

III. METODELOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Maret – Juli 2015 di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

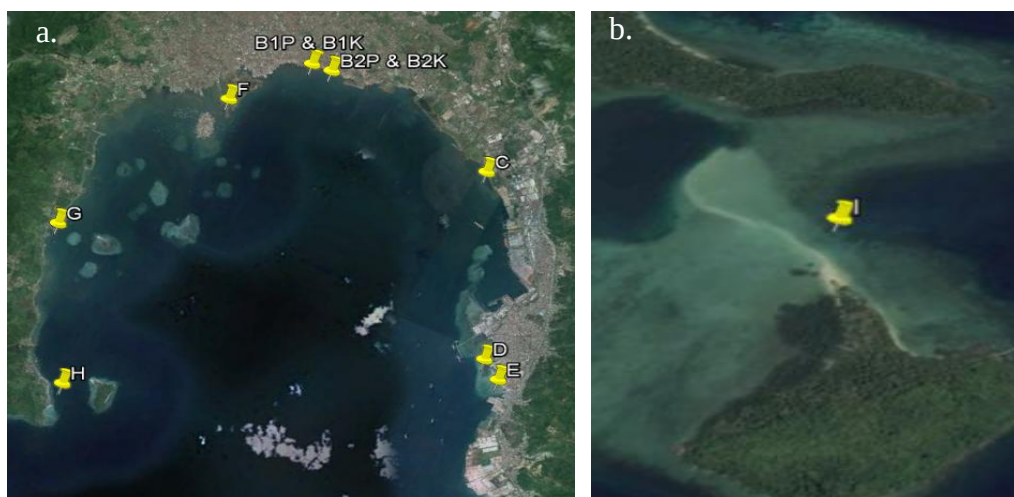
B. Alat dan Bahan

Adapun alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, spektrofotometer UV-Vis (Thermo Scientific, tipe Genesys 10V), neraca analitik, penangas air, spektrofotometer sinar tampak dengan kuvet silica; labu ukur 50 mL; 250 mL; 500 mL dan 1000 mL, pipet volumetrik 1 mL; 2 mL; 5 mL; 10 mL dan 50 mL, pipet ukur 5 mL, gelas piala 200 mL dan 400 mL, erlenmeyer 250 mL, dan peralatan gelas lainnya. Bahan-bahan yang digunakan adalah: Air suling bebas nitrit, *glass wool*, kertas saring bebas nitrit berukuran pori 0,45 μm , larutan sulfanilamida ($\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$), larutan NED Dihidroklorida, larutan induk nitrit 250 mg/L $\text{NO}_2\text{-N}$, Asam sulfat, kertas pH, larutan buffer (pH 4, 7 dan 10), air suling, akuabides, KNO_3 pa dan, brucin sulfat.

C. Sampling

1. Penentuan Lokasi Sampling

Penentuan lokasi dilakukan pada 8 titik di sekitar teluk Lampung, di antaranya didaerah tempat pelelangan ikan (TPI Ujung Bom Teluk Betung Selatan dan Lempasing), pelabuhan (pertamina), pemukiman penduduk, muara sungai (muara sungai Way Lunik dan muara sungai way kuripan), serta daerah wisata yang jauh dari industri (sekitaran pulau pahawang). Gambar lokasi pengambilan sampel dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Lokasi sampling (a) tempat pelelangan ikan, pelabuhan, pemukiman, serta muara sungai, (b) tempat wisata

2. Persiapan Sampling

Persiapan *sampling* dilakukan dengan menyiapkan beberapa alat dan bahan yang di persiapkan untuk pengukuran kualitas air secara *in situ* dan pengambilan sampel air.

3. Pengambilan Contoh Air

Pengambilan contoh air dilakukan dengan menggunakan alat yang bernama Vandorn.



Gambar 3. Vandorn

4. Pengamatan Lapangan

Pengamatan lapangan dilakukan dengan mengamati keadaan di sekitar lokasi titik pengambilan contoh air di antaranya keadaan cuaca, kedalaman, warna, bau, dan kecepatan alir.

5. Temperatur

Contoh air di ambil sebanyak 50 ml dimasukkan dalam wadah gelas, kemudian termometer elektronik di masukkan dalam contoh air dan mencatat hasil yang terbaca pada alat.

6. *Dissolve Oxygen (DO)*

Contoh air di ambil sebanyak 50 ml dimasukkan dalam wadah gelas, kemudian DO Meter Portable di masukkan dalam contoh air dan mencatat hasil yang terbaca pada alat.

7. pH (Keasaman)

Contoh air di ambil sebanyak 50 ml dimasukkan dalam wadah gelas, kemudian pH Meter *portable* di masukkan dalam contoh air dan mencatat hasil yang terbaca pada alat.

D. Persiapan Bahan

1. Contoh Uji

Air suling disaring dengan kertas saring bebas nitrit yang berukuran pori 0,45 μm , tampung hasil saringan. Larutan ini digunakan sebagai blanko penyaringan.

Saring contoh uji dengan kertas saring bebas nitrit yang berukuran pori 0,45 μm .

Masukkan contoh uji ke dalam botol gelas berwarna gelap bebas dari kontaminasi nitrit.

2. Larutan Sulfanilamida, $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$.

Dilarutkan 5 gram sulfanilamida dalam campuran 300 mL air suling dan 50 mL HCl pekat, kemudian diencerkan dengan air suling sampai 500 mL.

3. Larutan NED Dihidroklorida.

Dilarutkan 500 mg N-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride (NED Dihidroklorida) dalam 500 mL air suling. Lalu disimpan dalam botol gelap dalam *refrigerator*. Ganti setiap bulan atau bila berwarna coklat.

E. Penentuan Kadar Nitrit

1. Larutan Induk Nitrit, 250 mg/L $\text{NO}_2\text{-N}$.

dilarutkan 1,232 gram NaNO_2 dalam air suling bebas nitrit dan tepatkan sampai 1000 mL, kemudian diawetkan dengan 1 mL CHCl_3 .

2. Pembuatan Larutan Intermedia Nitrit, 50 mg/L $\text{NO}_2\text{-N}$

Pembuat larutan intermediet nitrit dilakukan dengan mengencerkan larutan induk nitrit sebanyak 50 ml kedalam 200 ml aquades

3. Pembuatan Larutan Baku Nitrit, 0,50 mg/L $\text{NO}_2\text{-N}$

Diencerkan 10 mL larutan intermedia dengan air suling sampai volume 1000 mL, persiapkan setiap hari atau setiap akan digunakan.

4. Pembuatan Larutan Kerja Nitrit, $\text{NO}_2\text{-N}$

Pipet 0,0 ml, 1,0 ml, 2,0 ml, 5,0 ml, 10,0 ml, 15,0 mL dan 20,0 ml larutan baku nitrit (0,5 mg/L) masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan air

suling sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh kadar nitrit, NO₂-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.

5. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi di buat dengan optimalkan spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat. Kemudian ke dalam masing-masing 50 mL larutan kerja tambahkan 1 mL larutan sulfanilamida, lalu kocok dan biarkan 2 menit sampai dengan 8 menit. Setelah itu ditambahkan 1 mL larutan NED dihidrochlorida, kocok dan biarkan selama 10 menit dan segera lakukan pengukuran absorbansi (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam). Baca masing-masing absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm dan kurva kalibrasi pun dapat dibuat.

6. Pengukuran Sampel

Pengukuran kadar nitrit pada sampel dilakukan dengan pipet 50 mL sampel, masukkan kedalam gelas piala 200 mL. Ditambahkan 1 mL larutan sulfanilamida, kocok dan biarkan 2 menit sampai dengan 8 menit. Tambahkan 1 mL larutan NED dihidrochlorida, kocok biarkan selama 10 menit dan segera lakukan pengukuran (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam). Dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm.

F. Penentuan kadar Nitrat

1. Pembuatan Air Bebas Nitrat

Disediakan air bebas Nitrat dan nitrit untuk di gunakan dalam preparasi semua reagen dan sebagai larutan standar.

2. Pembuatan NaCl 30%

Dilarutkan 30 gram NaCl dalam 100 ml air bebas nitrit dan nitrat (Aquades).

3. Pembuatan Larutan Brusin Sulfat

Dilarutkan 1 g Brusin sulfat $[(C_{22}H_{26}N_2O_4)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 7H_2O]$ dan 0,1 g asam sulfanilik ($NH_2C_6H_4SO_3H \cdot H_2O$) dalam 70 ml Aquades hangat, lalu tambahkan 3 ml HCl, dinginkan, di aduk dan di encerkan sampai volume 100 ml dengan aquades bebas nitrit dan nitrat, kemudian disimpan dalam botol gelap pada suhu $5^{\circ}C$.

4. Pembuatan Larutan Stok KNO_3 100 mg/L

Pembuatan larutan stok KNO_3 dilakukan dengan melarutkan 0,7218 g KNO_3 anhidrat hingga batas tera pada labu ukur 1 L serta ditambahkan 2 ml larutan kloroform untuk mengawetkan larutan.

5. Pembuatan Larutan Standar KNO_3 NO_3-N 1 mg/L

Pembuatan Larutan Standar KNO_3 NO_3-N 1 mg/L dilakukan dengan melarutkan 10 ml larutan stok KNO_3 dengan Aquades sampai volume 1 L

6. Pengujian Sampel

Pengujian kadar nitrat dilakukan dengan diambil 10 ml sampel air lalu di masukkan dalam labu Erlenmayer 50 ml, kemudian di tambahkan 10 ml larutan NaCl 30 % dan ditambahkan larutan Brusin Sulfat sebanyak 0,5 ml, diaduk hingga homogen, setelah itu ditambahkan asam sulfat pekat sebanyak 10 ml, diaduk dan dihomogenkan serta biarkan hingga dingin, kemudian diukur larutan dengan alat SpektrofotometerUV-Vis pada panjang gelombang 410 nm.