



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
  - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
  - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

**UJI BANDING METODE ANALISIS GAS  $\text{NO}_x$  DENGAN  
MENGUNAKAN METODE PHENOL DISULFONIC ACID DAN  
METODE SALTZMAAN SETELAH MELEWATI KOLOM REDUKTOR  
KADMIUM**

**SKRIPSI**



**RADHIA PUTRI  
06 132 037**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG 2011**

**UJI BANDING METODA ANALISIS GAS NO<sub>x</sub> DENGAN MENGGUNAKAN  
METODA PHENOL DISULFONIC ACID DAN METODA SALTZMAAN  
SETELAH MELEWATI KOLOM REDUKTOR KADMIUM**



**Skripsi ini diajukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sain pada Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Andalas**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG  
2011**

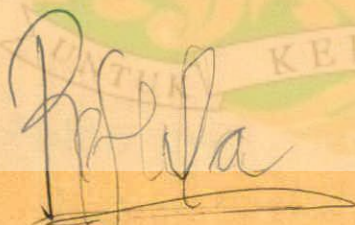
## LEMBARAN PENGESAHAN

Uji Banding Metoda Analisis Gas NO<sub>x</sub> dengan Menggunakan Metoda *Phenol Disulfonic Acid* dan Metoda *Saltzman* setelah Melewati Kolom Reduktor Kadmium, skripsi oleh Radhia Putri (NBP. 06132037) sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (Strata 1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas, yang telah diuji dan dipertahankan pada tanggal 01 Februari 2011.

Disetujui oleh:

Pembimbing I

(Universitas Andalas)




Dr. Refilda

NIP. 195907131987022001

Pembimbing II

(Puslit Kimia LIPI)



Drs. Ardeniswan, MT

NIP. 195504061985011001

## KATAPENGANTAR



Alhamdulillah, puji syukur bagi Allah SWT atas rahmat dan karuniaNya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **Uji Banding Metoda Analisis Gas NOx dengan Menggunakan Metoda *Phenol Disulfonic Acid* dan Metoda *Saltzman* setelah Melewati Kolom Reduktor Kadmium**. Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat untuk mengikuti ujian sarjana di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Andalas Padang.

Untuk dapat menyelesaikan laporan tugas akhir ini, tentunya tidak lepas dari segala hambatan dan rintangan, namun berkat bantuan moril maupun materil dari berbagai pihak, akhirnya tugas akhir ini dapat diselesaikan dengan baik. Untuk itu tidak berlebihan kiranya jika dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

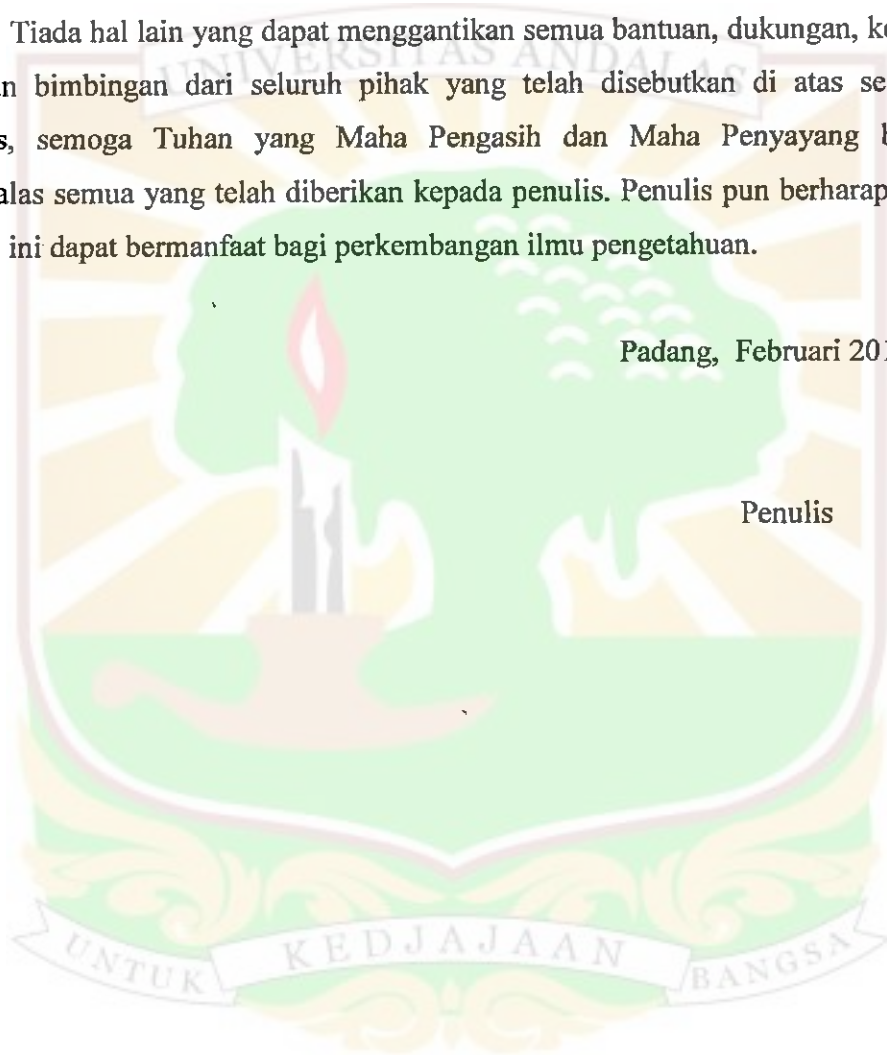
1. Kedua orang tua penulis yang memberikan motivasi dan dukungan moril.
2. Bapak Prof. Dr. Emriadi selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang.
3. Bapak Dr. Adlis Santoni selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Andalas Padang.
4. Ibu Dr. Refilda selaku dosen pembimbing I yang telah dengan sabar dan pengertian membimbing serta memberikan masukan kepada penulis sehingga selesainya tugas akhir ini.
5. Bapak Drs. Ardeniswan, MT selaku pembimbing II yang telah memberikan arahan dan bimbingan selama melakukan penelitian di laboratorium Kimia Lingkungan LIPI Bandung.
6. Bapak Prof. Dr. Abdi Dharma selaku dosen pembimbing akademik yang telah memberikan pengarahan dan nasehat selama penulis menjalani perkuliahan di jurusan kimia FMIPA UNAND.

6. Bapak Prof. Dr. Abdi Dharma selaku dosen pembimbing akademik yang telah memberikan pengarahan dan nasehat selama penulis menjalani perkuliahan di jurusan kimia FMIPA UNAND.
7. Semua pihak dan teman-teman yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, yang telah membantu sehingga selesainya pengerjaan skripsi ini.

Tiada hal lain yang dapat menggantikan semua bantuan, dukungan, kerjasama maupun bimbingan dari seluruh pihak yang telah disebutkan di atas selain doa penulis, semoga Tuhan yang Maha Pengasih dan Maha Penyayang berkenan membalas semua yang telah diberikan kepada penulis. Penulis pun berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Padang, Februari 2011

Penulis



**UJI BANDING METODA ANALISIS GAS NO<sub>x</sub> DENGAN MENGGUNAKAN  
METODA PHENOL DISULFONIC ACID DAN METODA SALTZMAAN  
SETELAH MELEWATI KOLOM REDUKTOR KADMIUM**

Radhia Putri (06132037), Dr. Refilda\*, Drs. Ardeniswan, MT\*\*  
\*Pembimbing I, \*\*Pembimbing II

Penelitian mengenai uji banding metoda analisis gas NO<sub>x</sub> telah dilakukan. Penelitian ini menerapkan metoda analisa *Phenol Disulfonic Acid* (PDA) yang merupakan metoda standar dan metoda *Saltzmaan* (Reduksi Kadmium) metoda tentatif. Metoda ini digunakan untuk menganalisis gas NO<sub>x</sub> dari dalam stack (cerobong) atau tabung gas yang berupa NO dan NO<sub>2</sub>. Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh kondisi optimum atau kestabilan kompleks dari kedua metoda. Pada metoda PDA pH optimum 7.5 – 8.0, waktu reaksi optimum 1 hari, dan penambahan volume PDA 2 mL. Hasil penentuan konsentrasi gas NO<sub>x</sub> dan % *Recovery* dari CRM (*Certified Reference Material*) gas NO<sub>x</sub> dari metoda PDA yaitu 37,007 ppm dan 102,79%. Pada metoda Saltzmaan diperoleh kondisi optimum pada waktu kestabilan absorbansi 30 menit, laju alir terhadap daya reduksi kolom 2 mL/menit, efisiensi kolom reduktor rendah, yaitu 43% dari 15 labu takar 50 mL larutan ion nitrat 0,3 ppm. Hasil konsentrasi gas NO<sub>x</sub> dan % *Recovery* dari CRM gas NO<sub>x</sub> dari metoda *Saltzmaan* yaitu 32.3738 ppm dan 89,93%. Hasil perhitungan uji banding analisa gas CRM NO<sub>x</sub> dengan Metode *Phenol Disulfonic Acid* dan *Saltzmaan* (Uji Statistik dari Gas CRM NO<sub>x</sub> dengan uji T) menunjukkan kedua metoda memiliki perbedaan yang cukup signifikan. Untuk mengukur konsentrasi gas NO<sub>x</sub> (sampel) yang terdapat pada tabung digunakan suatu alat untuk menganalisis gas (gas analyzer) yaitu *Bacharach CA 40H*, dimana konsentrasi gas NO<sub>x</sub> yang ditunjukkannya 37 ppm.

Kata kunci : Gas NO<sub>x</sub>, Metoda *Phenol Disulfonic Acid*, Metoda *Saltzmaan* (Kolom Reduktor Kadmium)

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
<b>HALAMAN JUDUL</b>	
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	i
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	ii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>DAFTAR ISI</b> .....	v
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	ix
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	x
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xi
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan Penelitian .....	3
1.3 Manfaat Penelitian.....	3
1.4 Perumusan masalah .....	3
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Nitrogen Oksida (NO <sub>x</sub> ).....	4
2.1.1 Nitrogen Monoksida .....	6
2.1.2 Nitrogen Dioksida .....	7
2.1.3 Sumber dan Distribusi Oksida Nitrogen.....	8
2.1.4 Pengaruh Pencemaran Oksida Nitrogen.....	9
2.2 Metoda <i>Phenol Disulfonic Acids</i> (PDA) .....	9
2.3 Metoda Satlzmaan (Kolom Reduktor Kadmium).....	11
2.4 Spektrofotometri.....	12
<b>III. METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	15
3.2 Alat dan bahan .....	15

3.2.1	Alat .....	15
3.2.2	Bahan .....	15
3.3	Prosedur Kerja .....	16
3.3.1	Proses Penyamplingan Gas NO <sub>x</sub> .....	16
3.3.2	Metoda Phenol Disulfonic Acids (PDA).....	16
3.3.2.1	Pembuatan Larutan PDA .....	16
3.3.2.2	Pembuatan Larutan Induk Nitrat .....	16
3.3.2.3	Pembuatan Larutan Standar Nitrat.....	17
3.3.2.4	Penentuan Kestabilan Kompleks Metoda PDA.....	17
3.3.2.4.1	Pengaruh pH terhadap Kestabilan Kompleks NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> dengan PDA.....	17
3.3.2.4.2	Pengaruh Waktu Penyimpanan NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> dalam Larutan Penangkap terhadap Pembentukan Warna Kompleks yang Dihasilkan.....	17
3.3.2.4.3	Pengaruh volume PDA terhadap kestabilan kompleks NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> dengan PDA.....	18
3.3.2.5	Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	19
3.3.2.6	Pengujian Sampel dengan Metoda PDA .....	19
3.3.3	Metoda Reduksi Kadmium .....	20
3.3.3.1	Pembuatan Reagen.....	20
3.3.3.2	Persiapan Kolom Reduksi .....	20
3.3.3.3	Penentuan Pengaruh Kestabilan Kompleks Metoda Reduksi Kadmium.....	21
3.3.3.3.1	Pengaruh Waktu terhadap Kestabilan Kompleks NO <sub>2</sub> dengan Pewarna Griess ..	21
3.3.3.3.2	Penentuan Pengaruh Laju Alir Larutan NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> terhadap Kestabilan Kompleks .....	21
3.3.3.3.3	Penentuan Pengaruh Jumlah Pemakaian terhadap Efisiensi Kolom Reduktor	





<i>Phenol Disulfonic Acid dan Saltzman</i> (Uji Statistik dari Gas CRM NO <sub>x</sub> ).....	33
4.4 Hasil Pengukuran Gas NO <sub>x</sub> dengan Alat Bacharach.....	33

**V. KESIMPULAN DAN SARAN**

5.1 Kesimpulan.....	34
5.2 Saran.....	34

**DAFTAR PUSTAKA**

**LAMPIRAN**



## DAFTAR TABEL

		<b>Halaman</b>
<b>Tabel 1.</b>	Gas pencemar udara.....	5
<b>Tabel 2.</b>	Sifat Nitrogen Dioksida.....	7
<b>Tabel 3.</b>	Spektrum tampak dan warna-warni komplementer.....	13
<b>Tabel 4.</b>	Konsentrasi Gas NO <sub>x</sub> dari Sampel pada Penyamplingan.....	27
<b>Tabel 5.</b>	Penentuan Konsentrasi Gas dan % <i>Recovery</i> dari CRM gas NO <sub>x</sub> .....	32
<b>Tabel 6.</b>	Data Pengaruh pH terhadap Kestabilan Kompleks.....	42
<b>Tabel 7.</b>	Penentuan Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Kestabilan Kompleks.....	42
<b>Tabel 8.</b>	Pengaruh Penambahan Volume PDA terhadap Kestabilan Kompleks.....	43
<b>Tabel 9.</b>	Data Kisaran Konsentrasi Kerja.....	43
<b>Tabel 10.</b>	Nilai Absorbansi untuk Penentuan Konsentrasi Gas NO <sub>x</sub> dan % <i>Recovery</i> dari CRM ( <i>Certified reference Material</i> ) Gas NO <sub>x</sub> .....	44
<b>Tabel 11.</b>	Pengaruh Waktu terhadap Kestabilan Kompleks NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> dengan Larutan Gries pada Metoda Reduksi Kadmium.....	45
<b>Tabel 12.</b>	Pengaruh Laju Alir larutan NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> terhadap Daya Reduksi Kolom.....	45
<b>Tabel 13.</b>	Pengaruh Jumlah Pemakaian terhadap Efisiensi Kolom Reduktor kadmium.....	46
<b>Tabel 14.</b>	Data Kurva Kalibrasi NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> .....	46
<b>Tabel 15.</b>	Linearitas pengukuran konsentrasi larutan standar ion Nitrat.....	47
<b>Tabel 16.</b>	Konsentrasi NO <sub>x</sub> yang Diperoleh dengan Metoda <i>Phenol Disulfonic Acid</i> dan Metoda Saltzman.....	48
<b>Tabel 17.</b>	Konsentrasi Gas CRM NO <sub>x</sub> dengan Metode <i>Phenol Disulfonic Acid</i> .....	51
<b>Tabel 18.</b>	Konsentrasi Gas CRM NO <sub>x</sub> dengan Metode Reduksi kadmium.....	52
<b>Tabel 19.</b>	Hasil Penentuan Konsentrasi Gas CRM NO <sub>x</sub> dengan Metode <i>Phenol Disulfonic Acid</i> .....	53
<b>Tabel 20.</b>	Hasil Penentuan Konsentrasi Gas CRM NO <sub>x</sub> dengan Metode Reduksi Kadmium.....	54

## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
<b>Gambar 1.</b> Kolom Reduktor Kadmium.....	12
<b>Gambar 2.</b> Pengaruh pH terhadap Kestabilan Komplek <i>Phenol Disulfonic Acid</i> dengan Konsentrasi $\text{NO}_3^-$ 2 ppm pH 8, penambahan 2.5 mL PDA, dan diamkan selama semalam.....	24
<b>Gambar 3.</b> Pengaruh Waktu Reaksi Perubahan Warna terhadap Kestabilan Kompleks Diukur pada Waktu 1, 2, 3, 4, 5, 24, dan 48 jam dengan Konsentrasi $\text{NO}_3^-$ 2 ppm pH 8, penambahan 2.5 mL PDA, dan diamkan selama semalam.....	25
<b>Gambar 4.</b> Pengaruh Penambahan Larutan PDA terhadap Kestabilan Kompleks dengan $\text{NO}_3^-$ 2 ppm pH 8, penambahan 2.5 mL PDA, dan diamkan selama semalam.....	26
<b>Gambar 5.</b> Pengaruh Waktu terhadap Kestabilan Kompleks $\text{NO}_2^-$ dengan Pereaksi Gries pada pH 7.5, kecepatan alir 2 mL/menit, dan pendiaman selama 30 menit.....	28
<b>Gambar 6.</b> Pengaruh Laju Alir Larutan $\text{NO}_3^-$ terhadap Daya pada Reduktor Kadmium pada pH 7.5, kecepatan alir 2 mL/menit, dan lama pendiaman 30 menit.....	29
<b>Gambar 7.</b> Pengaruh Jumlah Pemakaian terhadap Efisiensi Kolom Reduktor Kadmium pada pH 7.5, kecepatan alir 2 mL/menit, dan lama pendiaman 30 menit.....	30
<b>Gambar 8.</b> Kurva Kalibrasi (Kurva Kerja) ion Nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) Metoda Reduksi Kadmium.....	31
<b>Gambar 9.</b> Kurva Kalibrasi (Kurva Kerja) ion Nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) Metoda <i>Phenol Disulfonic Acid</i> .....	44
<b>Gambar 10.</b> Kurva Kalibrasi ion Nitrit ( $\text{NO}_2^-$ ).....	47

## DAFTAR LAMPIRAN

	<b>Halaman</b>
<b>Lampiran 1.</b> Skema Kerja Proses Penyamplangan Gas NOx.....	37
<b>Lampiran 2.</b> Skema Kerja Metode <i>Phenol Disulfonic Acid</i> .....	38
<b>Lampiran 3.</b> Skema Kerja Metoda Reduksi Kadmium.....	39
<b>Lampiran 4.</b> Penentuan Kadar NOx dengan Bacharach 40 H.....	41
<b>Lampiran 5.</b> Data Analisis Menggunakan Metode <i>Phenol Disulfonic Acid</i> ..	42
<b>Lampiran 6.</b> Data Analisis Menggunakan Metoda Reduksi Kadmium.....	45
<b>Lampiran 7</b> Data dan Perhitungan Uji Banding Analisa Gas CRM NOx dengan Metode <i>Phenol Disulfonic Acid</i> dan Saltzman (Uji Statistik dari Gas CRM NOx).....	48
<b>Lampiran 8.</b> Data dan Perhitungan Analisa Sampel Gas NOx .....	50
<b>Lampiran 9.</b> Data dan Perhitungan Uji Banding Analisa Gas CRM NOx dengan Metode <i>Phenol Disulfonic Acid</i> dan Reduksi Kadmium (Uji Statistik dari Gas CRM NOx).....	52

## I. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang Masalah

Oksida Nitrogen (NO<sub>x</sub>) adalah kelompok gas nitrogen yang terdapat di atmosfer yang terdiri dari nitrogen monoksida (NO) dan nitrogen dioksida (NO<sub>2</sub>). Walaupun ada bentuk oksida nitrogen lainnya, tetapi kedua gas tersebut yang paling banyak diketahui sebagai bahan pencemar udara. Udara merupakan campuran dari gas, yang terdiri dari sekitar 78 % Nitrogen, 20 % Oksigen; 0,93 % Argon; 0,03 % Karbon Dioksida (CO<sub>2</sub>) dan sisanya terdiri dari Neon (Ne), Helium (He), Metan (CH<sub>4</sub>) dan Hidrogen (H<sub>2</sub>). Udara dikatakan "Normal" dan dapat mendukung kehidupan manusia apabila komposisinya seperti tersebut diatas. Sedangkan apabila terjadi penambahan gas-gas lain yang menimbulkan gangguan serta perubahan komposisi tersebut, maka dikatakan udara sudah tercemar atau terpolusi.<sup>1,2</sup>

Udara di alam tidak pernah ditemukan bersih tanpa polutan sama sekali. Beberapa gas seperti sulfur dioksida (SO<sub>2</sub>), hidrogen sulfida (H<sub>2</sub>S), Nitrogen dioksida (NO<sub>2</sub>), dan karbon monoksida (CO) selalu dibebaskan sebagai produk sampingan dari proses-proses alami seperti aktivitas vulkanik, pembusukan sampah tanaman, kebakaran hutan dan sebagainya. Selain itu partikel-partikel padatan atau cairan berukuran kecil dapat tersebar di udara oleh angin, letusan vulkanik atau gangguan alam lainnya. Selain disebabkan polutan alami tersebut, polusi udara juga dapat disebabkan oleh aktivitas manusia.<sup>2</sup>

Sumber polusi utama berasal dari transportasi, dimana hampir 60% dari polutan yang dihasilkan terdiri dari karbon monoksida dan sekitar 15% dari hidrokarbon. Sumber-sumber polusi lainnya misalnya pembakaran, proses industri, pembuangan limbah, dan lain-lain. Polutan yang utama adalah karbon monoksida yang mencapai hampir setengahnya dari seluruh polutan udarayang ada.<sup>2</sup>

Pencemaran udara di Indonesia, khususnya Jakarta telah mengalami tingkat yang mengkhawatirkan dan yang terburuk di seluruh Indonesia. Pencemaran udara di Jakarta itu sekitar 80 persen berasal dari sektor transportasi, dan 20 persen industri

serta limbah domestik. Sedangkan emisi karbon akibat deforestasi dan degradasi hutan sebesar 20 persen.<sup>1</sup>

Dalam skala global, Jakarta adalah kota dengan tingkat polusi terburuk nomor 3 di dunia (setelah kota di Meksiko dan Thailand). Masih dalam skala global, kadar partikel debu (particulate matter) yang terkandung dalam udara Jakarta adalah yang tertinggi nomor 9 (yaitu 104 mikrogram per meter kubik) dari 111 kota dunia yang disurvei oleh Bank Dunia pada tahun 2004.

Oksida-oksida nitrogen (NO<sub>x</sub>) merupakan salah satu polutan yang banyak dihasilkan dari kendaraan bermotor dan proses industri. *EPA's National Ambient Air Quality Standard (NAAQS)* menerangkan bahwa kendaraan bermotor merupakan penyumbang emisi gas NO<sub>x</sub> terbesar. Pada konsentrasi tertentu yang melampaui nilai baku mutu yang telah ditetapkan, yaitu sebesar 150 µg/m<sup>3</sup> pada udara ambient, oksida-oksida nitrogen ini dapat mengganggu kelangsungan hidup manusia. Sedangkan nilai baku mutu gas NO<sub>x</sub> yang masih diperbolehkan pada udara emisi adalah pada konsentrasi 1000 mg/m<sup>3</sup>-1700 mg/m<sup>3</sup>.

Menyadari adanya ancaman yang disebabkan oleh polutan yang ada di udara ini, salah satunya Nitrogen oksida yang dapat mengakibatkan kerusakan maka diperlukan penelitian dan metoda untuk pengontrolan dan menganalisa kandungan gas oksida-oksida nitrogen (NO<sub>x</sub>) yang terdapat di udara, terutama diarahkan pada dua metoda, yaitu Metoda *Phenol Disulfonic Acid (PDA)* dan Metoda saltzman (kolom reduktor cadmium).<sup>3,4</sup>

Berbagai metoda dapat digunakan untuk menganalisis gas NO<sub>x</sub> dari dalam stack (cerobong) atau tabung gas yang berupa NO dan NO<sub>2</sub> yaitu metoda *Phenol Disulfonic Acid* yang merupakan metoda standar (menggunakan spektrofotometer) dan metoda Reduksi Kadmium (metoda tentatif) biasanya digunakan untuk penentuan nitrat (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) didalam air, tetapi metode ini dapat digunakan untuk analisis gas-gas NO<sub>x</sub> dalam udara. Bagaimanapun juga metoda Phenol Disulphonic Acid memiliki beberapa kelemahan, yaitu waktu analisa cukup lama, reagen yang digunakan banyak sehingga biaya analisa menjadi tinggi, dan metoda ini hanya dapat digunakan untuk mengukur kadar oksida-oksida nitrogen (NO<sub>x</sub>) pada konsentrasi besar dari 1 ppm.

Sedangkan metoda Reduksi Kadmium merupakan salah satu metoda analisa yang dapat dikembangkan untuk menentukan kadar gas polutan oksida-oksida nitrogen (NOx) di udara. Metode ini memiliki beberapa kelebihan, diantaranya tidak memerlukan banyak pereaksi sehingga biayanya lebih murah dan dapat digunakan untuk mengukur kadar oksida-oksida nitrogen (NOx) dengan konsentrasi kecil dari 1 ppm, mudah serta hanya memerlukan sedikit sampel, cocok untuk analisis rutin, salah satunya untuk analisa kadar oksida-oksida nitrogen (NOx) di udara<sup>6,8</sup>.

### **1.2 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah untuk membandingkan metode analisis gas oksida-oksida nitrogen (NOx) dengan menggunakan metode *Phenol Disulfonic Acid* (PDA) dan Metoda *Saltzman* setelah melewati kolom reduktor kadmium, sehingga didapatkan metoda yang cocok untuk penentuan kadar oksida-oksida Nitrogen (NOx) di udara.

### **1.3 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini dapat memberikan informasi tentang metoda yang cocok untuk menentukan oksida-oksida Nitrogen (NOx) di udara

### **1.4 Perumusan masalah**

Analisis gas NOx dengan menggunakan metoda *Phenol disulfonic acid* dibandingkan analisisnya dengan metoda *Saltzman* (Kolom Reduktor Kadmium). Pada analisis kedua metoda ini dapat diketahui bagaimana metode *Phenol Disulfonic Acid* dapat menganalisa kandungan oksida-oksida nitrogen (NOx) di udara dan bagaimana logam kadmium dapat mereduksi  $\text{NO}_3^-$  menjadi  $\text{NO}_2^-$ . Melalui uji banding kedua metoda ini diharapkan nilai yang didapatkan perbedaannya tidak nyata.



## II. TINJAUAN PUSTAKA

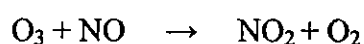
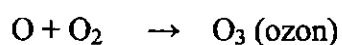
### 2.1 Nitrogen Oksida (NO<sub>x</sub>)<sup>1,2</sup>

Oksida Nitrogen (NO<sub>x</sub>) adalah kelompok gas nitrogen yang terdapat di atmosfer yang terdiri dari nitrogen monoksida (NO) dan nitrogen dioksida (NO<sub>2</sub>). Walaupun ada bentuk oksida nitrogen lainnya, tetapi kedua gas tersebut yang paling banyak diketahui sebagai bahan pencemar udara. Nitrogen oksida sering disebut dengan NO<sub>x</sub> karena oksida nitrogen mempunyai dua bentuk yang sifatnya berbeda. Udara yang mengandung gas NO dalam batas normal relatif aman dan tidak berbahaya, kecuali bila gas NO berada dalam konsentrasi tinggi.

Di alam terbuka, nitrogen oksida terbentuk dengan memanaskan udara pada suhu tinggi seperti dalam mesin mobil dan waktu terjadinya petir. Dalam hal ini, nitrogen dan oksigen yang ada di udara akan bereaksi membentuk nitrogen oksida. Pada saat petir nitrogen oksida dapat berubah menjadi NO<sub>2</sub>, nitrogen oksida dan NO<sub>2</sub> akan terbawa ke tanah dan menjadi pupuk alami. Akan tetapi di daerah perkotaan nitrogen oksida dan NO<sub>2</sub> merupakan oksida nitrogen yang terdapat dalam knalpot mobil dan berperan dalam pembentukan kabut fotokimia (*photochemical smog*).

Kadar NO<sub>x</sub> diudara daerah perkotaan yang berpenduduk padat akan lebih tinggi dari daerah pedesaan yang berpenduduk sedikit. Hal ini disebabkan karena berbagai macam kegiatan yang menunjang kehidupan manusia akan menambah kadar NO<sub>x</sub> di udara, seperti transportasi, generator pembangkit listrik, pembuangan sampah dan lain-lain.

Pencemaran gas NO<sub>x</sub> diudara terutama berasal dari gas buangan hasil pembakaran yang keluar dari generator pembangkit listrik stasioner atau mesin-mesin yang menggunakan bahan bakar gas alami. Keberadaan NO<sub>x</sub> diudara dapat dipengaruhi oleh sinar matahari yang mengikuti daur reaksi fotolitik NO<sub>2</sub> sebagai berikut :



Pembentukan NO dan NO<sub>2</sub> merupakan reaksi antara nitrogen dan oksigen diudara sehingga membentuk NO, yang bereaksi lebih lanjut dengan lebih banyak oksigen membentuk NO<sub>2</sub>. Udara terdiri dari 80% Volume nitrogen dan 20% Volume oksigen. Pada suhu kamar, hanya sedikit kecendrungan nitrogen dan oksigen untuk bereaksi satu sama lainnya. Pada suhu yang lebih tinggi (diatas 1.210°C) keduanya dapat bereaksi membentuk NO dalam jumlah banyak sehingga mengakibatkan pencemaran udara. Dalam proses pembakaran, suhu yang digunakan biasanya mencapai 1.210 – 1.765 °C, oleh karena itu reaksi ini merupakan sumber NO yang penting. Jadi reaksi pembentukan NO merupakan hasil samping dari proses pembakaran.

**Tabel 1.** Gas pencemar udara<sup>1</sup>

No	Bahan pencemar	Sumber	Dampak/akibat pada individu/masyarakat
1	Sulfur Dioksida (SO <sub>2</sub> )	Batu-bara atau bahan bakar minyak yang mengandung sulfur. Pembakaran limbah pertanian. Proses dalam Industri	Menimbulkan efek iritasi pada saluran nafas sehingga menimbulkan gejala batuk dan sesak nafas.
2	Hidrogen Sulfida	Dari kawah gunung yang masih aktif	Menimbulkan bau yang tidak sedap, dapat merusak indra penciuman (nervus olfactory)
3	Nitrogen oksida (NO <sub>x</sub> ), Nitrogen monoksida (NO), dan Nitrogen dioksida (NO <sub>2</sub> )	Berbagai jenis pembakaran. Gas buang kendaraan. Peledak. Pabrik pupuk.	Mengganggu sistem pernafasan. Melemahkan sistem pernafasan paru dan saluran nafas sehingga paru mudah terserang infeksi.
4	Ammoniak (NH <sub>3</sub> )	Proses industri	Menimbulkan bau yang tidak sedap/menyengat. Menyebabkan dampak pada sistem pernafasan, Bronchitis. Merusak inrda penciuman.

5	Karbon dioksida (CO <sub>2</sub> ), Karbon monoksida (CO), dan hidrokarbon	Semua hasil pembakaran. Proses industri	Menimbulkan efek sistematis, karena meracuni tubuh dengan cara pengikatan hemoglobin yang amat vital bagi oksigenasi jaringan tubuh akibatnya apabila otak kekurangan oksigen dapat menimbulkan kematian. Dalam jumlah kecil dapat menimbulkan gangguan berfikir, gerakan otot, gangguan jantung.
---	--	---	---

### 2.1.1 Nitrogen Monoksida<sup>2</sup>

Nitrogen monoksida (NO), juga disebut nitrogen oksida atau nitrat oksida (*nitric oxide*) adalah suatu gas tak berwarna, tanpa oksigen larut di dalam air dan, sebaliknya nitrogen dioksida berwarna coklat kemerahan dan berbau tajam; pada kondisi seperti ini nitrogen oksida sangat stabil. Di udara, nitrogen oksida cepat bereaksi dengan oksigen membentuk NO<sub>2</sub>, suatu gas berwarna yang dapat memicu kerusakan jaringan. Pada konsentrasi yang sangat rendah, nitrogen oksida relatif stabil, walaupun ada oksigen.

Nitrogen monoksida terdapat diudara dalam jumlah lebih besar daripada NO<sub>2</sub>. Gas nitrogen monoksida (NO) adalah salah satu dari dua jenis oksida nitrogen. Gas ini memiliki sifat tidak berwarna dan tidak berbau. Gas NO yang mencemari udara secara visual sulit diamati karena gas tersebut tidak berwarna dan tidak berbau. Udara yang mengandung gas NO dalam batas normal relatif aman dan tidak berbahaya, kecuali jika gas NO berada dalam konsentrasi tinggi. Konsentrasi gas NO yang tinggi dapat menyebabkan gangguan pada sistem saraf yang mengakibatkan kejang-kejang. Bila keracunan ini terus berlanjut akan dapat menyebabkan kelumpuhan. Gas NO akan menjadi lebih berbahaya apabila gas itu teroksidasi oleh oksigen sehingga menjadi gas NO<sub>2</sub>.

Pembentukan NO dirangsang hanya pada suhu tinggi, oleh karena itu NO di dalam campuran ekuilibrium pada suhu tinggi akan terdisosiasi kembali menjadi N<sub>2</sub> dan O<sub>2</sub> jika suhu campuran tersebut diturunkan perlahan-lahan untuk

memberikan waktu yang cukup bagi NO untuk terdisosiasi. Akan tetapi jika campuran ekuilibrium tersebut didinginkan secara mendadak, akan banyak NO yang masih terdapat pada campuran suhu rendah tersebut. Pendinginan cepat tersebut sering terjadi pada proses pembakaran.

### 2.1.2 Nitrogen dioksida<sup>2</sup>

Nitrogen dioksida adalah suatu senyawa kimia dengan rumus  $\text{NO}_2$ . Senyawa ini terdapat secara bebas di alam dalam bentuk gas, sifat gas  $\text{NO}_2$  adalah berwarna dan berbau.  $\text{NO}_2$  adalah hasil antara dari industri sintetis asam nitrat dan ribuan ton  $\text{NO}_2$  dihasilkan tiap tahun. Di alam terbuka gas nitrogen dioksida terbentuk dengan memanaskan udara pada suhu tinggi seperti dalam mesin mobil dan dalam terjadinya petir. Di daerah perkotaan, nitrogen dioksida merupakan oksida nitrogen yang terdapat dalam knalpot mobil dan berperan dalam pembentukan kabut fotokimia (*photochemical smog*). Dan oleh karena itulah gas nitrogen dioksida ini dianggap sebagai polutan atau pencemar udara.

Sifat gas  $\text{NO}_2$  adalah berwarna dan berbau. Warna gas  $\text{NO}_2$  adalah merah kecoklatan dan berbau tajam menyengat hidung. Oksida yang lebih rendah yaitu NO terdapat di atmosfer dalam jumlah lebih besar daripada  $\text{NO}_2$ .

Nitrogen dioksida adalah suatu radikal bebas, karena mempunyai satu elektron yang tidak berpasangan sehingga nitrogen dioksida ini bersifat sangat reaktif.

**Tabel 2.** Sifat Nitrogen Dioksida

Berat Molekul	46,05 g/mol
Titik Leleh	-11,2°C
Titik didih (1,013 bar)	21,1°C
Berat Jenis (1,031 bar)	1443 kg/m <sup>3</sup>
Viskositas (1.013 bar, 20°C)	0,000132 Poise
Konduktivitas termal (1.013 bar, 50°C)	167,47mW/(m.K)

### 2.1.3 Sumber dan distribusi Oksida Nitrogen<sup>2</sup>

Dari seluruh jumlah oksigen nitrogen ( $\text{NO}_x$ ) yang dibebaskan ke udara, jumlah yang terbanyak adalah dalam bentuk NO yang diproduksi oleh aktivitas bakteri. Akan tetapi pencemaran NO dari sumber alami ini tidak merupakan masalah karena tersebar secara merata sehingga jumlahnya menjadi kecil. Yang menjadi masalah adalah pencemaran NO yang diproduksi oleh kegiatan manusia karena jumlahnya akan meningkat pada tempat-tempat tertentu. Kadar  $\text{NO}_x$  diudara perkotaan biasanya 10–100 kali lebih tinggi dari pada di udara pedesaan. Kadar  $\text{NO}_x$  diudara daerah perkotaan dapat mencapai 0,5 ppm (500 ppb). Seperti halnya CO, emisi  $\text{NO}_x$  dipengaruhi oleh kepadatan penduduk karena sumber utama  $\text{NO}_x$  yang diproduksi manusia adalah dari pembakaran dan kebanyakan pembakaran disebabkan oleh kendaraan bermotor, produksi energi dan pembuangan sampah. Sebagian besar emisi  $\text{NO}_x$  buatan manusia berasal dari pembakaran arang, minyak, gas, dan bensin. Kadar  $\text{NO}_x$  di udara dalam suatu kota bervariasi sepanjang hari tergantung dari intensitas sinar matahari dan aktivitas kendaraan bermotor.

Perubahan kadar  $\text{NO}_x$  berlangsung sebagai berikut :

1. Sebelum matahari terbit, kadar NO dan  $\text{NO}_2$  tetap stabil dengan kadar sedikit lebih tinggi dari kadar minimum sehari-hari.
2. Setelah aktifitas manusia meningkat ( jam 6-8 pagi ) kadar NO meningkat terutama karena meningkatnya aktifitas lalu lintas yaitu kendaraan bermotor. Kadar NO tertinggi pada saat ini dapat mencapai 1-2 ppm.
3. Dengan terbitnya sinar matahari yang memancarkan sinar ultra violet kadar  $\text{NO}_2$  ( sekunder ) kadar  $\text{NO}_2$  pada saat ini dapat mencapai 0,5 ppm.
4. Kadar ozon meningkat dengan menurunnya kadar NO sampai 0,1 ppm.
5. Jika intensitas sinar matahari menurun pada sore hari ( jam 5-8 malam ) kadar NO meningkat kembali.
6. Energi matahari tidak mengubah NO menjadi  $\text{NO}_2$  (melalui reaksi hidrokarbon) tetapi  $\text{O}_3$  yang terkumpul sepanjang hari akan bereaksi dengan NO. Akibatnya terjadi kenaikan kadar  $\text{NO}_2$  dan penurunan kadar  $\text{O}_3$ .

7. Produk akhir dari pencemaran  $\text{NO}_x$  di udara dapat berupa asam nitrat, yang kemudian diendapkan sebagai garam-garam nitrat didalam air hujan atau debu. Mekanisme utama pembentukan asam nitrat dari  $\text{NO}_2$  di udara masih terus dipelajari.

#### 2.1.4 Pengaruh Pencemaran Oksida Nitrogen<sup>2</sup>

Oksida nitrogen seperti  $\text{NO}$  dan  $\text{NO}_2$  berbahaya bagi manusia. Penelitian menunjukkan bahwa  $\text{NO}_2$  empat kali lebih beracun daripada  $\text{NO}$ . Selama ini belum pernah dilaporkan terjadinya keracunan  $\text{NO}$  yang mengakibatkan kematian. Diudara ambien yang normal,  $\text{NO}$  dapat mengalami oksidasi menjadi  $\text{NO}_2$  yang bersifat racun. Penelitian terhadap hewan percobaan yang dipancarkan  $\text{NO}$  dengan dosis yang sangat tinggi, memperlihatkan gejala kelumpuhan sistim syaraf dan kekejangan. Penelitian lain menunjukkan bahwa tikus yang dipancar  $\text{NO}$  sampai 2500 ppm akan hilang kesadarannya setelah 6-7 menit, tetapi jika kemudian diberi udara segar akan sembuh kembali setelah 4-6 menit. Tetapi jika pemancaran  $\text{NO}$  pada kadar tersebut berlangsung selama 12 menit, pengaruhnya tidak dapat dihilangkan kembali, dan semua tikus yang diuji akan mati.  $\text{NO}_2$  bersifat racun terutama terhadap paru. Kadar  $\text{NO}_2$  yang lebih tinggi dari 100 ppm dapat mematikan sebagian besar binatang percobaan dan 90% dari kematian tersebut disebabkan oleh gejala pembengkakan paru ( edema pulmonari ). Kadar  $\text{NO}_2$  sebesar 800 ppm akan mengakibatkan 100% kematian pada binatang-binatang yang diuji dalam waktu 29 menit atau kurang. Pemancaran  $\text{NO}_2$  dengan kadar 5 ppm selama 10 menit terhadap manusia mengakibatkan kesulitan dalam bernafas.

#### 2.2 Metoda *Phenol Disulfonic Acids* (PDA)<sup>3,5,9</sup>

Phenol disulfonic acid adalah salah satu metode yang digunakan untuk menentukan kandungan total dari oksida nitrogen (kecuali gas nitrous ( $\text{N}_2\text{O}$ )) di atmosfer yang dihasilkan dari proses pembakaran ataupun proses oksidasi nitrogen lainnya.

Phenol disulfonic acid merupakan salah satu metode analisa yang dapat digunakan untuk menguji oksida-oksida nitrogen yang terdapat di udara. Cara uji oksida-oksida nitrogen dengan metoda Phenol disulfonic acid ini menggunakan

alat Spectrofotometer. Dimana langkah pengujiannya terdiri dari tiga tahapan, yaitu<sup>3</sup> :

- a. Proses pengambilan contoh uji gas oksida-oksida nitrogen ( $\text{NO}_x$ ) dengan larutan penyerap menggunakan labu vakum.
- b. Proses pengujian oksida-oksida nitrogen  $\text{NO}_x$  (kecuali  $\text{N}_2\text{O}$ ) dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak menggunakan spektrofotometer.
- c. Proses pengujian oksida-oksida nitrogen ( $\text{NO}_x$ ) sebagai nitrogen dioksida ( $\text{NO}_2$ ) pada kisaran konsentrasi 10 ppm sampai 300 ppm dengan contoh uji yang di ambil sebanyak 800 mL sampai 1000 mL.

Phenol disulfonic acid ini merupakan metode yang dapat digunakan untuk menentukan kandungan total oksida nitrogen ( $\text{NO}_x$ ) dari gas emisi. Dalam penggunaannya, metode ini biasa digunakan untuk menganalisa dan mempelajari kandungan oksida nitrogen yang terdapat di atmosfer serta dapat digunakan juga untuk menentukan validitas dari suatu alat/instrument pengukuran.

Prinsip metode analisa dengan menggunakan metode Phenol disulfonic acid adalah pertama proses pengambilan contoh uji oksida-oksida nitrogen ( $\text{NO}_x$ ) dilakukan dengan cara dihisap ke dalam labu vakum dan dikoreksi pada kondisi tekanan dan temperatur sebelum pengukuran dan setelah pengukuran. Metode ini menggunakan asam phenoldisulfonic (PDA). Dalam metode PDS, sampel dikumpulkan di labu vakum, terserap dalam media asam, yaitu larutan penyerap campuran antara  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Prinsip dari metoda ini yaitu oksida-oksida nitrogen ( $\text{NO}_x$ ) direaksikan dengan larutan penyerap ( $\text{H}_2\text{O}_2$  dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) dan kemudian dianalisis dengan penambahan larutan *Phenol Disulfonic Acid* sehingga menghasilkan larutan berwarna dan diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 405 nm. Campuran fasa gas  $\text{NO}_x$  dioksidasi secara komplet menjadi asam nitrit dengan  $\text{H}_2\text{O}_2$  diikuti nitrasi cincin dari 1 phenol,2-4 disulfonic acid dan penentuan dengan spektro visible. Metoda PDA dapat digunakan untuk level  $\text{NO}_x$  di pembuangan mesin diesel konsentrasi 50 sampai 2000 ppm dan di atmosfer hasil dari bahan peledak dengan konsentrasi 10 sampai 200 ppm<sup>25</sup>.

### 2.3 Metoda Satlzmaan (Kolom Reduktor Kadmium)<sup>6,7</sup>

Metode reduksi kadmium adalah metode kolorimetri yang melibatkan kontak dari nitrat dalam sampel dengan partikel kadmium, yang menyebabkan nitrat untuk dikonversi menjadi nitrit. Nitrit kemudian bereaksi dengan reagen lain untuk membentuk warna merah yang intensitas adalah sebanding dengan jumlah nitrat asli. Warna merah kemudian diukur baik jika dibandingkan dengan roda warna dengan skala dalam miligram per liter yang meningkat dengan meningkatnya warna, atau dengan menggunakan sebuah spektrofotometer elektronik yang mengukur jumlah cahaya diserap oleh sampel di panjang gelombang 543-nanometer. Nilai absorbansi ini kemudian dikonversi menjadi setara dengan konsentrasi nitrat dengan menggunakan kurva standar. Kurva ini harus dibuat oleh masing-masing program sebelum dijalankan sampling. Kurva ini dikembangkan dengan membuat satu set standar konsentrasi nitrat, dengan warna yang sesuai, dan kemudian memasukkan nilai absorbansi untuk setiap konsentrasi

Metode ini mengharuskan sampel diperlakukan jelas. Jika sampel yang keruh, harus disaring melalui filter 0,45-mikron. Pastikan untuk menguji apakah filter bebas nitrat. Jika tembaga, besi, atau logam lainnya yang terdapat dalam konsentrasi di atas beberapa mg / L, reaksi dengan kadmium akan melambat dan waktu reaksi harus ditingkatkan. Reagen yang digunakan untuk metode ini sering dikemas untuk rentang yang berbeda, tergantung pada konsentrasi nitrat yang diharapkan.

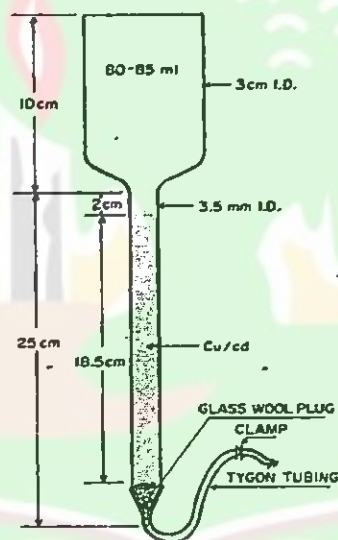
Metoda saltzman dikenal baik untuk oksida nitrogen, yang dimaksudkan untuk penentuan konstituen ini di atmosfer lingkungan dalam kisaran beberapa bagian per miliar menjadi sekitar 5ppm. Metode ini baik untuk stack gas tetapi tidak cocok untuk sampling udara ambien.

Prinsip dari metoda ini yaitu nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) berkurang hampir secara kuantitatif menjadi nitrit ( $\text{NO}_2^-$ ) dengan adanya logam kadmium (Cd). Metode ini menggunakan butiran Cd yang tersedia secara komersial dan pengerjaannya dikombinasikan dengan tembaga sulfat ( $\text{CuSO}_4$ ) dan dikemas dalam kolom gelas. Sehingga  $\text{NO}_2^-$  dihasilkan, dan ditentukan oleh diazotizing dengan sulfanilamide dan N-(1-naphthyl)-etilendiamin dihydrochloride untuk membentuk warna yang



diukur secara Kolorimetri. Sebuah koreksi dapat dilakukan untuk setiap  $\text{NO}_2^-$  yang terdapat dalam sampel dengan menganalisis tanpa langkah pengurangan. Kisaran yang berlaku dari metode ini adalah 0,01-1,0 mg  $\text{NO}_3^-$ -N / L. Metode ini dianjurkan terutama untuk  $\text{NO}_3^-$  yang memiliki tingkat di bawah 0,1 mg N / L di mana metode yang lain kepekaannya kurang sensitif.

Gangguan yang dapat terjadi dari metoda ini yaitu terjadinya Suspensi materi di kolom akan membatasi aliran sampel. Tambahkan EDTA pada sampel untuk menghilangkan gangguan ini. Minyak akan melapisi permukaan Cd. Dihilangkan oleh pra-ekstraksi dengan menggunakan pelarut. Residual klorin dapat mengganggu dengan mengoksidasi pada kolom Cd, dan dapat mengurangi efisiensi. Periksa sampel untuk sisa klor, hilangkan sisa klorin dengan menambahkan natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ).



Gambar 1. Kolom Reduktor kadmium

## 2.4 Spektrofotometri<sup>11</sup>

Spektrofotometri merupakan suatu metoda analisa yang didasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis oleh suatu lajur larutan berwarna pada panjang gelombang spesifik dengan menggunakan monokromator prisma atau kisi difraksi dengan detektor *phototube*.

Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmittan atau absorban suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Sedangkan pengukuran

menggunakan spektrofotometer ini, metoda yang digunakan sering disebut dengan spektrofotometri. Spektrofotometri dapat dianggap sebagai perluasan suatu pemeriksaan visual dengan studi yang lebih mendalam dari absorpsi energi. Absorpsi radiasi oleh suatu sampel diukur pada berbagai panjang gelombang dan dialirkan untuk menghasilkan spektrum tertentu yang khas untuk komponen yang berbeda. Absorpsi sinar oleh larutan mengikuti hukum Lambert-Beer, yaitu :

$$A = \log ( I_0 / I_t ) = a b c$$

Keterangan :  $I_0$  = Intensitas sinar datang

$I_t$  = Intensitas sinar yang diteruskan

$a$  = Absorptivitas

$b$  = Panjang sel/kuvet

$c$  = konsentrasi (g/l)

$A$  = Absorban

Spektrofotometri merupakan bagian dari fotometri dan dapat dibedakan dari filter fotometri sebagai berikut :

1. Daerah jangkauan spektrum

Filter fotometer hanya dapat digunakan untuk mengukur serapan sinar tampak (400-750 nm). Sedangkan spektrofotometer dapat mengukur serapan di daerah tampak, UV (200-380 nm) maupun IR (> 750 nm).

2. Sumber sinar

Sesuai dengan daerah jangkauan spektrumnya maka spektrofotometer menggunakan sumber sinar yang berbeda pada masing-masing daerah (sinar tampak, UV, IR). Sedangkan sumber sinar filter fotometer hanya untuk daerah tampak.

3. Monokromator

Filter fotometere menggunakan filter sebagai monokromator. Tetapi pada spektro digunakan kisi atau prisma yang daya resolusinya lebih baik.

4. Detektor

- Filter fotometer menggunakan detektor fotosel
- Spektrofotometer menggunakan tabung penggandaan foton atau fototube.

**Tabel 3.** Spektrum tampak dan warna-warni komplementer

Panjang gelombang, nm	Warna	Warna komplementer
400 - 435	Ungu	Kuning-kehijauan
435 - 480	Biru	Kuning
480 - 490	Hijau-kebiruan	Orange
490 - 500	Biru-kehijauan	Merah
500 - 560	Hijau	Merah ungu
560 - 580	Kuning-kehijauan	Ungu
580 - 595	Kuning	Biru
595 - 610	Orange	Hijau-kebiruan
610 - 750	Merah	Biru-kehijauan

Komponen utama dari spektrofotometer yaitu :

1. Sumber cahaya

Sumber energi radiasi yang kontinu dan meliputi daerah spektrum, dimana alat ditujukan untuk dinyalakan.

2. Pengatur Intensitas

Berfungsi untuk mengatur intensitas sinar yang dihasilkan oleh sumber cahaya agar sinar yang masuk tetap konstan.

3. Monokromator

Berfungsi untuk merubah sinar polikromatis menjadi sinar monokromatis sesuai yang dibutuhkan oleh pengukuran

4. Kuvet

Pada pengukuran di daerah sinar tampak digunakan kuvet kaca dan daerah UV digunakan kuvet kuarsa serta kristal garam untuk daerah IR.

5. Detektor

Fungsinya untuk merubah sinar menjadi energi listrik yang sebanding dengan besaran yang dapat diukur.

6. Penguat (amplifier)

Berfungsi untuk memperbesar arus yang dihasilkan oleh detektor agar dapat dibaca oleh indikator.

7. Indikator (Dapat berupa recorder dan computer)

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Pusat Penelitian Kimia, Laboratorium Kimia Lingkungan LIPI (Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia) yang berlokasi di Jl. Cisititu-Sangkuriang Bandung, dari bulan Maret 2010 sampai Juni 2010.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu peralatan pengambilan gas NO<sub>x</sub>, tabung gas NO<sub>x</sub>, pompa vakum, sampling probe, labu pengambil contoh gas (labu vakum), spektrofotometer SQ 118, labu ukur (50 mL, 100 mL dan 1000 mL), gelas piala (50 mL, 100 mL dan 500 mL), timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg, desikator, pipet volumetrik (1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL, 25 mL dan 50 mL), pipet tetes, pH meter E 520, Oven, Pemanas listrik (hot plate), kertas saring, kolom reduktor, stopwatch, pompa peristaltik (ISMATEC), manometer Hg tertutup, termometer, dan bacharach CA 40H (gas analyzer).

##### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan yaitu *Certified Reference Material* (CRM) gas NO<sub>x</sub>, asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a), asam sulfat berasap (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> fuming), Asam Nitrat (HNO<sub>3</sub>), Hidrogen Peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 30% ,Phenol , Kalium Nitrat (KNO<sub>3</sub>), Natrium Hidroksida (NaOH ), Ammonium Hidroksida (NH<sub>4</sub>OH), Akuades, Biji kadmium, HCl 6N, Asam Fosforik 85%, Ammonium Sulfat {(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>}, Sulfanilamide, N-(Naphthyl)-ethylendiamine Dihidro kloride, Ammonium Klorida (NH<sub>4</sub>Cl), Disodium Ethylendiamine Tetraacetate (Tritriplex), Tembaga Sulfat (CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O), CHCl<sub>3</sub>, dan Natrium Nitrit (NaNO<sub>2</sub>).

### **3.3 Prosedur Kerja**

#### **3.3.1 Proses Penyampligan Gas NO<sub>x</sub>**

Botol sampling atau labu vakum NO<sub>x</sub> dikalibrasi dengan cara penimbangan sebelum dan sesudah diisi air untuk menentukan volume labu sebenarnya. Kemudian dimasukkan 25 mL larutan penangkap (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) ke dalam botol sampling, lalu larutan divakumkan sampai mendidih (mencapai kesempurnaan vakum). Diukur tekanan vakum botol sampling dengan menggunakan manometer Hg sampai mencapai tekanan lebih dari 4 cmHg dan mengukur suhunya. Gas NO<sub>x</sub> disampling dari kantung udara yang telah berisi gas NO<sub>x</sub> dengan cara memutar kran yang terdapat pada labu vakum. Tekanan udara dalam labu diukur sesudah sampling dan juga diukur suhu labu. Larutan dalam labu dikocok selama lebih kurang 5 menit. Gas yang disampling dibiarkan selama satu malam di tempat yang gelap untuk membiarkan gas bereaksi dengan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

#### **3.3.2 Metoda Phenol Disulfonic Acid**

##### **3.3.2.1 Pembuatan Larutan Phenol Disulfonic Acid (PDA)**

Sebanyak 25 g phenol dilarutkan di dalam gelas piala 500 mL yang berisi 150 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a. Kemudian ditambahkan 75 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> fuming (mengandung 15 -18 % SO<sub>3</sub>) dan dikocok sampai homogen. Kemudian dipanaskan di atas water bath pada temperatur 100°C selama 2 jam, lalu dinginkan dan disimpan di dalam botol bertutup yang berwarna gelap (coklat). Semua pengerjaan dilakukan di lemari asam.

##### **3.3.2.2 Pembuatan Larutan Induk Nitrat (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) 1000 ppm**

KNO<sub>3</sub> dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C-110°C selama 2 jam, kemudian timbang 1,6300 g KNO<sub>3</sub>, dan dilarutkan dengan air suling ke dalam gelas piala 100 mL. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan air suling sampai tanda batas, lakukan pembilasan pada gelas piala dan corong, kemudian larutan dikocok sampai homogen.

### **3.3.2.3 Pembuatan Larutan Standar Nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) 100 ppm**

10 mL larutan induk nitrat dipipet (larutan stok 1000 ppm) dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan air suling sampai tanda batas, lalu dikocok sampai homogen.

### **3.3.2.4 Penentuan Kestabilan Kompleks Metoda *Phenol Disulfocic Acid* (PDA)**

#### **3.3.2.4.1 Pengaruh pH terhadap Kestabilan Komplek $\text{NO}_3^-$ dengan PDA**

Larutan standar  $\text{NO}_3^-$  2 ppm dipipet sebanyak 10 mL pada beberapa beaker glass kemudian ditambahkan 25 mL larutan penangkap  $\text{NO}_x$  ke dalam masing-masing beaker glass, lalu diatur pH dari pH 2 sampai pH 14 dengan menambahkan NaOH 1N. Larutan diuapkan di atas penangas air sampai kering dan membentuk kristal (kisar). Ditambahkan 2,5 mL larutan PDA kemudian aduk dengan batang pengaduk sampai seluruh kristal larut, lalu ditambahkan 1 mL air suling dan 4 tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dilemari asam, lalu dipanaskan pada penangas air selama lebih kurang 3 menit sambil sekali-kali diaduk, sampai residu larut dengan sempurna. Larutan didiamkan sampai suhu kamar, kemudian ditambahkan 10 mL air suling dan aduk. 15 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% segar (dingin) masukkan dengan hati-hati dan aduk. Larutan disaring dengan kertas saring dan tampung filtrat dalam labu ukur 50 mL dan dicuci hingga bersih dan diencerkan larutan sampai tanda batas (50 mL). Absorbansi diukur dengan memasukkan sebagian larutan ini ke dalam kuvet pada alat Spektrofotometer. Serapan pada panjang gelombang 405 nm diukur dan dicatat kemudian buat kurva antara Absorbansi dengan pH.

#### **3.3.2.4.2 Pengaruh Waktu Penyimpanan $\text{NO}_3^-$ dalam Larutan Penangkap terhadap Pembentukan Warna Kompleks yang Dihasilkan**

Larutan standar  $\text{NO}_3^-$  2 ppm dipipet sebanyak 10 mL pada beberapa beaker glass, kemudian ditambahkan 25 mL larutan penangkap  $\text{NO}_x$  ke dalam masing-masing beaker glass, pH diatur menjadi 8 menggunakan pH meter dengan menambahkan NaOH 1N. Disimpan di tempat gelap dengan variasi waktu selama 1, 2, 3, 4, 5, 24, dan 48 jam. Tiap variasi waktu larutan diuapkan di atas penangas air sampai kering

dan membentuk kristal (kisar). Kemudian ditambahkan 2,5 mL larutan PDA kemudian diaduk dengan batang pengaduk sampai seluruh kristal larut. Ditambahkan 1 mL air suling dan 4 tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, lalu dipanaskan pada penangas air selama lebih kurang 3 menit sambil sekali-kali diaduk, sampai residu larut dengan sempurna. Larutan didiamkan sampai suhu kamar, kemudian ditambahkan 10 mL air suling dan aduk. Dimasukkan 15 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% segar (dingin) dengan hati-hati dan aduk. Larutan disaring dengan kertas saring dan tampung filtrat dalam labu ukur 50 mL dan dicuci hingga bersih, lalu larutan diencerkan sampai tanda batas (50 mL). Absorbansi diukur dengan memasukkan sebagian larutan ini ke dalam kuvet pada alat Spektrofotometer. Dibaca dan dicatat serapan pada panjang gelombang 405 nm kemudian buat kurva antara Absorbansi dengan waktu.

#### **3.3.2.4.3 Pengaruh Penambahan Volume PDA terhadap Kestabilan Kompleks**

Larutan standar  $\text{NO}_3^-$  2 ppm dipipet sebanyak 10 mL pada beberapa beaker glass. Ditambahkan 25 mL larutan penangkap  $\text{NO}_x$  ke dalam masing-masing beaker glass, Lalu pH diatur menjadi 8 menggunakan pH meter dengan menambahkan  $\text{NaOH}$  1N kemudian disimpan 1 hari di tempat gelap. Larutan diuapkan di atas penangas air sampai kering dan terbentuk kristal (kisar). Dilakukan variasi penambahan Volume PDA dari 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, dan 3 mL, kemudian diaduk dengan batang pengaduk sampai seluruh kristal larut. Kemudian ditambahkan 1 mL air suling dan 4 tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, lalu dipanaskan pada penangas air selama lebih kurang 3 menit sambil sekali-kali diaduk, sampai residu larut dengan sempurna. Larutan didiamkan sampai suhu kamar, kemudian ditambahkan 10 mL air suling dan aduk. Dimasukkan 15 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% segar (dingin) dengan hati-hati dan aduk. Larutan disaring dengan kertas saring dan tampung filtrat dalam labu ukur 50 mL dan dicuci hingga bersih dan diencerkan larutan sampai tanda batas (50 mL). Diukur Absorbansi dengan memasukkan sebagian larutan ini ke dalam kuvet pada alat Spektrofotometer. Dibaca dan dicatat serapan pada panjang gelombang 405 nm kemudian buat kurva antara Absorbansi dengan volume PDA.

### 3.3.2.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi

0 mL, 2 mL, 4 mL, 6 mL, 8 mL, dan 10 mL larutan standar  $\text{NO}_3^-$  (100 ppm) dipipet pada beberapa beaker glass. Tambahkan 25 mL larutan penangkap  $\text{NO}_x$  ke dalam masing-masing beaker glass, atur pH menjadi 8 menggunakan pH meter dengan menambahkan  $\text{NaOH}$  1N kemudian diamkan selama 1 hari. Larutan diuapkan di atas penangas air sampai kering dan membentuk kristal (kisar). Ditambahkan 2,5 mL larutan PDA kemudian aduk dengan batang pengaduk sampai seluruh kristal larut (untuk standar dan sampel). Lalu ditambahkan 1 mL air suling dan 4 tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, dan dipanaskan pada penangas air selama lebih kurang 3 menit sambil sekali-kali diaduk, sampai residu larut dengan sempurna. Larutan didiamkan sampai suhu kamar, kemudian ditambahkan 10 mL air suling dan aduk. 15 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% segar (dingin) dimasukkan dengan hati-hati dan aduk. Larutan disaring dengan kertas saring dan filtrat ditampung di dalam labu ukur 50 mL dan dicuci hingga bersih dan diencerkan larutan sampai tanda batas (50 mL). Absorbansi diukur dengan memasukkan sebagian larutan ini ke dalam kuvet pada alat Spektrofotometer. Serapan pada panjang gelombang 405 nm dibaca dan dicatat, kemudian buat kurva kalibrasi antara Absorbansi dengan konsentrasi.

### 3.3.2.6 Pengujian Sampel dengan Metode *Phenol Disulfonic Acid*

Sampel yang telah disampling dipindahkan ke dalam gelas piala 100 mL, kemudian labu dibilas dengan sedikit akuades. Diulangi pembilasan sampai tiga kali. Jadikan pH larutan sampai 8 menggunakan pH meter dengan menambahkan larutan  $\text{NaOH}$  1 N tetes demi tetes ke dalam gelas piala sampai larutan bersifat basa kemudian diuapkan larutan di atas water bath sampai kisat. Lalu ditambahkan 2,5 mL larutan PDA kemudian diaduk dengan batang pengaduk sampai seluruh kristal larut (untuk standar dan sampel). Lalu ditambahkan 1 mL air suling dan 4 tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, lalu dipanaskan pada penangas air selama lebih kurang 3 menit sambil sekali-kali diaduk, sampai residu larut dengan sempurna. Larutan didiamkan sampai suhu kamar, kemudian ditambahkan 10 mL air suling dan aduk. 15 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% segar (dingin) dimasukkan dengan hati-hati dan aduk. Larutan disaring dengan kertas saring



dan filtrat ditampung dalam labu ukur 50 mL dan dicuci hingga bersih, lalu larutan diencerkan sampai tanda batas (50 mL). Absorbansi diukur dengan memasukkan sebagian larutan ini ke dalam kuvet pada alat Spektrofotometer. Dibaca dan catat serapan pada panjang gelombang 405 nm kemudian plotkan data pada kurva kalibrasi antara Absorbansi dengan konsentrasi.

### **3.3.3 Metoda Reduksi Kadmium**

#### **3.3.3.1 Pembuatan Reagen**

##### **a. Reagen Pewarna**

Seberat 10 g sulfanilamide ditambahkan ke dalam 100 mL asam fosfat 85% kemudian dimasukkan 1 g N-(Naphthyl)-ethylendiamine Dihidro Klorida. Lalu diencerkan sampai 1 L dengan akuades. Larutan stabil selama 1 bulan, dan disimpan dalam botol gelap.

##### **b. Larutan Ammonium Klorida-Ammonia**

Sebanyak 100 gam  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dilarutkan didalam kira-kira 700 mL akuades kemudian tambahkan 50 mL Ammonia encer. Encerkan sampai 1000 mL dengan akuades.

##### **c. Larutan Kemasan Kolom**

Sebanyak 10 mL larutan Ammonium Klorida-Ammonia dipipet, kemudian encerkan pada labu 100 mL

##### **d. Larutan Aktifator untuk Kolom**

Sebanyak 70 mL larutan NaOH (80 g/L) ditambahkan ke dalam 700 mL air. Larutkan 38 g Disodium Dihidrogen Ethilene Diamine Tetraasetate Dihidrate dan tambahkan 12,5 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  di dalamnya. Teteskan NaOH 1 N untuk membuat pH 7 dan tambah air untuk total 1 L.

**e. Larutan Ion Nitrat ( $1\text{mgNO}_3^-/\text{mL}$ ) 1000 ppm**

Keringkan Kalium Nitrat ( $\text{KNO}_3$ ) di dalam oven pada suhu  $105^\circ\text{C}$  selama 3 jam kemudian dinginkan didalam desikator. Sebanyak 1,63 g dilarutkan di dalam air dan diencerkan sampai 1000 mL, disimpan didalam botol gelap pada  $0^\circ\text{C}$  sampai  $10^\circ\text{C}$ .

**f. Larutan Ion Nitrat ( $10\mu\text{gNO}_3^-/\text{mL}$ ) 10 ppm**

Sebanyak 10 mL larutan ion nitrat ( $1\text{mgNO}_3^-/\text{mL}$ ) dimasukkan kedalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan air sampai tanda batas. Siapkan ketika dibutuhkan.

**g. Larutan Ion Nitrit ( $1\text{mgNO}_2^-/\text{mL}$ )**

Ditimbang  $\text{NaNO}_2$  sebanyak 1,500 g dan dilarutkan di dalam labu ukur 1000 mL sampai tanda batas.

**h. Larutan Kerja Nitrit ( $10\mu\text{gNO}_2^-/\text{mL}$ )**

Diencerkan 10 mL larutan ion nitrit ( $1\text{mgNO}_2^-/\text{mL}$ ) sampai 1000 mL dengan Akuades.

**3.3.3.2 Persiapan kolom Reduksi**

Biji kadmium (0,5 mm sampai 2 mm) ditimbang sebanyak 40 g dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 300 mL. Kemudian ditambahkan 50 mL HCl . Diaduk (agitasi) untuk mencuci permukaan biji kadmium, buang larutan. Kemudian dicuci 5 kali dengan 100 mL akuades. Ditambahkan 50 mL asam nitrat dan diaduk (agitasi) untuk mencuci permukaan biji kadmium, larutan dibuang (prosedur ini dilakukan dua kali). Masing-masing dicuci 5 kali dengan 100 mL akuades. Ditambahkan 200 mL cairan aktivator untuk kolom, dan dibiarkan selama 24 jam untuk membentuk lapisan tembaga pada biji kadmium (kemasan kolom Cu-Cd dapat tahan atau awet setelah tertutup rapat). Glass wol dimasukkan ke dalam kolom bagian paling bawah dan isi larutan paking kolom (jaga jangan sampai kontak dengan udara). Kemudian ditambahkan biji Cu-Cd secukupnya untuk menghasilkan sebuah kolom sepanjang 18,5 cm. Glass wol disumbatkan pada bagian atas kolom dan batas larutan paking

kolom dijaga diatas Cu-Cd untuk mencegah terjebaknya udara. Kolom diaktifasi dengan mengalirkan  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -Ammonium dan kolom diregenerasi dengan larutan aktifator.

### **3.3.3.3 Penentuan Pengaruh Kestabilan Kompleks Metoda *Saltzman* (Kolom Reduktor kadmium).**

#### **3.3.3.3.1 Pengaruh waktu terhadap Kestabilan Kompleks $\text{NO}_2$ Pewarna Griess Metoda *Saltzman* (Kolom Reduktor kadmium)**

Beberapa larutan standar  $\text{NO}_3^-$  1 ppm dibuat dalam labu 50 mL. Larutan standar  $\text{NO}_3^-$  dilewatkan ke dalam kolom reduktor dengan kecepatan alir 2 mL/menit. Hasil reduksi ditampung dan diencerkan dalam labu 100 mL sampai tanda batas. Ditambahkan reagen pewarna Gries sebanyak 4 mL. Absorbansi diukur setiap 5 menit pendiaman dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm sampai Absorbansi yang terukur stabil.

#### **3.3.3.3.2 Pengaruh Laju Alir Larutan $\text{NO}_3^-$ terhadap Daya Reduksi Kolom**

Beberapa larutan standar  $\text{NO}_3^-$  1 ppm dibuat dalam labu 50 mL. Kemudian dilewatkan larutan standar  $\text{NO}_3^-$  ke dalam kolom reduktor dengan variasi kecepatan alir 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9.5 dan 11 mL/menit. Hasil reduksi ditampung dan diencerkan dalam labu 100 mL sampai tanda batas. Ditambahkan reagen pewarna Gries sebanyak 4 mL. Diamkan selama 30 menit. Absorbansi diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm.

#### **3.3.3.3.3 Pengaruh Pengulangan Pemakaian terhadap Efisiensi Kolom Reduktor Kadmium**

Buat beberapa larutan standar  $\text{NO}_3^-$  0,6 ppm dalam labu 50 mL. Larutan standar  $\text{NO}_3^-$  di lewatkan ke dalam kolom reduktor dengan kecepatan alir 2 mL/menit. Hasil reduksi ditampung dan diencerkan dalam labu 100 mL sampai tanda batas. Ditambahkan reagen pewarna Gries sebanyak 4 mL. Didiamkan selama 30 menit. Absorbansi diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm.

#### **3.3.3.4 Pembuatan Kurva Standar NO<sub>2</sub><sup>-</sup>**

Digunakan larutan ion Nitrat kemudian siapkan standar pada range 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6 sampai 0.7 ppm dengan melarutkan volume berikut dalam labu ukur 50 mL : 1, 10, 20, 30, 40 mL dari konsentrasi 1 ppm serta 6 dan 7 mL dari konsentrasi 10 ppm. Dibandingkan paling kurang satu standar pada konsentrasi yang sama untuk menguji efisiensi kolom reduksi. Standar nitrat dilewatkan ke dalam kolom reduktor dengan kecepatan alir 2 mL/menit. Ditampung dengan erlenmeyer, dipindahkan ke labu 100 mL, diencerkan sampai tanda batas. Ditambahkan reagen pewarna Gries sebanyak 4 mL, dan didiamkan selama 30 menit. Absorbansi diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm.

#### **3.3.3.5 Pengujian Sampel dengan Metoda *Saltzman* (Kolom Reduktor Kadmium)**

Sampel yang telah disampling dan didiamkan semalam, dipindahkan ke dalam gelas piala 100 mL, kemudian dibilas labu dengan sedikit akuades. diulangi pembilasan sampai tiga kali dan atur pH menjadi 8 menggunakan pH meter dengan menambahkan larutan NaOH 1 N sedikit demi sedikit. Sampel dikisatkan diatas water bath kemudian ditambahkan 5 mL larutan buffer (Ammonium Klorida-Ammonia) dan 5 mL akuades. Dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL, lalu diencerkan sampai tanda batas dan dimasukkan ke dalam kolom reduktor kadmium dengan kecepatan alir 2 mL/menit. Setelah itu diencerkan dalam labu 100 mL. Lalu ditambahkan reagen pewarna Gries sebanyak 4 mL, didiamkan selama 30 menit. Absorbansi diukur pada panjang gelombang 550 nm.

#### **3.3.4 Penentuan Kadar NO<sub>x</sub> dengan Bacharach CA 40 H (Gas Analyzer)**

Divakum dan dibilas plastik penampung (kantong udara) gas NO<sub>x</sub> sebanyak tiga kali. Dihubungkan plastik penampung gas NO<sub>x</sub> dengan Bacharach melalui selang. Alirkan gas NO<sub>x</sub> ke Bacharach. Dibaca konsentrasi gas NO<sub>x</sub> yang terukur oleh Bacharach.

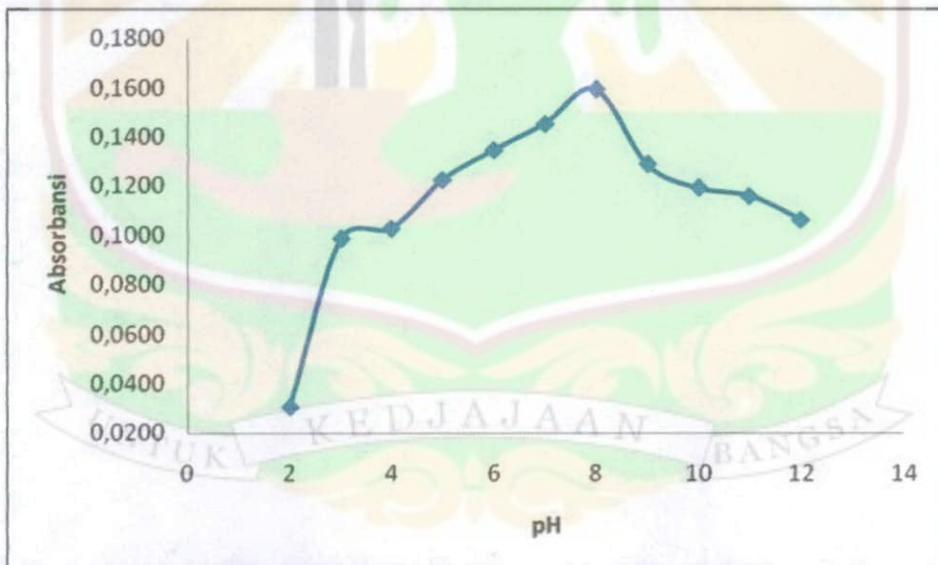
## IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Analisis Gas NO<sub>x</sub> Menggunakan Metoda *Phenol Disulfonic Acid* (PDA)

*Phenol Disulfonic Acid* merupakan metoda standar yang umum digunakan untuk menganalisa oksida-oksida nitrogen yang terdapat di udara. Sebelum menentukan kadar oksida-oksida nitrogen tersebut, terlebih dahulu dilakukan penentuan kestabilan kompleks untuk metoda ini. Untuk mengetahui kestabilan kompleks atau kondisi optimumnya dilakukan beberapa pengujian, yaitu penentuan pH optimal, waktu reaksi perubahan warna, dan penambahan volume PDA.

#### 4.1.1 Pengaruh pH terhadap Kestabilan Komplek NO<sub>3</sub><sup>-</sup> dengan PDA

Berdasarkan hasil penelitian pada Gambar 2, terlihat pH yang stabil digunakan yaitu pH 8, setelah itu terjadi penurunan pada nilai absorbansinya. Kisaran pH yang digunakan yaitu bersifat basa (pH 7,5 sampai 8)<sup>3,5</sup>. Pada penelitian kisaran pH yang digunakan yaitu pH 8.

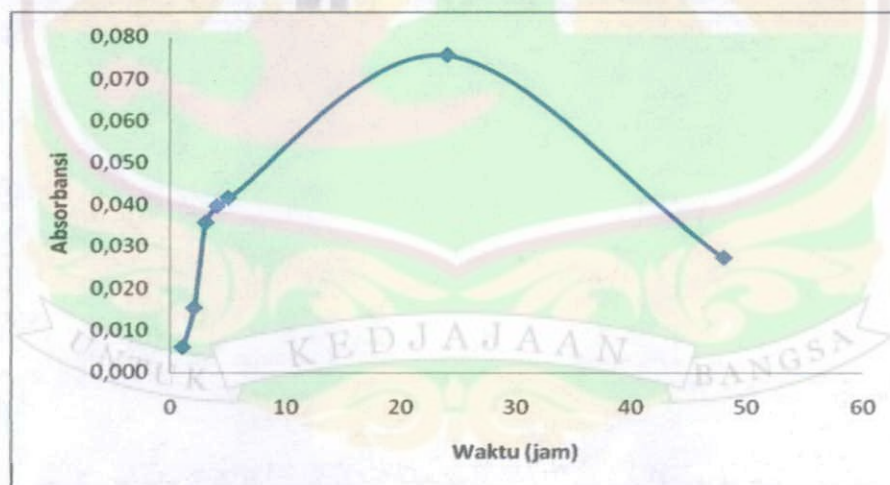


**Gambar 2.** Pengaruh pH terhadap Kestabilan Komplek *Phenol Disulfonic Acid* dengan Larutan Standar NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 2 ppm pada pH 8, penambahan 2.5 mL PDA, dan diamkan selama semalam.

Berdasarkan penelitian, pada pH asam maka tidak akan terbentuk kristal putih ( $\text{NaNO}_3^-$ ) setelah dikisatkan atau hanya sedikit sekali kristal putih yang terbentuk, sedangkan pada pH basa akan terbentuk lebih banyak kristal putih ( $\text{NaNO}_3^-$ ). Kristal yang terbentuk akan bertambah banyak sesuai dengan kenaikan pH yang digunakan. Warna larutan akan semakin pekat sesuai dengan kenaikan pH, hal ini dapat terlihat setelah penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang berfungsi sebagai senyawa pembentuk warna. Jadi, menurut hasil percobaan pada pH asam reaksi kurang berjalan dengan baik dan pH yang cocok digunakan yaitu pH basa berkisar antara pH 7.5 sampai 8<sup>5</sup>.

#### 4.1.2 Pengaruh Waktu Penyimpanan $\text{NO}_3^-$ dalam Larutan Penangkap terhadap Pembentukan Warna Kompleks yang Dihasilkan

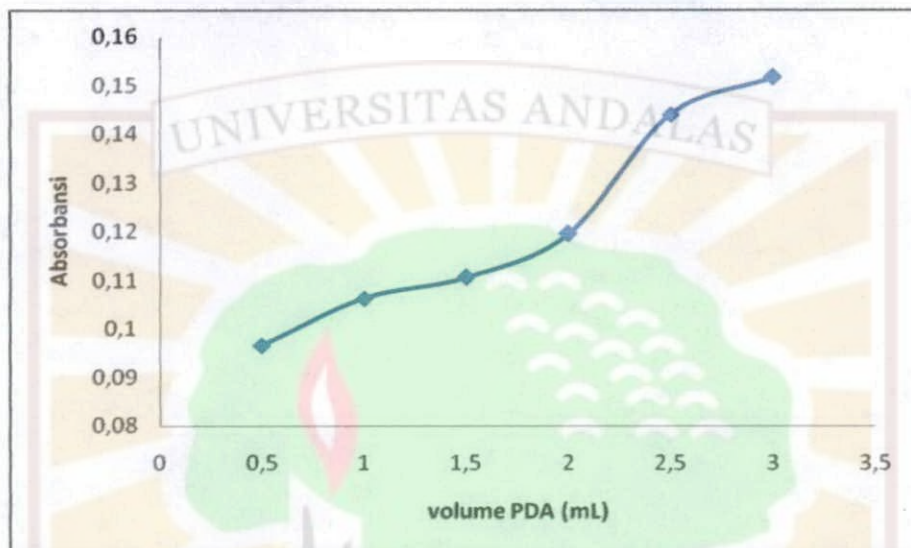
Lamanya waktu yang digunakan untuk bereaksi pada metoda ini mempengaruhi nilai absorbansi yang didapatkan. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 3, nilai absorbansi yang didapatkan akan semakin kecil bila larutan dibiarkan selama beberapa malam. Pada gambar terlihat nilai absorbansi terus naik pada 1 sampai 5 jam pendiaman dan juga pada pendiaman 1 hari, namun pendiaman yang dilakukan lebih dari 1 hari nilai absorbansi yang terukur menjadi kecil. Waktu pengoksidasian oleh larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$ .



**Gambar 3.** Pengaruh Waktu Reaksi Perubahan Warna terhadap Kestabilan Kompleks Diukur pada Waktu 1, 2, 3, 4, 5, 24, dan 48 jam dengan Konsentrasi  $\text{NO}_3^-$  2 ppm pada pH 8, penambahan 2.5 mL PDA, dan diamkan selama semalam.

Jadi, hasil optimal yang didapatkan untuk pengaruh waktu reaksi terhadap kestabilan kompleks yaitu pendiaman selama 1 hari<sup>5,6</sup>.

#### 4.1.3 Pengaruh volume PDA terhadap kestabilan kompleks $\text{NO}_3^-$ dengan PDA



**Gambar 4.** Pengaruh Penambahan Larutan PDA terhadap Kestabilan Kompleks dengan  $\text{NO}_3^-$  2 ppm pada pH 8, 2.5 mL PDA, dan diamkan selama semalam.

Dari hasil percobaan didapatkan jumlah volume larutan *Phenol Disulfonic Acid* yang ditambahkan berpengaruh terhadap nilai absorbansi yang didapat. Ini dapat dilihat pada Gambar 4 yang memperlihatkan bahwa penambahan volume *Phenol Disulfonic Acid* 2,5 mL kenaikan nilai absorbansi dari 2 mL cukup tinggi. Jadi, optimasi penambahan volume larutan *Phenol Disulfonic Acid* yaitu antara 2 dan 2,5 mL<sup>2,3</sup>. Pada percobaan, ketika penambahan 0,5 sampai 2 mL volume larutan PDA larutan yang dihasilkan bewarna kuning bening setelah dilakukan penambahan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$ , sedangkan pada saat penambahan 2,5 dan 3 mL larutan PDA warna larutan menjadi lebih pekat. Jadi semakin besar volume larutan PDA yang ditambahkan, maka warna larutannya akan semakin pekat dan nilai absorban yang terukur juga semakin besar. Namun untuk penambahan 3 mL kenaikan absorbannya cenderung konstan. Jadi, volume larutan PDA yang ditambahkan yaitu 2,5 mL<sup>3,5</sup>.

#### 4.1.4 Linearitas Pengukuran Konsentrasi Ion Nitrat ( $\text{NO}_3^-$ )

Pada penentuan linearitas pengukuran konsentrasi ion nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) dilakukan variasi konsentrasi dari 0.1 ppm sampai 25 ppm. Pada konsentrasi yang kecil 0.1 ppm ke bawah absorbansi yang terbaca minus dan yang lebih dari 25 ppm absorbansi tidak terbaca. Dan kurva kalibrasi (kurva kerja) dari ion nitrat yang diambil dari 0.1 ppm sampai 1.4 ppm, dapat dilihat pada Lampiran 5 halaman 48.

#### 4.1.5 Hasil Penentuan Konsentrasi Gas $\text{NO}_x$ dan % *Recovery* dari CRM (*Certified reference Material*) Gas $\text{NO}_x$

Nilai Absorbansi yang terukur untuk masing-masing labu dilampirkan pada Lampiran 5 halaman 44.

**Tabel 4.** Konsentrasi Gas  $\text{NO}_x$  dari Sampel pada Sampling

No. Labu	Konsentrasi (ppm)	
	$\text{NO}_2$ cair	$\text{NO}_2$ gas
1	1.4080	37.9601
2	1.4677	39.3673
3	1.2836	34.4941
4	1.3731	36.7290
5	1.3831	37.2028
6	1.3483	35.7312
7	1.4129	37.5652
<b>Konsentrasi rata-rata <math>\text{NO}_x</math></b>		<b>37.0070</b>
<b>Simpangan baku</b>		<b>1.5731</b>
<b>Standar Deviasi Relatif (RSD)</b>		<b>4.2509%</b>
<b>% Recovery</b>		<b>102.7972%</b>

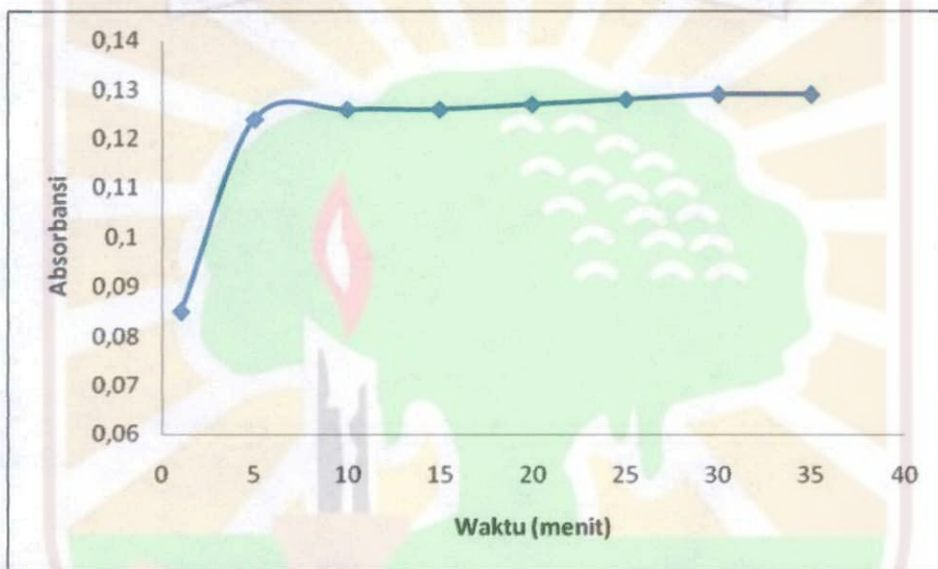
#### 4.2 Analisis Gas $\text{NO}_x$ Menggunakan Metoda Saltzman (Kolom Reduktor Kadmium)

Metoda Saltzman (kolom reduktor kadmium) merupakan metoda tentatif yang dikembangkan untuk mengukur kadar gas oksida-oksida nitrogen di udara, khususnya udara ambien. Penelitian menggunakan pereaksi Saltzman (reagen pewarna Gries).



Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, oksida-oksida nitrogen yang dapat diukur dengan metoda reduksi Kadmium memiliki kisaran konsentrasi kecil dari 1 ppm. Sedangkan konsentrasi yang dapat dipakai untuk metoda reduksi Kadmium yaitu  $0.01 - 1.0 \text{ mg NO}_3^- \text{-N/L}^7$ .

#### 4.2.1 Pengaruh Waktu terhadap Kestabilan Kompleks $\text{NO}_2^-$ dengan Larutan Gries pada Metoda Saltzman

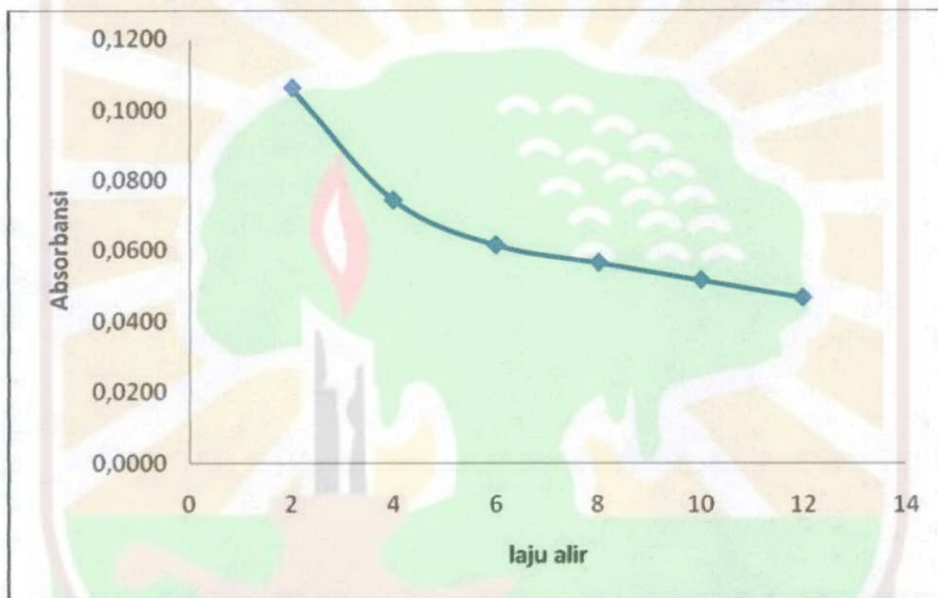


**Gambar 5.** Pengaruh Waktu terhadap Kestabilan Kompleks  $\text{NO}_2^-$  dengan Pereaksi Gries pada pH 7.5, kecepatan alir 2 mL/menit, dan pendiaman selama 30 menit.

Pada buku *Standard Methods for The Examination of Water and Waste Water 20<sup>th</sup> edition* waktu pengukuran absorbansi ditunggu antara 10 menit hingga 2 jam setelah penambahan reagen pewarna Gries. Dan absorbansi diukur tidak lebih dari 2 jam pendiaman<sup>7</sup>. Berdasarkan pada penelitian yang telah dilakukan terlihat pada Gambar 6 kestabilan kompleks  $\text{NO}_2^-$  dengan larutan Gries, nilai optimasi absorbansi dari larutan yaitu pendiaman selama 30 menit, dan menit berikutnya nilai absorbansi yang terukur tetap 0.129.

#### 4.2.2 Penentuan pengaruh Laju Alir larutan $\text{NO}_3^-$ terhadap kestabilan kompleks

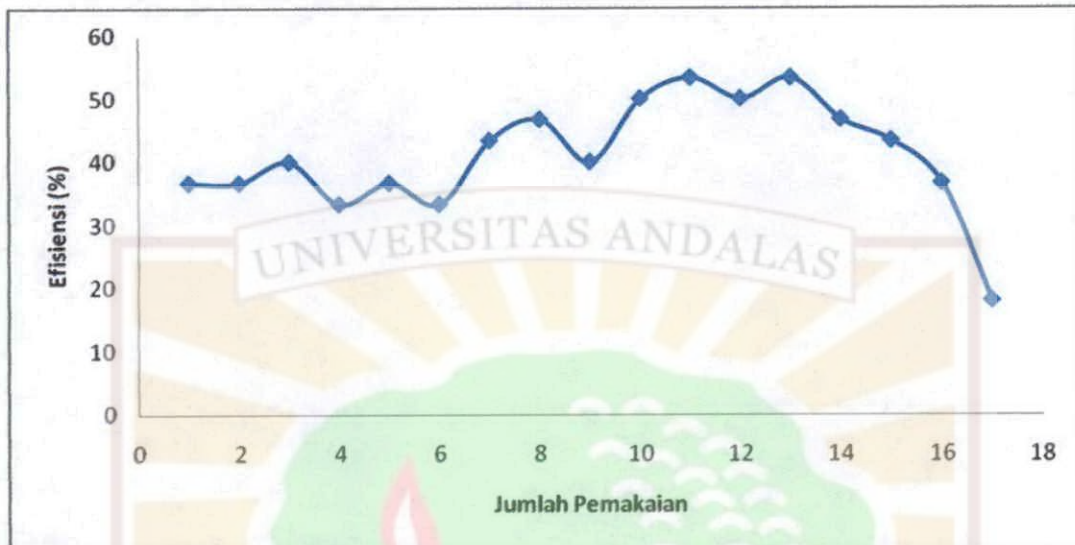
Laju alir yang sesuai untuk kolom yang berdiameter 3.5 mm, diameter kadmium 3-4 mm, dan panjang kolom 18-20 cm yaitu 2 mL/menit. Pada *Standard Methods for The Examination of Water and Waste Water 20<sup>th</sup> edition* laju alir yang digunakan yaitu 6-7 mL/menit. Dan pada JIS (*Japanese Industrial Standard*) Environmental Technology Handbook laju alir yang digunakan 10 mL/menit. Laju alir yang digunakan lebih cepat karena diameter cadmium yang digunakan kecil (1-2 mm).



**Gambar 6.** Pengaruh Laju Alir Larutan  $\text{NO}_3^-$  terhadap Daya pada Reduktor Kadmium pada pH 7.5, kecepatan alir 2 mL/menit, dan lama pendiaman 30 menit

Pada penelitian didapatkan laju alir yang sesuai yaitu 2 mL/menit karena diameter kadmium yang digunakan (3-4 mm) lebih besar dibandingkan diameter kadmium yang digunakan pada literatur (1-2 mm) sehingga waktu yang dibutuhkan untuk mereduksi nitrat menjadi nitrit lebih lama karena karakteristik kepingan dari kadmium yang bereaksi turut berpengaruh yaitu semakin halus kepingan itu, maka semakin cepat waktu yang dibutuhkan untuk bereaksi, sedangkan semakin kasar kepingan itu, maka semakin lama waktu yang dibutuhkan untuk bereaksi. Jadi daya reduksi optimum kadmium dari penelitian dengan diameter 3-4 mm yaitu 2 mL/menit (menggunakan pompa peristaltic ISMATEC dengan kecepatan 7%).

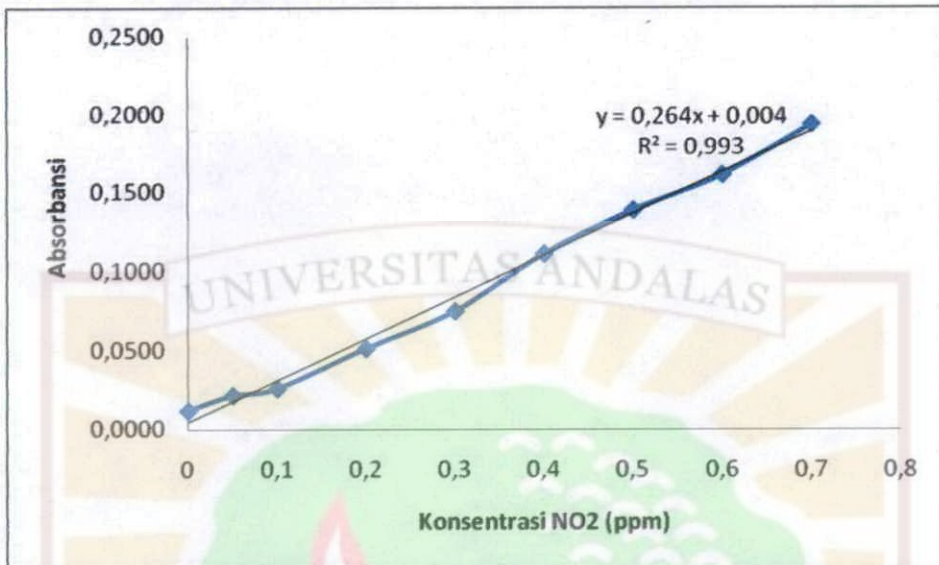
### 4.2.3 Pengaruh Jumlah Pemakaian terhadap Efisiensi Kolom Reduktor Kadmium



**Gambar 7.** Pengaruh Jumlah Pemakaian terhadap Efisiensi Kolom Reduktor Kadmium pada pH 7.5, kecepatan alir 2 mL/menit, dan lama pendiaman 30 menit

Dengan menggunakan larutan berkonsentrasi awal 0,6 ppm dilakukan pengujian terhadap daya efisiensi kolom reduktor. Hasil penelitian yang diperlihatkan pada Gambar 7 terlihat efisiensi kolom tidak stabil dan nilai persentase dari efisiensi paling besar hanya 53,33 % dan pada pemakaian ke 17 nilai persentase efisiensi kolomnya sangat kecil yaitu 18%. Persentase efisiensi kolom yang baik yaitu  $\geq 75\%$ . Hal ini terjadi karena diameter kadmium yang digunakan lebih besar, kontak antara larutan  $\text{NO}_3^-$  dengan kadmium hanya sedikit dan sebentar, sehingga hanya sedikit yang tereduksi menjadi larutan  $\text{NO}_2^-$ . Dan dari 17 pemakaian labu takar 50 mL dengan konsentrasi akhir 0,3 ppm hanya sekitar 15 labu yang dapat direduksi menjadi nitrit sampai kolom reduktor yang digunakan menjadi jenuh dan perlu diregenerasi dengan larutan aktifator selama 24 jam. Efisiensi dihitung berdasarkan kurva kalibrasi standar  $\text{NO}_2^-$  pada Lampiran 6 halaman 46.

#### 4.2.4 Linearitas Pengukuran Konsentrasi Ion Nitrat ( $\text{NO}_3^-$ )



**Gambar 8.** Kurva Kalibrasi (Kurva Kerja) Ion Nitrat ( $\text{NO}_3^-$ )

Pada penelitian kisaran konsentrasi kerja untuk larutan ion nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) yaitu dari 0 sampai 1.4 ppm. Setelah dilewatkan pada kolom reduktor kadmium di dapatkan nilai absorbansi seperti pada gambar 10 dan pada Lampiran 6 halaman 47. Sehingga dihasilkan kurva kalibrasi linear dengan  $R^2 = 0.993$  dan  $r = 0.9964$ .

**4.2.5 Hasil Penentuan konsentrasi gas dan % Recovery dari CRM (Certified reference Material) Gas NO<sub>x</sub>**

**Tabel 5. Penentuan Konsentrasi Gas dan % Recovery dari CRM Gas NO<sub>x</sub>**

No. Labu	$\bar{A}$	ppm NO <sub>2</sub> (cairan)	fP	NO <sub>2</sub> (larutan) ppm	ppm NO <sub>2</sub> (gas)
1	0.152	0.560606	2	1.1212	30.1754
2	0.175	0.647727	2	1.2955	34.4470
3	0.181	0.670455	2	1.3409	35.9874
4	0.15	0.55303	2	1.1061	29.6294
5	0.157	0.579545	2	1.1591	31.3998
6	0.162	0.598485	2	1.1970	32.2744
7	0.088	0.318182	4	1.2727	33.9994
8	0.08	0.287879	4	1.1515	31.0779
<b>Konsentrasi rata-rata gas NO<sub>x</sub></b>					<b>32.3738</b>
<b>Simpangan baku</b>					<b>2.2361</b>
<b>Standar Deviasi relatif (RSD)</b>					<b>6.9071%</b>
<b>% Recovery</b>					<b>89.9272%</b>

Ket : fP = faktor pengenceran

### 4.3 Hasil Uji Banding Analisa Gas CRM NO<sub>x</sub> dengan Metode *Phenol Disulfonic Acid* dan *Saltzman* (Uji Statistik dari Gas CRM NO<sub>x</sub>)

Analisa kadar gas NO<sub>x</sub> dengan metode *Phenol Disulfonic Acid* dan metoda *Saltzman* (Kolom Reduktor Kadmium) memiliki perbedaan yang cukup signifikan. Data dan perhitungan uji banding analisa Gas CRM NO<sub>x</sub> dicantumkan pada Lampiran 7 halaman 43.

Tingkat kepercayaan : 95 %,  $\alpha = 0.05$

Rumusan Hipotesa :  $H_0 = \mu_1 - \mu_2 = 0$

$H_1 = \mu_1 - \mu_2 \neq 0$

Kriteria tolak hipotesa :  $t < -t_{\alpha/2}$  atau  $t > t_{\alpha/2}$

$$t_{hitung} < -2.160 \text{ dan } t_{hitung} > 2.160$$

jadi,  $t_{hitung} < -t_{\alpha/2}$  dan  $t_{hitung} > t_{\alpha/2}$

$$4.5746 < -2.160 \text{ atau } 4.5746 > 2.160$$

$T_{hitung}$  berada di luar wilayah  $t_{tabel}$  dan artinya,  $H_0$  tidak diterima.

### 4.4 Hasil Pengukuran Gas NO<sub>x</sub> dengan Alat Bacharach

Konsentrasi gas NO<sub>x</sub> (sampel) yang terdapat pada tabung yang dianalisa dengan gas analyzer yaitu **Bacharach CA 40H** buatan Amerika (USA) yang menggunakan sensor elektrokimia, yaitu 37 ppm.

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil beberapa kesimpulan, antara lain:

1. Sampel gas  $\text{NO}_x$  yang dianalisa dengan metode *Phenol Disulfonic Acid* memberikan nilai hasil analisa yang lebih baik dibanding analisa menggunakan metode reduksi kadmium.
2. Metode *Saltzman* dapat digunakan untuk menganalisa kadar oksida-oksida nitrogen ( $\text{NO}_x$ ) di udara selain menggunakan metode baku yang sudah umum digunakan yaitu metode *Phenol Disulfonic Acid*.
3. Menggunakan biji Kadmium yang berukuran lebih kecil pada metoda *Saltzman* akan memberikan hasil analisa yang lebih baik.
4. Nilai standar deviasi dan persen recovery yang diperoleh dari analisa gas CRM  $\text{NO}_x$  dengan menggunakan metode *Phenol Disulfonic Acid* adalah 1,57 dan 102,79% dan metoda *Saltzman* adalah 2,24 dan 89,93%.

### 5.2 Saran

1. Perlu penelitian lebih lanjut untuk pengujian pengaruh ukuran partikel biji kadmium pada metoda *Saltzman* terhadap senyawa standar  $\text{NO}_3^-$ .
2. Untuk mengaplikasikannya ke sampel alam.

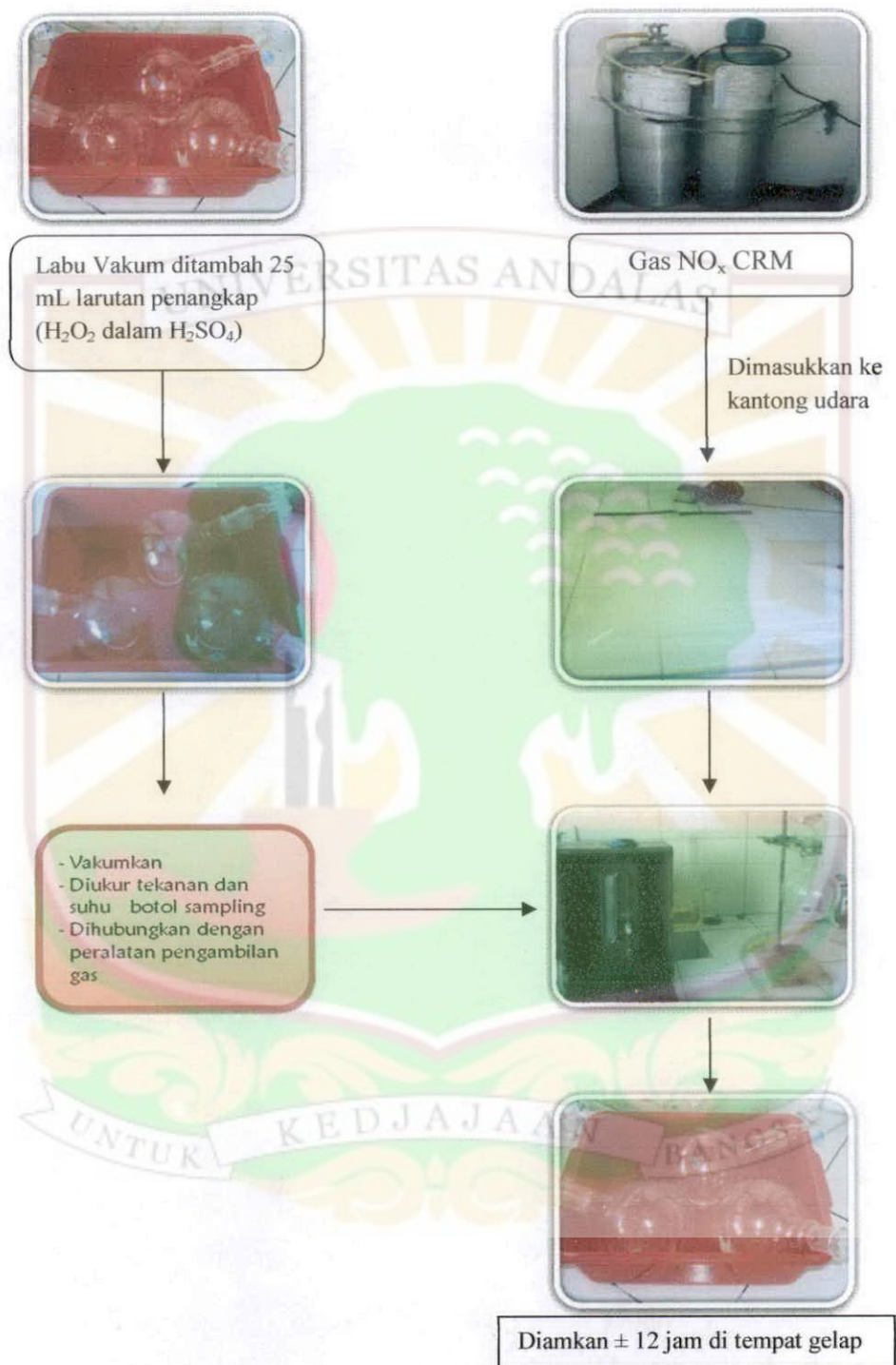
## DAFTAR PUSTAKA

1. Farida. 2004. *Makalah Pencemaran Udara dan Permasalahannya*. Bogor : Institut Pertanian Bogor.
2. Ferdias, Srikandi. 1992. *Polusi Air Dan Udara*. Yogyakarta : Kanisius
3. Badan Standarisasi Nasional. 2005. *Emisi Gas Buang-Sumber Tidak Bergerak-Bagian 5: Cara Uji Oksida-Oksida Nitrogen dengan metoda Phenol Disulfonic Acid (PDS) menggunakan Spektrofotometer*. SNI 19-7117.5-2005
4. Badan Standarisasi Nasional. 2005. *Udara Ambien-Bagian 2: Cara Uji Kadar Nitrogen Dioksida (NO<sub>2</sub>) dengan Metoda Griess Saltzman menggunakan Spektrofotometer*. SNI 19-7119.2-2005
5. Laboratorium Spektroskopi. 1998. *Praktikum Penentuan Gas Emisi NO<sub>x</sub> dari Stack (Cerobong) menggunakan Metoda Peroksida dalam Asam sulfat*. Bandung : PUSLITBANG KIMIA TERAPAN LIPI.
6. Greenberg, Arnold E, Lenore S. Clesceri dan Andrew D. Eaton. 1998. *Standard Methods for The Examination of Water and Waste Water 20<sup>th</sup> edition*) 345-346.
7. E.D. Wood, F.A.J. Armstrong dan F.A. Richards. 1967. Determination of Nitrate in Sea Water by Cadmium-Copper Reduction to Nitrite. *Analyt. Chem.*, Vol. 47 pp. 23-31.
8. American Public Health Association, American water works Association, water environment Federation. *Standar Methods for the Examination of Water and Wastewater*. United Book Press, Inc, Baltimore, maryland.
9. Anonymous.2009. *ASTM D1608 – 98 (2009) Standard Test Method for Oxides of Nitrogen in Gaseous Combustion Products (Phenol-Disulfonic Acid Procedures)*. <http://www.astm.org/Standards/D1608.htm> 14.00 WIB. 25 maret 2010.
10. Bienstock, Daniel. Amsler , Robert L. Edgar R. Bauer, Jr. Formation Of Oxides Of Nitrogen I N Pulverized Coal Combustion. *Environmental*. 1-30
11. Day, J.R & A.L.Underwood.1998. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Penerbit Erlangga: Jakarta. 312,331
12. F. Howse. 1997. Determination of Nitrate in Sea Water. *Biological*. 61-66.



13. F. Howse. 1997. Determination of Nitrite in Sea Water. *Biological*. 67-70.
14. Hasan, Iqbal. 2004. *Analisis Data Penelitian dengan Statistik*. Jakarta : Bumi Aksara.
15. Irianto, Agustus. 2007. *Statistik Konsep Dasar Dan Aplikasinya*. Jakarta : Kencana Prenada Media Group.
16. JIS (*Japanese Industrial Standard*) Handbook. 1998. *Environmental Technology*. Japanese Standars Association.
17. Khopkar, S.M. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Penerbit Universitas Indonesia : Jakarta, 346
18. Sansha J. Harris and Robert J.G. Mortimer. Determination of Nitrate in Small Water Samples (100 $\mu$ ) by The Cadmium-Copper Reduction Method: A Manual Technique with Application to The Interstitial Waters of Marine Sedimen. *Environ. Anal. Chem.*, Vol. 82, No. 6, pp. 369-376
19. Sara M. Oliveira, Teresa I. M. S. Lopes, and Antonio O. S. S. Rangel. Sequential Injection Determination of Nitrate in Vegetables by Spectrophotometry with Inline Cadmium reduction. *Soil Science and Plant Analysis*, 38: 533-544,2007.
20. Sutamihardja, R.T.M. 1985. *Dampak pada Udara dan Kebisingan*. Bahan Kuliah Kursus AMDAL, PUSDI-PSL-IPB, Bogor.
21. Thorpe, Charles J. D. The Determination of Total Nitrogen Oxides in Stack Gases. Phenoldisulfonic Acid Method. *Environmental Health*.
22. Wartini. 2000. *Kursus Uji Karakteristik Limbah B3 dengan Metoda TCLP (Penentuan Nitrit dalam Limbah B3 dengan metoda Griess Menggunakan Spektrofotometer Sinar Tampak)*. Bandung : Puslitbang Kimia Terapan LIPI.

### Lampiran 1. Skema Kerja Proses Penyampligan Gas NO<sub>x</sub>

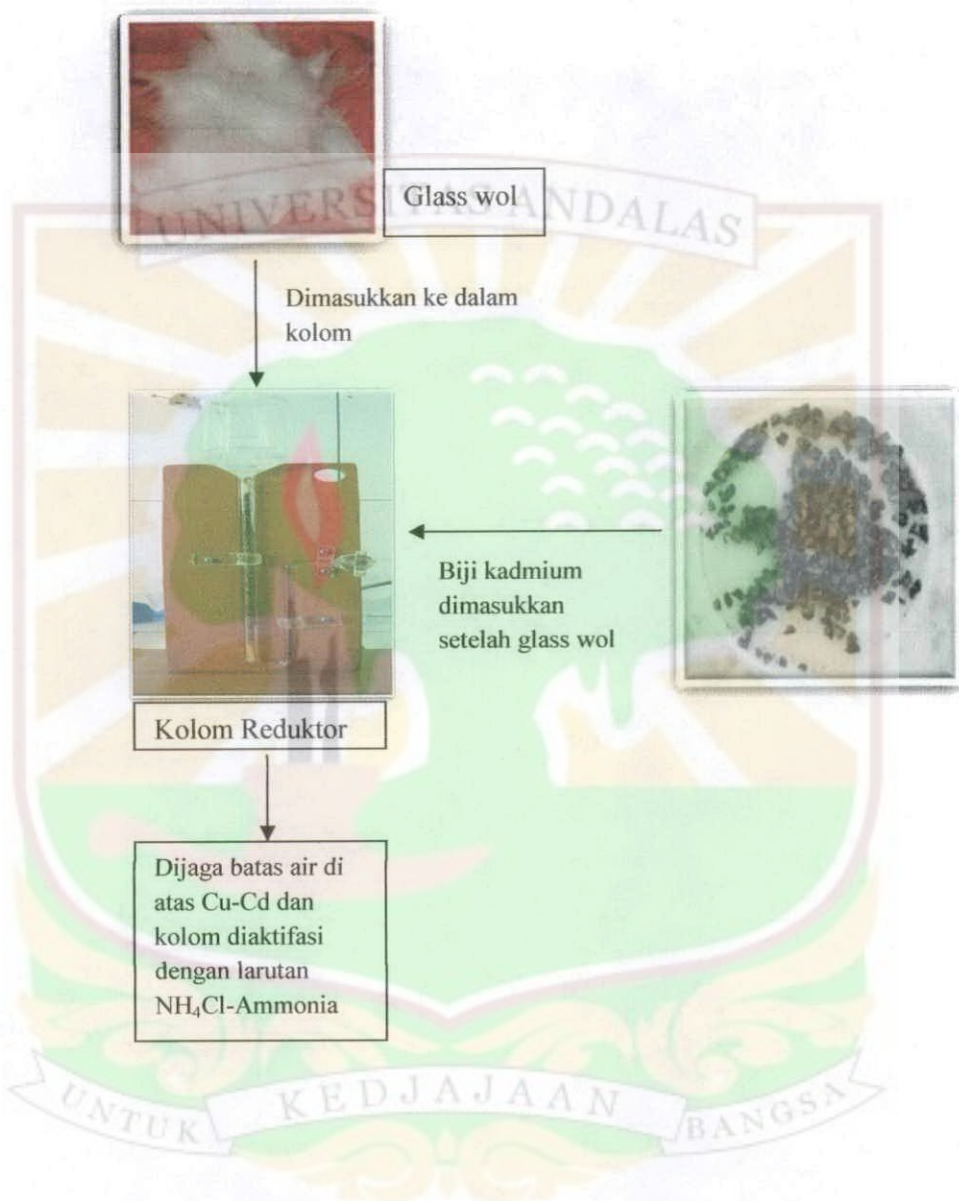


Lampiran 2. Skema Kerja Metode *Phenol Disulfonic Acid*

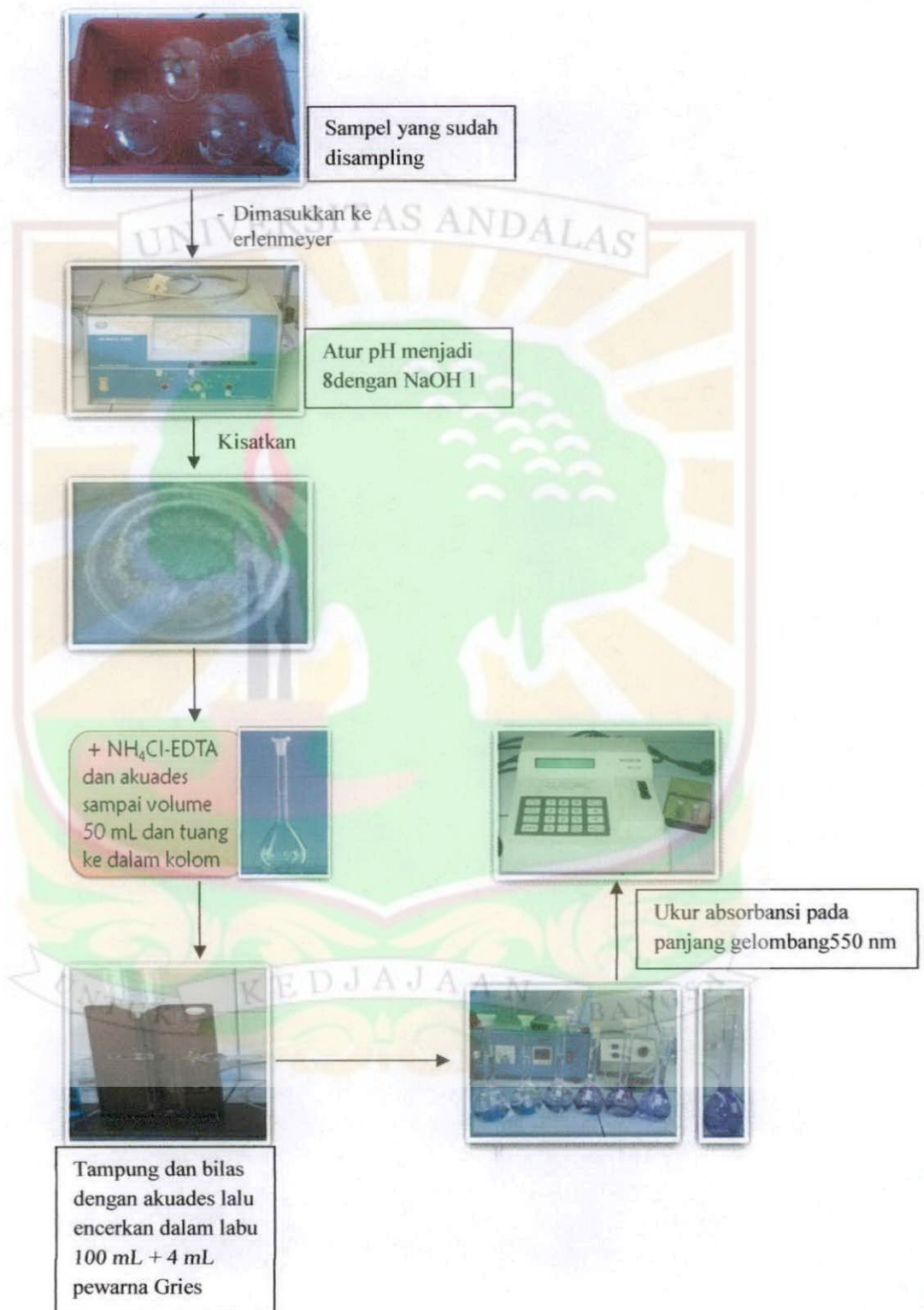


### Lampiran 3. Skema Kerja Metoda Satlzmaan

#### *Persiapan kolom reduksi*



## Analisis Sampel



#### Lampiran 4. Penentuan Kadar NOx dengan Bacharach CA 40 H



**Lampiran 5. Data Analisis Menggunakan Metode Phenol Disulfonic Acid.**

**a. Data Pembentukan Kestabilan Kompleks (larutan standar  $\text{NO}_3^-$  2 ppm)**

**Tabel 6. Data pengaruh pH terhadap kestabilan kompleks**

pH	Absorbansi			$\bar{A}$
2	0.031	0.03	0.031	0.0307
3	0.098	0.099	0.098	0.0983
4	0.102	0.103	0.103	0.1027
5	0.123	0.123	0.122	0.1227
6	0.134	0.135	0.135	0.1347
7	0.145	0.145	0.146	0.1453
8	<b>0.159</b>	<b>0.159</b>	<b>0.16</b>	<b>0.1593</b>
9	0.129	0.129	0.129	0.1290
10	0.12	0.119	0.119	0.1193
11	0.116	0.116	0.116	0.1160
12	0.107	0.106	0.106	0.1063

**Tabel 7. Penentuan pengaruh waktu reaksi terhadap kestabilan kompleks**

waktu (jam)	Absorbansi			$\bar{A}$
1	0.005	0.006	0.007	0.006
2	0.016	0.015	0.015	0.015
3	0.036	0.035	0.036	0.036
4	0.04	0.039	0.04	0.040
5	0.041	0.042	0.042	0.042
<b>24</b>	<b>0.075</b>	<b>0.076</b>	<b>0.076</b>	<b>0.076</b>
48	0.028	0.027	0.027	0.027

**Tabel 8.** Pengaruh Penambahan Volume PDS terhadap Kestabilan Kompleks

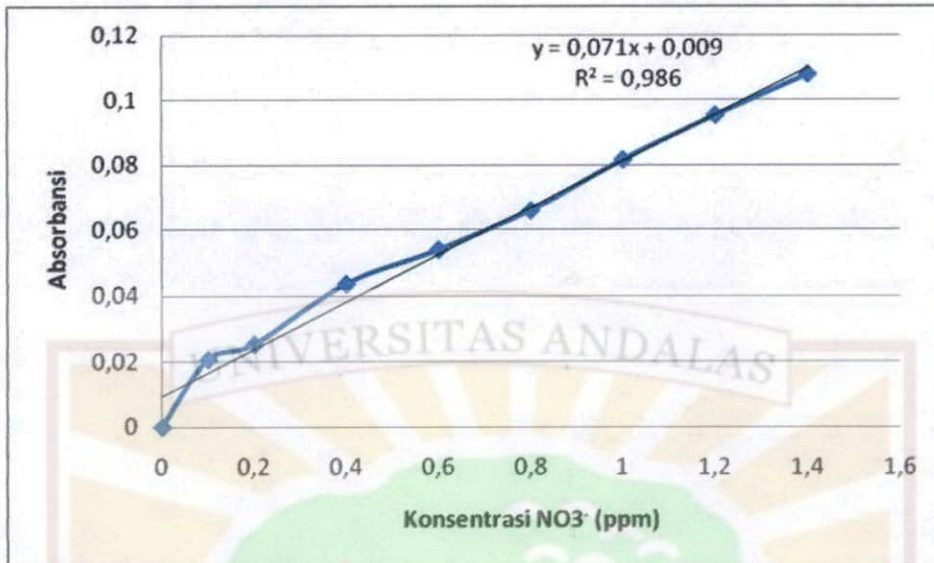
Vol. PDA (mL)	A			$\bar{A}$
0.5	0.097	0.096	0.097	0.096667
1	0.106	0.107	0.106	0.106333
1.5	0.11	0.111	0.111	0.110667
2	0.12	0.119	0.12	0.119667
2.5	0.144	0.144	0.144	0.144
3	0.151	0.152	0.152	0.151667

b. Data Penentuan Linearitas Pengukuran Konsentrasi Ion Nitrat ( $\text{NO}_3^-$ )

**Tabel 9.** Data kisaran konsentrasi kerja

Konsentrasi (ppm)	A			$\bar{A}$
0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
0,1	0,02	0,021	0,021	0,0207
0,2	0,025	0,026	0,025	0,0253
0,4	0,044	0,043	0,044	0,0437
0,6	0,054	0,054	0,054	0,0540
0,8	0,066	0,066	0,066	0,0660
1	0,082	0,081	0,082	0,0817
1,2	0,095	0,095	0,096	0,0953
1,4	0,108	0,108	0,108	0,1080





Gambar 9. Kurva Kalibrasi (kurva kerja) ion nitrat

Tabel 10. Nilai Absorbansi untuk Penentuan Konsentrasi Gas NO<sub>x</sub> dan % *Recovery* dari CRM (*Certified reference Material*) Gas NO<sub>x</sub>

No. Labu	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	$\bar{A}$
1	0.107	0.107	0.108	0.1073
2	0.111	0.111	0.112	0.1113
3	0.099	0.099	0.099	0.0990
4	0.105	0.105	0.105	0.1050
5	0.106	0.106	0.105	0.1057
6	0.103	0.104	0.103	0.1033
7	0.107	0.108	0.108	0.1077

**Lampiran 6. Data Analisis Menggunakan Metoda Reduksi Kadmium**

**a. Data Penentuan Kestabilan Kompleks Metoda Reduksi Kadmium**

**Tabel 11.** Pengaruh Waktu terhadap kestabilan Kompleks  $\text{NO}_2^-$  dengan Larutan Gries pada metoda Reduksi Kadmium

waktu (menit)	A
1	0.085
5	0.124
10	0.126
15	0.126
20	0.127
25	0.128
30	0.129
35	0.129
40	0.129
45	0.129
50	0.129
55	0.129
60	0.129

**b. Data Penentuan laju alir terhadap daya reduksi kolom**

**Tabel 12.** Pengaruh Laju Alir larutan  $\text{NO}_3^-$  terhadap Daya reduksi Kolom

laju alir (mL/menit)	A			$\bar{A}$
2	0.106	0.107	0.106	0.1063
4	0.074	0.075	0.074	0.0743
6	0.061	0.062	0.062	0.0617
8	0.056	0.057	0.057	0.0567
10	0.051	0.052	0.052	0.0517
12	0.046	0.047	0.047	0.0467

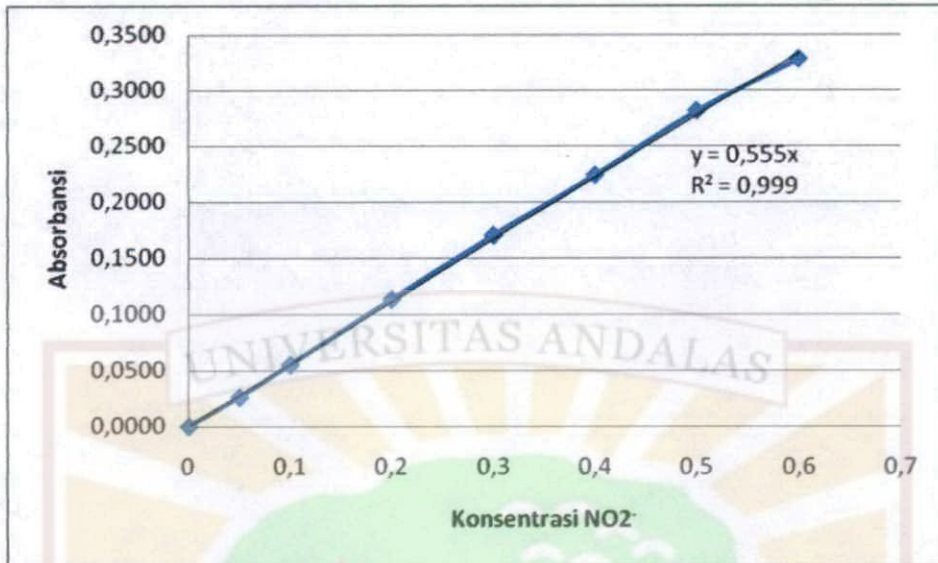
c. Data penentuan efisiensi kolom reduktor

**Tabel 13.** Pengaruh Jumlah Pemakaian terhadap Efisiensi Kolom Reduktor kadmium

No.	A			$\bar{A}$
1	0.063	0.063	0.063	0.0630
2	0.06	0.06	0.06	0.0600
3	0.066	0.067	0.066	0.0663
4	0.059	0.058	0.059	0.0587
5	0.062	0.061	0.062	0.0617
6	0.057	0.058	0.058	0.0577
7	0.068	0.068	0.068	0.0680
8	0.071	0.071	0.071	0.0710
9	0.066	0.066	0.066	0.0660
10	0.074	0.074	0.074	0.0740
11	0.078	0.078	0.078	0.0780
12	0.075	0.076	0.075	0.0753
13	0.077	0.077	0.077	0.0770
14	0.072	0.072	0.072	0.0720
15	0.069	0.07	0.069	0.0693
16	0.063	0.064	0.063	0.0633
17	0.05	0.051	0.051	0.0507

**Tabel 14.** Data kurva kalibrasi  $\text{NO}_2^-$

Konsentrasi (ppm)	A			$\bar{A}$
0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
0,05	0,026	0,026	0,026	0,0260
0,1	0,055	0,055	0,055	0,0550
0,2	0,113	0,113	0,113	0,1130
0,3	0,169	0,17	0,17	0,1697
0,4	0,223	0,224	0,224	0,2237
0,5	0,281	0,281	0,281	0,2810
0,6	0,327	0,328	0,328	0,3277



Gambar 10. Kurva kalibrasi ion Nitrit (NO<sub>2</sub><sup>-</sup>)

- d. Data pengukuran linearitas konsentrasi ion nitrat (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)

Tabel 15. Linearitas pengukuran konsentrasi larutan standar ion Nitrat

Konsentrasi (ppm)		A			$\bar{A}$
0	0.012	0.012	0.012	0.012	0.0120
0.05	0.022	0.021	0.022	0.022	0.0217
0.1	0.026	0.026	0.026	0.026	0.0260
0.2	0.052	0.051	0.051	0.051	0.0513
0.3	0.075	0.075	0.075	0.075	0.0750
0.4	0.111	0.111	0.111	0.111	0.1110
0.5	0.138	0.139	0.139	0.139	0.1387
0.6	0.161	0.161	0.161	0.161	0.1610
0.7	0.193	0.194	0.194	0.194	0.1937

Lampiran 7. Data dan Perhitungan Uji Banding Analisa Gas CRM NOx dengan Metode *Phenol Disulfonic Acid* dan Saltzman (Uji Statistik dari Gas CRM NOx).

**Tabel 16.** Konsentrasi NOx yang Diperoleh dengan Metoda *Phenol Disulfonic Acid* dan Metoda Saltzman.

No. Labu	Konsentrasi Gas NOx (ppm)	
	<i>Phenol Disulfonic Acid</i>	Reduksi Kadmium
1.	37.9601	30.13249
2.	39.3673	34.44703
3.	34.4941	35.98738
4.	36.7290	29.62938
5.	37.2028	31.39982
6.	35.7312	32.27444
7.	37.5652	33.99937
8.	-	31.07787
<b>Rata-rata</b>	<b>37.0071</b>	<b>32.3685</b>
<b>Standar Deviasi</b>	<b>1.5731</b>	<b>2.2361</b>

Tingkat kepercayaan : 95 % ,  $\alpha = 0.05$

$n_1 = 7$  ,  $n_2 = 8$

$x_1 = 37.0071$  ,  $x_2 = 32.3685$

$s_1 = 1.5731$  ,  $s_2 = 2.2361$

Rumusan Hipotesa :  $H_0 = \mu_1 - \mu_2 = 0$

$H_1 = \mu_1 - \mu_2 \neq 0$

Derajat Kebebasan :  $v = n_1 + n_2 - 2$

$= 7 + 8 - 2$

$= 13$

$t < -t_{\alpha/2}$  atau  $t > t_{\alpha/2}$

$\alpha = 0.05$

$$\alpha/2 = 0.025$$

$$t_{\text{tabel}} (v = 13, \alpha/2 = 0.025) = 2.160$$

Kriteria tolak hipotesa :  $t < -t_{\alpha/2}$  atau  $t > t_{\alpha/2}$

$$t_{\text{hitung}} < -2.160 \text{ dan } t_{\text{hitung}} > 2.160$$

Perhitungan :

$$t_{\text{hitung}} = \frac{(x_1 - x_2) - d_0}{s_p \sqrt{1/n_1 + 1/n_2}}$$

$$s_p = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

$$s_p = \sqrt{\frac{(7 - 1)(1.5731)^2 + (8 - 1)(2.2361)^2}{7 + 8 - 2}}$$

$$s_p = \sqrt{\frac{14.9046 + 35.0010}{13}}$$

$$s_p = 1.9593$$

maka,

$$t_{\text{hitung}} = \frac{(x_1 - x_2) - d_0}{s_p \sqrt{1/n_1 + 1/n_2}}$$

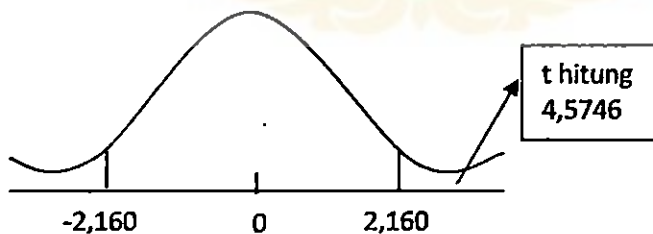
$$t_{\text{hitung}} = \frac{(37.0071 - 32.3685) - 0}{1.9593 \sqrt{1/7 + 1/8}}$$

$$t_{\text{hitung}} = \frac{4.6386}{1.0140}$$

$$t_{\text{hitung}} = 4.5746$$

jadi,  $t_{\text{hitung}} < -t_{\alpha/2}$  dan  $t_{\text{hitung}} > t_{\alpha/2}$

$$4.5746 < -2.160 \text{ atau } 4.5746 > 2.160$$



Artinya,  $H_0$  tidak diterima.

**Lampiran 8. Data dan Perhitungan Analisa Sampel Gas NOx**

a. Data hasil penentuan konsentrasi gas NOx dengan metoda Phenol disulfonic acid

**Tabel 17. Konsentrasi Gas CRM NOx dengan Metode Phenol Disulfonic Acid**

No. Labu	$\bar{A}$	ppm NOx (cairan)	v labu (ml)	Pf (mmHg)	Pi (mmHg)	Pnf (mmHg)	Pni (mmHg)	tf (°C)	ti (°C)	Vs (ml)	W (µg)	ppm NO2 (gas)
1	0.1073	1.4080	1090	760	56	23.8	23.8	25	25	986.526	70.3980	37.9601
2	0.1113	1.4677	1097	760	57	23.8	23.8	25	25	991.600	73.3831	39.3673
3	0.0990	1.2836	1095	760	57	23.8	23.8	25	25	989.750	64.1791	34.4941
4	0.1050	1.3731	1100	760	57	23.8	23.8	25	25	994.375	68.6567	36.7290
5	0.1057	1.3831	1094	760	57	23.8	23.8	25	25	988.825	69.1542	37.2028
6	0.1033	1.3483	1110	760	57	23.8	23.8	25	25	1003.625	67.4129	35.7312
7	0.1077	1.4129	1105	760	56	23.8	23.8	25	25	1000.421	70.6468	37.5652

Contoh perhitungan untuk sampel No 1 :

Menghitung volume gas yang disampling :

$$V_s = (V - 25) \times \frac{298}{760} \times \left[ \frac{P_f - P_{nf}}{273 + t_f} - \frac{P_i - P_{ni}}{273 + t_i} \right]$$

$$V_s = (1090 - 25) \times \frac{298}{760} \times \left[ \frac{760 - 23.8}{273 + 25} - \frac{56 - 23.8}{273 + 25} \right]$$

$$V_s = 986.526 \text{ m}$$

Menghitung Jumlah NO<sub>2</sub> (µg) :

$$W = \text{ppm NO}_3^- \text{ cairan} \times V \text{ larutan}$$

$$W = 1.4080 \mu\text{g/mL} \times 50 \text{ mL} = 70.3980 (\mu\text{g})$$

Menghitung Konsentrasi (ppm Gas NO<sub>2</sub>) :

$$\text{ppm NO}_2 = \frac{24.47 \times W \times 10^3}{46 \times V_s}$$

$$\text{ppm NO}_2 = \frac{24.47 \times 70.3980 \times 10^3}{46 \times 986.526}$$

$$\text{ppm NO}_2 = 37.9601 \text{ ppm}$$

b. Data hasil penentuan konsentrasi gas NOx dengan metoda Reduksi kadmium

**Tabel 18.** Konsentrasi Gas CRM NOx dengan Metode Reduksi kadmium

No. Labu	$\bar{A}$	ppm NO2 (cairan)	fP	NOx (larutan)	v labu (ml)	Pf (mmHg)	Pi (mmHg)	Pnf (mmHg)	Pni (mmHg)	tf (°C)	ti (°C)	Vs (ml)	W (µg)	ppm NO2 (gas)
1	0.152	0.5606	2	1.1212	1097	760	56	25.2	25.2	26	26	989.6894	56.0606	30.13249
2	0.175	0.6477	2	1.2955	1110	760	57	25.2	25.2	26	26	1000.2684	64.7727	34.44703
3	0.181	0.6705	2	1.3409	1100	760	57	25.2	25.2	26	26	991.0493	67.0455	35.98738
4	0.15	0.5530	2	1.1061	1102	760	57	25.2	25.2	26	26	992.8931	55.3030	29.62938
5	0.157	0.5795	2	1.1591	1090	760	57	25.2	25.2	26	26	981.8303	57.9545	31.39982
6	0.162	0.5985	2	1.1970	1095	760	57	25.2	25.2	26	26	986.4398	59.8485	32.27444
7	0.088	0.3182	4	1.2727	1105	760	57	25.2	25.2	26	26	995.6589	63.6364	33.99937
8	0.08	0.2879	4	1.1515	1094	760	57	25.2	25.2	26	26	985.5179	57.5758	31.07787

Contoh perhitungan sampel no. 1 :

Menghitung volume gas yang disampling :

$$V_s = (V - 25) \times \frac{298}{760} \times \left[ \frac{P_f - P_{nf}}{273 + t_f} - \frac{P_i - P_{ni}}{273 + t_i} \right]$$

$$V_s = (1097 - 25) \times \frac{298}{760} \times \left[ \frac{760 - 25.2}{273 + 26} - \frac{56 - 25.2}{273 + 26} \right]$$

$$V_s = 989.6894 \text{ m}$$

Menghitung Jumlah NO<sub>2</sub> (µg) :

$$W = \text{ppm NO}_3^- \text{ cairan} \times V \text{ larutan}$$

$$W = 0.5606 \mu\text{g/mL} \times 50 \text{ mL} = 56.0606 (\mu\text{g})$$

Menghitung Konsentrasi (ppm Gas NO<sub>2</sub>) :

$$\text{ppm NO}_2 = \frac{24.47 \times W \times 10^3}{46 \times V_s}$$

$$\text{ppm NO}_2 = \frac{24.47 \times 56.0606 \times 10^3}{46 \times 981.1811}$$

$$\text{ppm NO}_2 = 30.13249 \text{ ppm}$$



**Lampiran 9. Data dan Perhitungan Uji Banding Analisa Gas CRM NOx dengan Metode *Phenol Disulfonic Acid* dan Reduksi Kadmium (Uji Statistik dari Gas CRM NOx)**

**Tabel 19. Hasil Penentuan Konsentrasi Gas CRM NOx dengan Metode *Phenol Disulfonic Acid***

No. Labu	$\bar{A}$	ppm NOx (cairan)	v labu (ml)	Pf (mmHg)	Pi (mmHg)	Pnf (mmHg)	Pni (mmHg)	tf (°C)	ti (°C)	Vs (ml)	W (µg)	ppm NO2 (gas)
1	0.1073	1.4080	1090	760	56	23.8	23.8	25	25	986.526	70.3980	37.9601
2	0.1113	1.4677	1097	760	57	23.8	23.8	25	25	991.600	73.3831	39.3673
3	0.0990	1.2836	1095	760	57	23.8	23.8	25	25	989.750	64.1791	34.4941
4	0.1050	1.3731	1100	760	57	23.8	23.8	25	25	994.375	68.6567	36.7290
5	0.1057	1.3831	1094	760	57	23.8	23.8	25	25	988.825	69.1542	37.2028
6	0.1033	1.3483	1110	760	57	23.8	23.8	25	25	1003.625	67.4129	35.7312
7	0.1077	1.4129	1105	760	56	23.8	23.8	25	25	1000.421	70.6468	37.5652

$$\text{Konsentrasi rata-rata gas NOx} = \frac{\sum \text{ppm gas NOx}}{n}$$

$$= \frac{37.9601 + 39.3673 + 34.4941 + 36.7290 + 37.2028 + 35.7312 + 37.5652}{7}$$

$$= 37.0071 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{ppm gas CRM NOx hasil analisa}}{\text{ppm gas CRM NOx sebenarnya}} \times 100\%$$

$$= \frac{37.0071}{36} \times 100\% = 102.7975 \%$$

**Tabel 20.** Hasil Penentuan Konsentrasi Gas CRM NOx dengan Metode Reduksi Kadmium

No. Labu	$\bar{A}$	ppm NO2 (cairan)	fP	No3 (larutan)	v labu (ml)	Pf (mmHg)	Pi (mmHg)	Pnf (mmHg)	Pni (mmHg)	tf (°C)	ti (°C)	Vs (ml)	W (µg)	ppm NO2 (gas)
1	0.152	0.5606	2	1.1212	1097	760	56	25.2	25.2	26	26	989.6894	56.0606	30.13249
2	0.175	0.6477	2	1.2955	1110	760	57	25.2	25.2	26	26	1000.2684	64.7727	34.44703
3	0.181	0.6705	2	1.3409	1100	760	57	25.2	25.2	26	26	991.0493	67.0455	35.98738
4	0.15	0.5530	2	1.1061	1102	760	57	25.2	25.2	26	26	992.8931	55.3030	29.62938
5	0.157	0.5795	2	1.1591	1090	760	57	25.2	25.2	26	26	981.8303	57.9545	31.39982
6	0.162	0.5985	2	1.1970	1095	760	57	25.2	25.2	26	26	986.4398	59.8485	32.27444
7	0.088	0.3182	4	1.2727	1105	760	57	25.2	25.2	26	26	995.6589	63.6364	33.99937
8	0.08	0.2879	4	1.1515	1094	760	57	25.2	25.2	26	26	985.5179	57.5758	31.07787

$$\text{Konsentrasi rata-rata gas NOx} = \frac{\sum \text{ppm gas NOx}}{n}$$

$$= \frac{30.1325 + 34.4470 + 35.9874 + 29.6294 + 31.3998 + 32.2744 + 33.9994 + 31.0779}{8}$$

$$= 32.3685 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{ppm gas CRM NOx hasil analisa}}{\text{ppm gas CRM NOx sebenarnya}} \times 100\%$$

$$= \frac{32.3685}{3} \times 100\% = 89.9125\%$$