

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan pada penelitian ini adalah deksripsi kuantitatif yaitu kadar cemaran nitrit, sulfat, fluorida, dan total zat padat terlarut pada sampel air minum dalam kemasan.

B. Waktu dan Tempat Penelitian

1. Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari - Mei 2020 dimulai dari kegiatan persiapan sampai pelaksanaan penelitian dan analisis data.

2. Tempat Penelitian

Penelitian dengan judul “Analisis Cemaran Kimia NO_2^- , SO_4^{2-} , F^- dan Jumlah Zat Padat Terlarut pada Air Minum dalam Kemasan” ini dilakukan di Laboratorium Kimia Lingkungan Balai Riset dan Standardisasi Industri Surabaya.

C. Bahan dan Alat

1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: sampel air minum dalam kemasan sebanyak 5 merk sampel; aquades; sulfanilamid; HCl; natrium nitrit NaNO_2 , N-(1-naftil etilen diamin dihidroklorida); magnesium klorida heksahidrat $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; natrium asetat $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$; kalium nitrat KNO_3 ; asam asetat CH_3COOH 99%; natrium sulfat Na_2SO_4 ; kristal barium klorida $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; natrium fluorida anhidrat NaF ; larutan SPADNS (sodium 2-parasulfofenylazo 20-1,8-dihidroxy-3,6-naftalene disulfanat); dan zirkonil klorida oktahidrat $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

2. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: spektrofotometer UV-Visible; kuvet; neraca analitik; *magnetic stirrer*; *hot plate stirrer*;

waterbath; oven; cawan porselin; kertas timbang; spatula; pipet ukur, gelas beker; corong gelas, dan erlenmeyer.

D. Variabel Penelitian

1. Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah sampel air minum dalam kemasan dengan berbagai merk.

2. Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah kadar nitrit, sulfat, fluorida, dan total zat padat terlarut pada sampel air minum dalam kemasan.

E. Definisi Operasional Variabel

No	Variabel	Definisi	Cara Ukur	Hasil Ukur	Skala Data
1	Kadar Nitrit	Nilai konsentrasi nitrit yang terdapat pada sampel AMDK	Pengukuran kadar nitrit menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis	Kadar nitrit dinyatakan dalam bentuk mg/L	Rasio
2	Kadar Sulfat	Nilai konsentrasi sulfat yang terdapat pada sampel AMDK	Pengukuran kadar sulfat menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis	Kadar sulfat dinyatakan dalam bentuk mg/L	Rasio
3	Kadar Fluorida	Satuan konsentrasi fluorida yang terdapat pada sampel	Pengukuran kadar fluorida menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis	Kadar fluorida dinyatakan dalam bentuk mg/L	Rasio

		AMDK			
4	Kadar Total Zat Padat Terlarut	Satuan konsentrasi total zat padat terlarut yang terdapat pada sampel AMDK	Pengukuran kadar total zat padat terlarut menggunakan metode gravimetri	Kadar total zat padat terlarut dinyatakan dalam bentuk mg/L	Rasio

F. Metode Penelitian

1. Analisis Kadar Nitrit (SNI 01-3554-2006)

a. Pembuatan Larutan Induk Nitrit 250 mg/L

Sebanyak 1,232 gram natrium nitrat NaNO_2 dilarutkan menggunakan 100 mL aquades dan ditambahkan kloroform sebanyak 1 mL lalu dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL. Selanjutnya larutan diencerkan hingga tanda batas menggunakan aquades.

b. Pembuatan Larutan Standar Nitrit

Larutan standar nitrit dibuat dalam variasi konsentrasi 0,05; 0,10; 0,25; dan 0,50 mg/L dengan memipet larutan induk nitrit secara berurutan 0,02; 0,04; 0,1; dan 0,2 mL. Selanjutnya masing-masing larutan induk yang telah dipipet dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas. Larutan dikocok hingga homogen.

c. Pembuatan Pereaksi Asam Sulfanilat

Sulfanilamid sebanyak 5 gram dilarutkan dengan 50 mL HCl pekat dan 300 mL aquades dalam gelas beker 500 mL. Larutan diencerkan hingga volume 500 mL.

d. Pembuatan Pereaksi Naftil Etilen Diamin Dihidroklorida

N-(1-naftil etilen diamin dihidroklorida) sebanyak 500 mg dilarutkan menggunakan 100 mL aquades lalu dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL. Larutan diencerkan hingga tanda batas menggunakan aquades kemudian dikocok hingga homogen.

e. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Nitrit

Ke dalam larutan standar yang telah dibuat ditambahkan pereaksi asam sulfanilat sebanyak 1 mL lalu dibiarkan bereaksi selama 2 – 8 menit. Selanjutnya ditambahkan pereaksi naftil etilen diamin dihidroklorida sebanyak 1 mL, diaduk hingga homogen lalu dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur absorbansi masing-masing larutan standar pada panjang gelombang 543 nm. Kemudian dibuat kurva kalibrasi dan persamaan linearnya.

f. Pengukuran Absorbansi Sampel

Sampel sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL lalu ditambahkan pereaksi asam sulfanilat sebanyak 1 mL lalu dibiarkan bereaksi selama 2 – 8 menit. Selanjutnya ditambahkan pereaksi naftil etilen diamin dihidroklorida sebanyak 1 mL, diaduk hingga homogen lalu dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur absorbansi sampel. Sampel dibuat sebanyak satu kali replikasi dengan pembacaan absorbansi sebanyak dua kali.

2. Analisis Kadar Sulfat (SNI 01-3554-2006)

a. Pembuatan Larutan Buffer A

Sebanyak 30 gram $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, 5 gram $CH_3COONa \cdot 3H_2O$, 1 gram KNO_3 , dan 20 mL asam asetat 99% dilarutkan dalam 500 mL aquades dan diencerkan hingga volume 1000 mL pada labu takar.

b. Pembuatan Larutan Induk Sulfat 100 mg/L.

Ditimbang sebanyak 1,479 gram Na_2SO_4 yang telah dikeringkan dalam oven selama 24 jam pada suhu $105^{\circ}C$.

Kemudian dilarutkan menggunakan aquades dan diencerkan pada labu takar 1000 mL. Larutan dikocok hingga homogen.

c. Pembuatan Larutan Standar Sulfat

Dibuat larutan standar sulfat dengan variasi konsentrasi 0,0 mg/L; 10,0 mg/L; 20,0 mg/L dan 30,0 mg/L dengan cara memipet larutan induk sulfat 100 mg/L sebanyak 0; 10; 20; dan 30 mL dan dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL lalu ditambahkan aquades hingga tanda batas.

d. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Sulfat

Sebanyak 50 mL larutan standar dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL atau gelas beker 250 mL lalu ditambahkan 20 mL larutan buffer A dan dihomogenkan dengan menggunakan *magnetic stirer* selama 60 detik setelah ditambahkan BaCl_2 sebanyak 0,25 gram. Selanjutnya larutan standar diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm kemudian dibuat kurva kalibrasi untuk menentukan persamaan regresinya.

e. Pengukuran Absorbansi Sampel

Sampel sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL dan ditambahkan 10 mL larutan buffer A. Selanjutnya dihomogenkan dengan menggunakan *magnetic stirer* selama 60 detik setelah ditambahkan BaCl_2 sebanyak 0,25 gram. Larutan sampel dibuat satu kali replikasi. Selanjutnya larutan sampel diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm dengan pembacaan sebanyak dua kali.

3. Analisis Kadar Fluorida (SNI 01-3554-2006)

a. Pembuatan Larutan Induk Fluorida 10 mg/L

Sebanyak 221,0 mg natrium fluorida anhidrat dilarutkan dalam aquades dan dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas. Selanjutnya dari larutan induk fluorida 1000 mg/L diambil sebanyak 1 mL dan dimasukkan

ke dalam labu takar 100 mL lalu diencerkan menggunakan aquades hingga tanda batas.

b. Pembuatan Larutan Standar

Larutan standar dibuat dalam variasi konsentrasi 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; dan 1 mg/L dengan memipet larutan induk fluorida 10 mg/L berurutan 0,25; 0,5; 1; 2; 5; dan 10 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas.

c. Pembuatan Pereaksi SPADNS dan Asam Zirkonil

Sebanyak 133 mg $ZrOC1_2 \cdot 8H_2O$ dilarutkan menggunakan 25 mL aquades lalu ditambahkan dengan HCl sebanyak 350 mL kemudian ditambahkan dengan aquades hingga volume 500 mL. Setelah itu larutan asam zirkonil dicampurkan dengan larutan pereaksi SPADNS dengan perbandingan 1:1.

d. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Fluorida

Sebanyak 50 mL larutan standar dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL lalu ditambahkan dengan pereaksi SPADNS dan asam zirkonil sebanyak 10 mL dan dikocok hingga homogen. Selanjutnya larutan standar diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 570 nm. Setelah itu dibuat kurva kalibrasi untuk menentukan persamaan regresinya.

e. Pengukuran Absorbansi Sampel

Sebanyak 50 mL larutan sampel dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL lalu ditambahkan dengan pereaksi SPADNS dan asam zirkonil sebanyak 10 mL dan dikocok hingga homogen. Selanjutnya sampel diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 570 nm. Sampel dibuat sebanyak satu kali replikasi dengan pembacaan absorbansi sebanyak dua kali.

4. Total Padatan Terlarut (TDS) (SNI 01-3554-2006)

Cawan porselin dipanaskan dalam oven selama 1 jam dengan suhu 103°C - 105°C . Setelah itu didinginkan di dalam desikator dan ditimbang hingga bobot tetap. Sampel sebanyak 50 mL yang sudah disaring menggunakan kertas saring dimasukkan ke dalam cawan porselin dan diuapkan menggunakan *waterbath* hingga kering. Cawan porselin dipanaskan ke dalam oven dengan suhu 103°C - 105°C selama 1 jam kemudian didinginkan di dalam desikator dan ditimbang hingga bobot tetap. Setiap sampel dibuat sebanyak satu kali replikasi.

G. Pengolahan, Penyajian, dan Analisis Data

Hasil dari analisis kadar nitrit, sulfat, dan fluorida diperoleh absorbansi sampel yang kemudian disajikan dalam bentuk tabel yang disertai pembahasan dan kesimpulan. Tabel hasil pemeriksaan dibuat sebagai berikut:

Tabel 3 Data Absorbansi dan Kadar Nitrit pada Sampel AMDK

No	Sampel	Absorbansi	Kadar (mg/L)
1	A
2	B
3	C
4	D
5	E

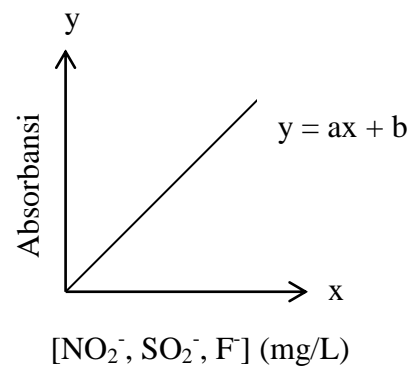
Tabel 4 Data Absorbansi dan Kadar Sulfat pada Sampel AMDK

No	Sampel	Absorbansi	Kadar (mg/L)
1	A
2	B
3	C
4	D
5	E

Tabel 5 Data Absorbansi dan Kadar Fluorida pada Sampel AMDK

No	Sampel	Absorbansi	Kadar (mg/L)
1	A
2	B
3	C
4	D
5	E

Kadar nitrit, sulfat, dan fluorida pada sampel dihitung dengan menggunakan kurva kalibrasi yang selanjutnya dibuat sebuah persamaan regresi:



Gambar 1 Kurva Kalibrasi dan Persamaan Regresi

Kadar (mg/L):

$$y = ax + b \rightarrow x = \frac{y - b}{a}$$

Keterangan:

y = absorbansi

x = kadar (mg/L)

Sedangkan hasil dari analisis TDS disajikan dalam bentuk tabel sebagai berikut:

Tabel 6 Data Berat Cawan dan Kadar TDS pada Sampel AMDK

No	Sampel	Volume (mL)	W ₀ (mg)	W ₁ (mg)	Kadar (mg/L)
1	A	50
2	B	50
3	C	50
4	D	50
5	E	50

Kadar total padatan terlarut pada sampel dihitung menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Zat terlarut mg/L} = \frac{W_1 - W_0}{V} \times 1000$$

Keterangan:

W₁ = berat cawan setelah pengujian (mg)

W₀ = berat cawan kosong (mg)

V = volume sampel (mL)