsentrasi rendah 0 – 5 mM yang ditambahkan larutan elektrolit bantu NaClO_4 dalam asetonitril dan konsentrasi tinggi 0 – 0,3 M yang ditambahkan larutan elektrolit bantu H_2SO_4 0,3 M. Kemudian larutan standar dialirkan gas Nitrogen untuk menghilangkan oksigen terlarut. Diukur arus puncak semua larutan standar dengan voltametri siklik dan dibuat kurva kalibrasinya.

3. Metode Pengambilan Sampel

a. Persiapan Pengambilan Sampel

Sebelum melakukan pengambilan sampel, semua wadah dicuci dengan sabun dan dibilas merata dengan air sampai busanya habis, kemudian dicuci dengan HNO_3 1 M untuk menghilangkan kontaminasi logam yang menempel dalam wadah sampel. Proses pengeringan dan penyimpanan dilakukan dalam keadaan tertutup sampai digunakan (Sulistiani, 2009).

b. Kalibrasi laju Alir Pompa *Impinger*

Larutan NaOH 10 mL dimasukkan ke dalam tabung impinger. Kemudian alat impinger dirangkai lalu pompa impinger dinyalakan. Diukur laju alir penangkapan udara dengan cara terlebih dahulu mengatur tekanan udara pada pompa sebesar 10 KPa. Kemudian diukur kecepatan udara dengan mengukur waktu yang diperlukan untuk menaikkan gelembung sabun pada *flow meter* dari skala 0 – 20 mL. Lakukan pengulangan hingga didapat waktu yang konstan. Dihitung laju alir penangkapan udara menggunakan persamaan (4) dalam satuan liter per menit.

$$\text{Laju alir penangkapan udara} = \frac{V_c}{t} \quad (4)$$

Keterangan:

Volume = volume (dalam liter) yang diukur pada flow meter

t = waktu (dalam menit) yang diperlukan untuk menaikkan gelembung udara pada volume tertentu.

c. Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel dilakukan di tepi jalan Soekarno Hatta Bandar Lampung. Penentuan titik sampel dilakukan secara *grab Sampling*, proses pengambilan sampel dilakukan pada titik-titik yang telah ditentukan secara acak. Sampel udara diambil pada 3 titik. Gas NO₂ diambil dengan menggunakan alat *impinger*. Larutan NaOH 0,1 M 20 mL dimasukkan ke dalam *impinger* (Esaifan and Hourani, 2009). Kemudian semua selang dihubungkan lalu pompa dihidupkan dan dicatat aliran udaranya (kecepatannya 0,1 L/ menit). Pompa dijalankan selama 60 menit (sekali – kali aliran udaranya dicek). Gas NO₂ yang terabsorpsi dalam larutan NaOH 0,1 M dipindahkan ke dalam botol sampel. Dibiarkan selama 15 – 30 menit. Kemudian sampel dijaga dari paparan sinar UV dan didinginkan sampai proses

selanjutnya. Pada saat pengambilan sampel udara dilakukan pengukuran temperatur dan kelembaban udara untuk mengetahui pengaruh meteorologis serta dilakukan pengamatan tentang jumlah kendaraan sebagai sumber emisi (Imamkhasani,2007).

4. Penentuan Konsentrasi NO₂ pada udara dengan voltameter siklik

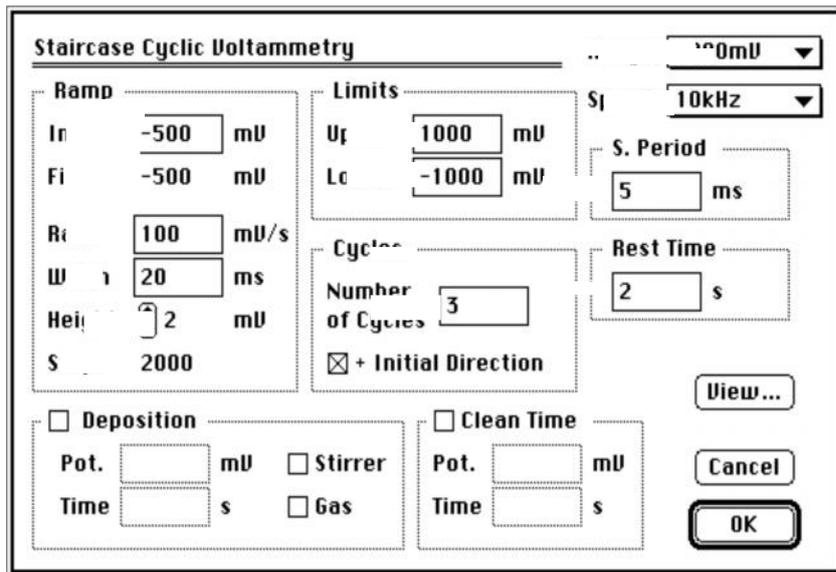
Dalam proses penentuan konsentrasi NO₂ perlu adanya kalibrasi antara arus puncak anoda dengan konsentrasi NO₂⁻. Pengukuran sampel dilakukan dengan menggunakan potensiostat dengan metode voltametri siklik. Gas NO₂ yang masuk ke dalam tabung *impinger* berisi NaOH 0,1 M terkonversi menjadi ion nitrit yang ditunjukkan pada persamaan berikut:



(Esaifan dan Hourani,2009).

Sampel diukur dengan potensiostat menggunakan 3 elektroda yaitu elektroda kerja (Au), elektroda bantu (Pt) dan elektroda acuan (Ag/AgCl). Jendela potensial 0,0 V – 1,4 V, potensial awal 0,0 V, potensial akhir 1,4 V dan dE/dt yaitu 100 mv/s. Untuk mencegah O₂ terlarut maka dialirkan gas nitrogen ke larutan yang akan dianalisis.

1. Pilih voltametri siklik dari menu Teknik. *Staircase* Siklik voltametri dialog akan muncul pada Gambar 6. Setiap parameter diubah dengan memasukkan nilai baru yang sesuai dalam kotak, memilih item menu baru, atau mengklik panah kontrol. Perubahan berlaku ketika tombol OK diklik. Klik Batal tombol untuk keluar tanpa menyimpan.



Gambar 6. Staircase Cyclic Voltametry

2. Dimasukan nilai *initial potensial*, *final potensial*, *rate*, *steps*, *periode*, *rest time* dan *cyclic*.
3. Jika parameter yang ditetapkan *OK* maka jendela Bentuk gelombang akan muncul dengan representasi dari gelombang potensial.

Dari grafik kurva standar terdapat korelasi antara konsentrasi (x) dengan arus puncak (y).

Dengan menggunakan persamaan regresi linier seperti pada persamaan (5), maka konsentrasi dari sampel dapat diketahui:

$$y = a + bx \quad (5)$$

Keterangan :

y : Arus puncak sampel

b : *Slope*

x : Konsentrasi sampel

a : *Intersep*

Setelah konsentrasi pengukuran diketahui, maka konsentrasi sebenarnya dari NO₂ pada udara dapat ditentukan dengan persamaan (6) berikut ini:

$$\text{NO}_2 \text{ pada udara} = \text{efisiensi} \times C \times V_1 / V \quad (6)$$

Keterangan :

NO₂ pada udara = konsentrasi NO₂ pada udara (dalam µg/m³)

Efisiensi = efisiensi sampling

C = konsentrasi NO₂ dalam larutan absorben (µg NO₂⁻ /mL)

V₁ = volume larutan absorben (mL)

V = volume udara (m³)

5. Validasi Metode

Penelitian mengenai konsentrasi NO₂ pada udara ambien di Bandar Lampung menggunakan 2 validasi metode yaitu limit deteksi dan presisi.

a. Limit Deteksi

Pada penelitian ini batas deteksi ditentukan dengan mengukur respon standar.

$$L_D = \frac{3 \times S_b}{b}$$

Keterangan :

L_D : Limit deteksi

S_b : Simpangan baku

b : Slope

b. Presisi (ketelitian)

Penentuan presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel dengan 3 kali pengulangan. Lalu nilai simpangan baku (SD) dan koefisien variasi (KV) dapat ditentukan. Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan koefisien variasi (KV) <5 %.

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

Keterangan :

- S_b : Simpangan baku
- y : Arus hasil analisis
- n : Jumlah pengulangan analisis
- \bar{y} : Arus rata-rata hasil analisis

$$KV = \frac{S}{\bar{y}} \times 100\%$$

Keterangan :

- KV : Koefisien variasi
- \bar{y} : Arus rata-rata hasil analisis
- S_b : Simpangan baku