



SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA V  
"Kontribusi Kimia dan Pendidikan Kimia dalam  
Pembangunan Bangsa yang Berkarakter"  
Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS  
Surakarta, 6 April 2013



MAKALAH  
PENDAMPING

KIMIA ANALITIK  
(Kode : D-13)

ISBN : 979363167-8

## PENGEMBANGAN SISTEM DETEKSI ION NITRAT DALAM AIR MINUM DENGAN *SOLID PHASE SPECTROPHOTOMETRY (SPS)*

**Sulistyo Saputro<sup>1,\*</sup>, Lina Mahardiani<sup>1</sup>, M. Masykuri<sup>2</sup> dan Farah Aria  
Rendra<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Prodi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS, Surakarta, Indonesia

<sup>2</sup> Prodi Pendidikan Sains, PPs UNS, Surakarta, Indonesia

\* Keperluan korespondensi, tel/fax : 0271-7654949, email: [sulistyo68@yahoo.com](mailto:sulistyo68@yahoo.com)

### ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian mengenai pengembangan sistem deteksi ion pencemar dalam air minum khususnya ion  $\text{NO}_3^-$  menggunakan *Solid Phase Spectrophotometry (SPS)*. Penelitian dilakukan secara eksperimental laboratorium berbasis *Solid Phase Spectrophotometry (SPS)* sistem *batch method*, menggunakan spektrofotometer sinar tampak berkas tunggal (Model KMAC, Satoda Science, Jepang). Resin penukar anion sekaligus fase padat yang digunakan adalah Muromac 50W-X2  $\text{Cl}^-$  form (100-200 mesh) dengan volume 0,06 mL untuk setiap pengukuran. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ion nitrat dapat dideteksi menggunakan sistem SPS dengan  $\Delta A$  diperoleh dari selisih absorbansi pada panjang gelombang 410 nm dan 701 nm. Batas deteksi sistem ini 0,33  $\mu\text{g/L}$ , dengan RSD 1,37%. Sistem deteksi yang didesain pada penelitian ini dapat diaplikasikan untuk analisis ion nitrat dengan kandungan di bawah 1  $\mu\text{g/L}$  dalam air alam maupun air minum.

**Kata Kunci:** *Solid-phase Spectrophotometry*, ion  $\text{NO}_3^-$ , air alam

### PENDAHULUAN

Air merupakan kebutuhan utama dan tidak akan dapat dipisahkan dengan kehidupan. Namun tidak semua air dapat digunakan sebagai air minum, karena hanya tersedia sekitar 68% air tanah dan 4,9% diantaranya adalah air murni [1]. Pada sebagian wilayah, baik air tanah maupun air permukaan langsung dapat dikonsumsi sebagai air minum tanpa

pengolahan. Sementara di wilayah lain, perlu dilakukan pengolahan agar layak dikonsumsi sebagai air minum. Namun demikian, air yang digunakan untuk air minum harus dimonitor kelayakannya untuk mengetahui keberadaan dan konsentrasi kontaminan yang terkandung pada air tersebut. Deteksi kontaminan pada air yang siap untuk didistribusikan dan di konsumsi juga dimaksudkan untuk mengetahui efisiensi proses pengolahan air minum.

Beberapa metode analisis untuk ion nitrat dalam air telah dikemukakan, yakni Metode Reduksi Kolom Cadmium, Metode Test Kit, Elektrode selektif ion dan metode spektrofotometri UV [2]. *Solid-Phase Spectrophotometry* (SPS) didasarkan pada pengukuran spektrofotometri langsung dari fase padat yang diserap komponen sampel. Metode ini memungkinkan untuk menentukan komponen dalam skala *ultratrace* dalam sampel air alam dan lainnya tanpa pre-konsentrasi (pemekatan), karena peningkatan sensitivitas dapat dicapai secara mudah hanya dengan meningkatkan volume sampel [3 - 4]. Dibandingkan dengan metode lain, SPS dapat mendeteksi kontaminan di air dengan limit deteksi dalam skala *ultratrace*, sederhana dalam pengoperasiannya dan sangat sensitif. Hal ini terbukti dengan terdeteksinya kandungan Cr(VI) pada sumber air alam Tawangmangu dengan limit deteksi  $0,014 \mu\text{g dm}^{-3}$  [5].

Disamping Cr(VI), masih banyak kontaminan lain yang biasanya terdapat di dalam air dan berpengaruh pada kesehatan, seperti nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) yang dapat mengakibatkan *baby blues syndrom* jika melebihi  $25 \text{ mg/L}$  [6 - 7]. Nitrat merupakan nutrient anorganik utama yang menentukan produsen primer pada habitat perairan. Konsentrasi nitrat yang tinggi akan menyebabkan peningkatan produktivitas alga, mengingat alga membutuhkan ntrat untuk pertumbuhan. Namun tingginya konsentrasi nitrat akan berakibat pula ikan dan biota perairan akan mati, sehingga menurunkan produktivitas

system Adanya proses eutrofikasi merupakan salah satu factor yang dapat menambah jumlah ion nitrat dalam perairan, khususnya danau, sungai atau pantai [8]. Secara umum *World Health Organization (WHO)* menetapkan *Maximum Concentration Level (MCL)* untuk ion nitrat dalam air sebesar  $10 \text{ ppm}$  [9], namun pada air minum diperlukan kandungan nitrat yang lebih rendah.

Berdasarkan pentingnya uraian di atas maka di dalam penelitian ini akan dilakukan deteksi dan identifikasi ion pencemar yakni ion  $\text{NO}_3^-$  menggunakan metode *Solid-Phase Spectrophotometry* (SPS), sehingga berapapun konsentrasi ion pencemar dalam air dapat terdeteksi sehingga dapat dilakukan remediasi pada sumber air yang tercemar. Metode ini merupakan cara yang sangat strategis untuk memonitor kelayakan sumber air, mengingat semakin berkurangnya ketersediaan air.

## METODE PENELITIAN

### Bahan

Semua bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah berkualitas *analytical grade (p.a)*. Resin penukar anion yang digunakan adalah Muromac 50W-X2 *cation exchanger* ( $\text{Cl}^-$  form, berukuran 100-200 mesh) dari Muromachi, Tokyo, Jepang. Larutan standar  $\text{NO}_3^-$  (konsentrasi  $4 \mu\text{g/L}$ ,  $2 \mu\text{g/L}$ ,  $1 \mu\text{g/L}$ , dan  $0 \mu\text{g/L}$ ) disiapkan dengan pengenceran larutan stok. Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan Brucine dari Merck, Germany.

### Instrumen

Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini meliputi 1(satu) unit

spectrophotometer sinar tampak tipe KMAC Lab Junior (Satoda Science, Jepang), kuvet *black cell* dengan panjang berkas sinar 10 mm dan lebar 2 mm (M20-B-2, GL Sciences, Tokyo, Japan), pH meter (HM-14P TOA DKK), *filtering unit celullosa acetate* 20  $\mu\text{m}$  (Advantec), aliquotting device yang dirangkai menggunakan syringe, kapiler teflon dan silikon yang digunakan untuk pengambilan resin sebanyak 0,06 ml dan botol *polytetrafluoroethylene* (PTFE) untuk tempat sampel air alam.

#### Prosedur

##### 1. Studi pengaruh penggunaan jenis resin penukar anion

Resin penukar kation Muromac 50W-X2  $\text{Cl}^-$  form (100 - 200 mesh, Muromachi, Tokyo, Japan) akan dipelajari efektivitasnya untuk mengkonsentrasikan anion nitrat dalam sampel penelitian ini.

##### 2. Waktu pengadukan terhadap pembentukan kompleks anion

Pengaruh waktu pengadukan pada adsorpsi kompleks berwarna dari ion nitrat akan dipelajari. Banyaknya resin penukar ion yang digunakan hanya 0,06  $\text{cm}^3$ . Waktu pengadukan divariasikan pada 20, 30, 40, 50 dan 60 menit. Absorbansi dari spesies kompleks berwarna yang teradsorpsi dipelajari pada kisaran dalam kisaran suhu kamar 10 - 30  $^{\circ}\text{C}$ .

##### 3. Studi pengaruh diameter cuvette (*black cell*) terhadap intensitas sinar

Packing resin penukar ion pada cuvette (*black cell*) pada berkas sinar UV-tampak dengan diameter 1,5 mm dan 3,0 mm dipelajari. Semakin kecil diameter

celah cuvette yang berisi resin tersebut diharapkan akan semakin tinggi sensitivitas yang bisa diperoleh. Untuk pengukuran ion nitrat dalam air alam.

##### 4. Desain kalibrasi

Untuk pembuatan kurva kalibrasi, berbeda dengan spektrofotometri sistem larutan, maka perbedaan absorbansi ( $\Delta A$ ) antara absorbansi pada panjang gelombang serapan ion kompleks dengan panjang gelombang non serapan ion kompleks akan digunakan. Misalnya pada 410 nm dan 701 nm (berdasarkan hasil optimasi) praktis digunakan:  $\Delta A = A_{410\text{nm}} - A_{701\text{nm}}$  (untuk blanko). Kurva kalibrasi dirancang untuk sampel 25  $\text{cm}^3$  sampel air yang digunakan.

Pada langkah kerja ini yang pertama yaitu mengambil 5 mL masing-masing larutan standar yang akan dibuat kurva standar (larutan  $\text{NO}_3^-$  4  $\mu\text{g/L}$ , 2  $\mu\text{g/L}$ , 1  $\mu\text{g/L}$ , dan 0  $\mu\text{g/L}$ ) lalu ditambahkan 5 mL larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan dikocok. Kemudian ditambahkan larutan Brucine 0,5 mL dan dikocok, dipanaskan dalam penangas air pada suhu 100 $^{\circ}\text{C}$  selama 25 menit lalu dinginkan. Kemudian encerkan dengan akuades sampai volume 25 mL. Setelah itu ditambahkan 0,06 mL resin. Kemudian distirer selama 20 menit lalu dianalisis menggunakan spektrofotometer sinar tampak dengan panjang gelombang 410 nm dan 701 nm. Kemudian diambil selisih absorbansi dari kedua panjang gelombang tersebut yaitu  $\Delta A = A_{410\text{nm}} - A_{701\text{nm}}$ . Dimana  $\Delta A$  akan dibuat kurva standar  $\text{NO}_3^-$  ( $\Delta A$  vs konsentrasi).

#### 5. Reproducibilitas Pengukuran

Volume resin penukar ion diukur dengan perangkat *aliquotting* penukar ion. Perangkat ini didesain menggunakan sebuah selang kapiler berbahan polytetrafluoro ethylene (PTFE) (d: 1,0 mm dan p: 7 cm) yang pada ujung sisinya dipasang PP resin filter dan terhubung ke jarum suntik sekali pakai bervolume 10 cm<sup>3</sup>. Pada penelitian ini dipelajari reproduksibilitas pengukuran ion nitrat dengan sistem SPS.

#### 6. Penentuan kandungan Arsenik dan Nitrat di dalam sampel air alam

Pengukuran absorbansi dilakukan dengan spektrofotometer sinar tampak berkas tunggal (Model KMAC, Satoda Science, Jepang). Sebuah *cuvette black cell* dengan panjang berkas sinar 10 mm dan lebar 2 mm (M20-B-2, GL Sciences, Tokyo, Japan) digunakan. *Cuvette* tersebut bersisi hitam, panjang 10 mm.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 1. Studi pengaruh penggunaan jenis resin penukar anion

Pembacaan absorbansi pada analisis ion nitrat dalam air dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak tipe K-MAC Lab.Junior, Satoda Science, Japan. Resin penukar anion digunakan Muromac 50W-X2 Cl<sup>-</sup> form (100 - 200 mesh, Muromachi, Tokyo, Japan). Berdasarkan hasil penelitian terdahulu diperoleh bahwa penggunaan resin penukar ion jenis dekstran *cross-linked*, cukup sulit untuk mengukur absorpsi sinar karena tingginya absorbansi

*background* [4]. Sehingga digunakan resin penukar anion Muromac 50W-X2 (100 - 200 mesh) Cl<sup>-</sup> form, bukan resin penukar anion jenis lainnya.

#### 2. Waktu pengadukan terhadap pembentukan kompleks anion

Pengaruh waktu pengadukan pada adsorpsi kompleks berwarna dari ion nitrat telah dipelajari. Banyaknya resin penukar ion yang digunakan hanya 0,06 cm<sup>3</sup>. Untuk keperluan pengambilan resin dengan reproduksibilitas yang tinggi, digunakan *aliquoting device* yang dibuat dari kapiler berbahan PTFE, dengan diameter 1,0 mm dan panjang 7 cm. Resin penukar anion dikumpulkan ke dalam kapiler tersebut yang salah satu sisinya dihubungkan menggunakan suatu *disposal syringe* dengan kapasitas 25 mL dan diberi polipropilena agar resin tidak terikut masuk ke *disposal syringe*. Waktu pengadukan agar resin penukar anion dan anion target (ion nitrat) berinteraksi adalah 20 menit. Absorbansi dari spesies kompleks berwarna yang teradsorpsi dipelajari pada kisaran dalam kisaran suhu kamar 30 °C.

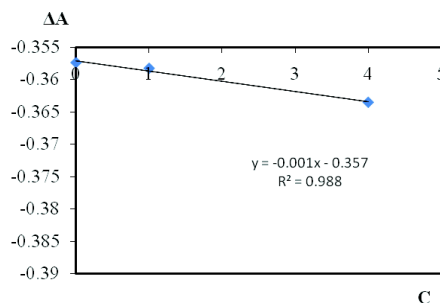
#### 3. Studi pengaruh diameter cuvette (black cell) terhadap intensitas sinar

*Packing* resin penukar ion pada cuvette alir (black flow cell) pada berkas sinar tampak dengan diameter 2,0 mm telah dipelajari. Semakin kecil diameter celah cuvette yang berisi resin tersebut diharapkan akan semakin tinggi sensitivitas yang dapat diperoleh untuk pengukuran ion nitrat dalam sampel air alam.

#### 4. Desain kalibrasi

Berbeda dengan spektrofotometri sistem larutan, maka perbedaan absorbansi ( $\Delta A$ ) antara absorbansi pada panjang gelombang serapan ion kompleks dengan panjang gelombang bukan serapan ion kompleks akan digunakan. Pada pengukuran absorbansi ion nitrat digunakan panjang gelombang 410 nm dan 701 nm. Besarnya harga selisih absorbansi atau  $\Delta A$  adalah  $\Delta A = A_{410 \text{ nm}} - A_{701 \text{ nm}}$ . Kurva kalibrasi dirancang untuk sampel  $20 \text{ cm}^3$  sampel air yang digunakan.

Kurva kalibrasi yang diperoleh untuk analisis ion nitrat memiliki linieritas yang baik, dengan harga  $R^2 = 0,988$  seperti terlihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva kalibrasi sistem *solid-phase spectrophotometry* untuk ion nitrat.

#### 5. Reproducibilitas Pengukuran

Volume resin penukar ion diukur dengan perangkat aliquotting penukar ion. Hasil pengukuran terhadap 5 (lima) blanko untuk analisis ion nitrat ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Data Penentuan Batas Deteksi Ion Nitrat

Blanko ke-	$\Delta A$	Konsentrasi ion $\text{NO}_3^-/\mu\text{g/L}$
1	-0.3584	-8.0653
2	-0.3415	-7.8164
3	-0.3574	-8.0504
4	-0.3457	-7.8783
5	-0.3536	-7.9945
Batas deteksi (n=5; $3\sigma$ )		0.32

Berdasarkan tabel tersebut diperoleh bahwa batas deteksi ion nitrat dengan metode SPS adalah  $0,32 \mu\text{g/L}$  (RSD 1,37%). Hal ini menunjukkan bahwa reproducibilitas pengukuran dengan sistem SPS yang dikembangkan sangat baik (dengan *relative standard deviation* lebih kecil dari 5%).

#### 6. Penentuan kandungan ion nitrat di dalam sampel air alam

Air alam yang memiliki kandungan ion nitrat yang sangat rendah, yakni di bawah  $1 \mu\text{g/L}$  dapat dianalisis menggunakan sistem deteksi-monitoring yang telah dikembangkan, mengingat harga batas deteksi ion nitrat yang baik, yakni  $0,32 \mu\text{g/L}$  (RSD 1,37%).

Pengukuran absorbansi dilakukan dengan spektrofotometer sinar tampak berkas tunggal (Model KMAC, Satoda Science, Jepang) menggunakan kuvet *black cell* dengan panjang berkas sinar 10 mm dan lebar 2 mm (M20-B-2, GL Sciences, Tokyo, Japan).

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat dikemukakan beberapa kesimpulan sebagai berikut: 1). Telah berhasil dikembangkan suatu sistem deteksi-monitoring ion pencemar air minum, khususnya ion nitrat dengan metode *solid-phase spectrophotometry* (SPS), 2). Sistem deteksi absorbansi ion pencemar untuk ion nitrat dengan SPS dilakukan pada panjang gelombang maksimum 410 nm dan panjang gelombang *non absorbance* 701 nm. Resin penukar anion yang digunakan adalah Muromac 50W-X2 (100 - 200 mesh) Cl<sup>-</sup> form sebanyak 0,06 mL. Batas deteksi untuk ion nitrat 0,32 µg/L, RSD 1,37%. 3). Aplikasi sistem deteksi-monitoring untuk ion pencemar air minum khususnya ion nitrat dengan kadar dibawah 1 µg/L untuk skala laboratorium sangat dimungkinkan, dengan volume sampel yang digunakan adalah 25 mL dan waktu analisis yang cukup singkat yakni 20 menit.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Rektor UNS dan Ketua LPPM UNS atas dukungan dana. Disamping juga Ketua Sub Lab Kimia Laboratorium Pusat MIPA dan Ketua Laboratorium Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS atas fasilitasi untuk pelaksanaan penelitian ini.

## DAFTAR RUJUKAN

- [1] Bachmat, Y. *Groundwater as part of the water system. In Ground Water Contamination and Control*, ed. U. Zoller. Marcel Dekker, Inc, NY (1994).
- [2] Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 18-th Edition, American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation, Method 4500-E, ISBN 0-87553-207.
- [3] Yoshimura, K., Waki, H., Ohashi, S., 1976. Ion exchanger colorimetry-I: Microdetermination of chromium, iron, copper and cobalt in water. *Talanta* 23, 449-454.
- [4] Yoshimura, K., Waki, H., 1985. Ion exchanger phase absorptiometry for trace analysis. *Talanta* 32, 345-352.
- [5] Saputro, S., Yoshimura, K., Takehara, K., Matsuoka, S., Narsito, 2009. Improved solid-phase spectrometry for the microdetermination of Cr(VI) in natural water. *Anal. Sci.* 25, 1445-1450.
- [6] Wang, Y., Sakamoto, Y., dan Kamiya, Y., 2009, Remediation of Actual Groundwater Polluted with Nitrate by The Catalytic Reduction over Copper-Palladium Supported on Active Carbon, *Applied Catalysis A: General*, 361, 123-129.
- [7] Mahardiani, L., Sakamoto, Y., dan Kamiya, Y., 2010, Remediation of Groundwater Polluted with nitrate using ion-exchange resin and heterogenous Pd-Sn Bimetallic Catalyst, *Proceeding – 3th International Conference for Young Chemist*, Penang, Malaysia.
- [8] [http://www.epa.gov/OGWDW/contaminants/dw\\_contamfs/nitrates.html](http://www.epa.gov/OGWDW/contaminants/dw_contamfs/nitrates.html)

[9] World Health Organization, 2006, *Guidelines for Drinking Water Quality*, WHO Press, Switzerland, ISBN 92 4 154696 4.

**TANYA JAWAB**

**Nama Penanya : Viona**

**Nama Pemakalah : Sulistyio Saputro**

**Pertanyaan :**

1. Apa yang dimaksud dengan fase padat dalam SPS?
2. Bagaimana LED dalam penggunaannya? Berapa  $\lambda$  nya?

**Jawaban :**

1. Fase padat dalam SPS dalam gel bead atau resin yang digunakan untuk mengkonsentrasikan sampel ion logam target.
2. LED dapat dipilih sesuai dengan spektrum ion target yang akan dianalisis. Pemilihan LED terutama berdasarkan intensitasnya.

**Nama Penanya : Mugianton**

**Pertanyaan :** Bagaimana cara mendapatkan kuvet dengan ukuran yang lubangnya 1 mm dan 0.5 mm?

**Jawaban :** Kita dapat memperoleh kuvet untuk sistem SPS secara konvensional atau dengan memodifikasi kuvet jades dan dibentuk lubang diameter 1 mm atau 0.5 mm dengan black paint.