

## ANALISIS KANDUNGAN NITRAT DAN NITRIT DALAM AIR MINUM ISI ULANG DENGAN PEREAKSI GRIES MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK

Emma Emawati<sup>1</sup>, Tita Mustika<sup>1</sup>, Tursino<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Sekolah Tinggi Farmasi Bandung, Bandung, Jawa barat, Indonesia.

<sup>2</sup>Institut Teknologi Bandung, Bandung, Jawa Barat, Indonesia

Emma.emawati@stfb.ac.id

### ABSTRAK

Keberadaan depot air minum isi ulang terus meningkat, hal ini sejalan dengan dinamika keperluan masyarakat terhadap air minum yang bermutu dan aman untuk dikonsumsi. Salah satu syarat kualitas air minum secara kimiawi adalah batasan kandungan nitrat dan nitrit dengan kadar maksimum untuk nitrat 10 mg/L dan nitrit 1 mg/L. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kandungan nitrat dan nitrit dalam air minum isi ulang di daerah Cibiru, Bandung. Metode yang digunakan adalah spektrofotometri sinar tampak dengan pereaksi Gries. Nitrit dalam suasana asam akan bereaksi dengan sulfanilamid dan naphthil etilendiamin dihidroklorida membentuk senyawa azo yang berwarna merah keunguan yang dapat menyerap pada  $\lambda$  535 nm. Sedangkan analisis nitrat didasarkan pada reaksi reduksi nitrat menjadi nitrit oleh granula Zn dan nitrit yang terbentuk bereaksi dengan pereaksi yang sama. Dari hasil penelitian diperoleh linieritas yang baik dengan koefisien korelasi ( $r$ ) adalah 0,998, BD adalah 0,09 bpj, dan BK adalah 0,29 bpj (nitrit) sedangkan koefisien korelasi ( $r$ ) = adalah 0,998, BD adalah 1,62 bpj, dan BK adalah 5,39 bpj (nitrat). Hasil pengukuran sampel diperoleh kadar tertinggi untuk nitrit dan nitrat berturut-turut adalah 0,49 bpj dan 7,60 bpj. Pereaksi gries dapat digunakan untuk analisis nitrat dan nitrit dalam air minum isi ulang dan semua sampel yang dianalisis mengandung nitrat dan nitrit tetapi tidak melebihi ambang batas yang telah ditentukan.

**Kata kunci:** air minum isi ulang, nitrat, nitrit, spektrofotometri sinar tampak

### ABSTRACT

**Background and aims:** The presence of drinking water depot is increasing lately by considering that it has important role at fulfilling people's need in terms of consuming a safe and qualify water. One of requisites of a good water chemically is the content limits of nitrate and nitrite. According to PP No.20 1990 the maximum limit of nitrate is 10mg/l and nitrite 1 mg/l. This reserach aims to figure out content of nitrate and nitrite on drinking water depot can analysis with reagent Gries and figure out content of nitrate and nitrite on drinking water depot at Cibiru, Bandung. **Method:** Nitrite in acid will reacts with sulfanilamide and naphthil etilendiamin dihidrokloride forming azo compounds purplish red that can permeate on  $\lambda$  535 nm. Meanwhile nitrate based on reduced in which nitrate change into intrit with granula Zn and nitrite formed reacts with the same reagent. **Result:** The method has a good lienarity with  $r=0,998$ , BD 0,09 bpj dan BK 0,29 bpj for nitrite, on the other hand, the nitrat shows  $r = 0,998$ , BD 1,62 bpj, dan BK 5,39 bpj. Accuracy values and nitrite's precision shows the feedback value 99,7% with variety of koefesien 2,6%, meanwhile nitrita's precision shows the feedback value 99,9% with variety of koefesien 2,7%. The result of measurment of sample shows that the highest level of nitrite (0,49 bpj) and nitrate (7,60 bpj) is up to the 10th. **Conclusion:** Reagent Gries can used for analysis nitrate and nitrite on drinking water depot and all sampel consists nitrate and nitrite without over the limits that has been declared.

**Keywords:** nitrate, nitrite, drinking water depot, visible light spectrophotometry

### PENDAHULUAN

Keberadaan depot air minum isi ulang terus meningkat, hal ini sejalan dengan dinamika keperluan masyarakat terhadap air minum yang

bermutu dan aman untuk dikonsumsi. Air minum yang bisa diperoleh di depot-depot isi ulang harganya bisa sepertiga dari produk air minum dalam kemasan yang bermerek. Karena itu banyak rumah tangga beralih pada layanan ini. Hal inilah

yang menyebabkan depot-depot air minum isi ulang bermunculan. Meski lebih murah, tidak semua depot air minum isi ulang terjamin keamanan produknya (Widyanti, 2004).

Peraturan Pemerintah No. 20 Tahun 1990 tentang Pengendalian Pencemaran Air bahwa air minum tersebut dikatakan aman apabila memenuhi persyaratan. Salah satu syarat kualitas air minum secara kimiawi adalah batasan kandungan nitrat dan nitrit. Kadar maksimum dalam air minum untuk nitrat 10 mg/l dan nitrit 1 mg/l.

Dalam tubuh, senyawa nitrat dalam konsentrasi tinggi akan direduksi menjadi nitrit dengan bantuan bakteri rumen dan nitrit inilah sebagai penyebab keracunan. Senyawa nitrit akan masuk ke dalam darah dan bereaksi dengan haemoglobin sehingga menghasilkan methaemoglobin yang dapat merusak sistem transportasi oksigen dalam darah (Osweiler dkk, 1976).

Menurut SNI 01-63554-2006 tentang Cara Uji Air Minum Dalam Kemasan secara Spektrofotometri menentukan nitrit menggunakan pereaksi Gries sedangkan nitrat dengan penambahan sejumlah larutan asam klorida. Pada penelitian ini nitrat dan nitrit ditentukan dengan pereaksi Gries. Dimana untuk nitrat dengan terlebih dahulu dilakukan reduksi nitrat menjadi nitrit dengan granul Zn (Narayana dan Kenchaiah, 2009). Nitrit dalam suasana asam akan bereaksi dengan sulfanilamid dan naftil etilendiamin dihidroklorida membentuk senyawa azo yang berwarna merah keunguan. Warna yang terbentuk diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum 535 nm.

## METODE PENELITIAN

### Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian Spektrofotometri UV- Vis Shimatzu 1800, timbangan analitik Metler Toledo, water bath, alat-alat gelas di laboratorium

### Bahan

Bahan yang digunakan meliputi, natrium nitrit, kalium nitrat, asam sulfanilat, asam klorida, N-(1-naftil etilendiamin dihidroklorida), glisin, natrium hidroksida, *naftil etilendiamin dihidroklorida*.

#### 1. Pembuatan larutan induk

*Larutan Induk Nitrit 1000 bpj*: 0,15 g  $\text{NaNO}_2$  dilarutkan dalam labu ukur 100 mL dengan aquabidest.

*Larutan Induk Nitrat 1000 bpj*: 0,1629 g  $\text{KNO}_3$  dilarutkan dalam labu ukur 100 mL dengan aquabidest.

#### 2. Pembuatan pereaksi

*Larutan asam sulfanilat*: 0,5 g sulfanilat dengan campuran 5 mL HCl pekat dan 30 mL aquabidest di dalam labu ukur 50 mL. Encerkan dengan aquabidest sehingga volumenya menjadi 50 mL.

*Larutan naftil etilendiamin dihidroklorida*: 0,5 g N-(1-naftil etilendiamin dihidroklorida) dengan 100 mL aquabidest di dalam beaker glass 500 mL. Encerkan dengan aquabidest sehingga volumenya menjadi 500 mL.

#### 3. Pembuatan Buffer Glisin pH 9,7

Sebanyak 0,75 g glisin dalam labu ukur 50 mL dengan sedikit aquabidest, lalu digenapkan sampai dengan 50 mL, kemudian pH diatur dengan penambahan larutan NaOH.

#### 4. Penentuan panjang gelombang maksimum

Sebanyak 3 mL larutan baku nitrit 1 bpj dan 2 mL larutan asam sulfanilat dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Biarkan bereaksi selama 10 menit. Ditambahkan dengan 2 mL larutan naftil etilendiamin dihidroklorida, aduk dan biarkan bereaksi selama 30 menit. Larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada panjang gelombang antara 400-800 nm.

#### 5. Penentuan kurva baku

*Penentuan kurva baku nitrit*: Dibuat larutan baku nitrit dengan konsentrasi 0,2 – 2 bpj. Masing-masing konsentrasi dipipet 3 mL dan 2 mL larutan asam sulfanilat dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Biarkan bereaksi selama 10 menit. Ditambahkan dengan 2 mL larutan naftil etilendiamin dihidroklorida, aduk dan dibiarkan bereaksi selama 30 menit. Larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 535 nm.

*Penentuan kurva baku nitrat*: Dibuat larutan baku nitrat dengan konsentrasi 2 – 20 bpj. Dari masing-masing konsentrasi dipipet 1 mL kemudian ditambahkan 0,5 – 1,5 g granul Zn. Biarkan bereaksi selama 10 menit, kemudian granul Zn dipisahkan dan larutan digenapkan dalam labu ukur

10 mL. Dari larutan tersebut diambil 3 mL dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Pada tabung reaksi tersebut ditambahkan 2 mL larutan asam sulfanilat. Dibiarkan larutan tersebut bereaksi selama 10 menit. Ditambahkan 2 mL larutan naftil etilendiamin dihidroklorida, diaduk dan dibiarkan selama 30 menit. Larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 535 nm.

#### 6. Penetapan kadar sampel

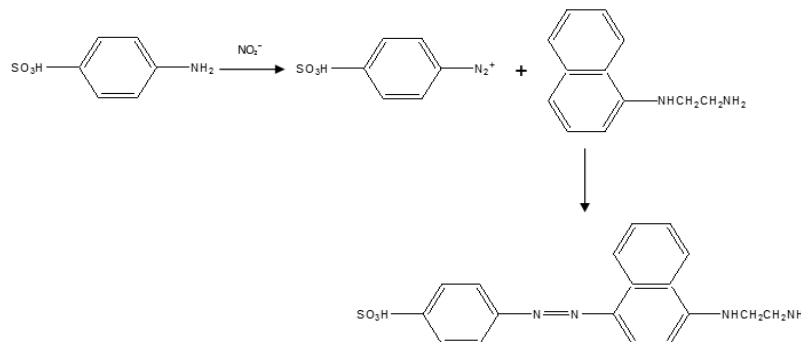
*Penetapan kadar nitrit:* Sebanyak 3 mL sampel dan 2 mL larutan asam sulfanilat dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Dibiarkan bereaksi selama 10 menit. Ditambahkan dengan 2 mL larutan naftil etilendiamin dihidroklorida, diaduk dan dibiarkan bereaksi selama 30 menit. Larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 535 nm.

*Penetapan kadar nitrat:* Sebanyak 1 mL sampel ditambahkan 0,5 – 1,5 g granul Zn. Dibiarkan bereaksi selama 10 menit, kemudian granul Zn dipisahkan dan larutan digenapkan dalam labu ukur

10 mL. Dari larutan tersebut diambil 3 mL dan 2 mL larutan asam sulfanilat dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Dibiarkan bereaksi selama 10 menit. Ditambahkan dengan 2 mL larutan naftil etilendiamin dihidroklorida, diaduk dan dibiarkan bereaksi selama 30 menit. Larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 535 nm.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

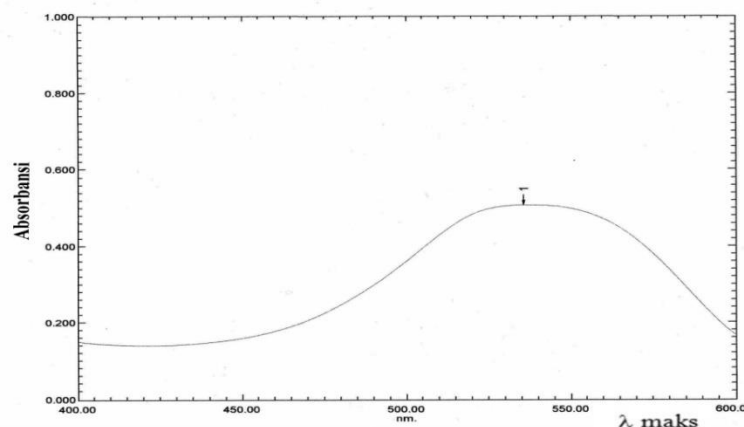
Analisis nitrat – nitrit dengan metode spektrofotometri sinar tampak ini dilakukan menggunakan pereaksi Gries. Nitrit dalam suasana asam akan bereaksi dengan sulfanilamid dan naftil etilendiamin dihidroklorida membentuk senyawa azo yang berwarna merah keunguan. Warna yang terbentuk diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Sedangkan untuk nitrat, digunakan pereaksi Gries dengan terlebih dahulu dilakukan reduksi nitrat menjadi nitrit dengan granul Zn. Derivatisasi nitrit menggunakan reaksi griess dapat dilihat pada Gambar 1.



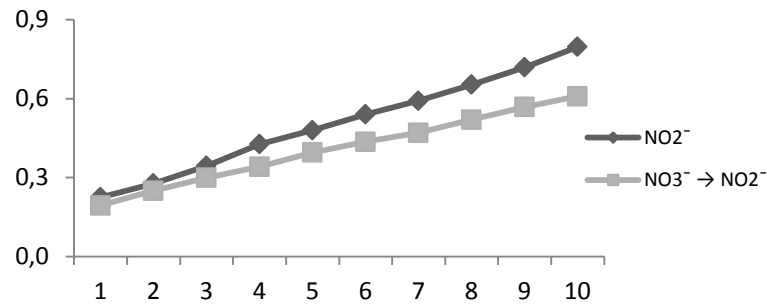
Gambar 1. Derivatisasi nitrit menggunakan reaksi Griess (Martina dkk, 2009)

Pada penelitian ini panjang gelombang maksimum diukur pada rentang 400-800 nm. Hasil menunjukkan bahwa panjang gelombang

maksimum hasil reaksi antara nitrit dengan pereaksi Gries adalah pada panjang gelombang 535 nm (Gambar 2).



Gambar 2. Spektrum UV-Vis antara derivat nitrit.



Gambar 3. Kurva kalibrasi larutan baku derivat nitrat dan nitrit.

Penentuan kurva kalibrasi nitrit dilakukan dengan cara mengukur berbagai konsentrasi larutan baku, dibuat pada seri konsentrasi 0,2 – 2 bpj diukur serapan pada panjang gelombang 535 nm (Gambar 3). Dari kurva kalibrasi diperoleh hubungan linier antara konsentrasi dan serapan dengan persamaan regresi linier  $y = 0,313x + 0,160$  dengan koefisien korelasi ( $r$ ) adalah 0,998.

Dari kurva kalibrasi diperoleh hubungan linier antara konsentrasi dan serapan. Sedangkan penentuan kurva kalibrasi nitrat dilakukan dengan seri konsentrasi 2 – 20 bpj yang dapat dilihat pada Gambar 3. Dari kurva diperoleh hubungan linier antara konsentrasi dan serapan dengan persamaan regresi linier  $y = 0,022x + 0,158$  dengan koefisien korelasi  $r = 0,998$ .

Sumber nitrat dapat diperoleh dari pupuk nitrogen, sampah organik, dimana dapat mengakibatkan meningkatnya kadar nitrat dalam air. Senyawa yang mengandung nitrat di dalam tanah biasanya larut dan mudah bermigrasi dengan air bawah tanah, juga nitrat dapat berasal dari permukaan air selama

produktivitas primer, ketika tumbuhan mati terdekomposisi kemudian nitrat teregenerasi ke kolom air.

Senyawa nitrit pada perairan merupakan hasil reduksi senyawa nitrat atau oksidasi amonia oleh mikroorganisme. Sumber utama nitrit dalam lingkungan adalah oksidasi mikrobadari ion ammonium, terutama oleh genus *Nitrosomonas* atau reduksi nitrat oleh bakteri denitrifikasi yaitu *Pseudomonas* dan *Achromobacter*.

Setelah dilakukan analisis kandungan nitrat dan nitrit pada sampel, semua sampel mengandung nitrat dan nitrit tetapi tidak melebihi ambang batas yang telah ditentukan (Tabel 1).

$$NO_3^- = (NO_2^- \text{ total} - NO_2^- \text{ dalam sampel}) \times \frac{BM \text{ Nitrat}}{BM \text{ Nitrit}}$$

Tabel 1. Hasil penetapan kadar nitrat dan nitrit dalam sampel

Sampel ke-	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> dalam sampel (mg/L)	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> total dalam sampel (mg/L)	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> dalam sampel (mg/L)
1	0,32	5,30	6,71
2	0,29	4,76	6,01
3	0,34	4,60	5,74
4	0,47	5,27	6,89
5	0,35	4,79	5,98
6	0,29	5,49	7,01
7	0,34	5,75	7,28
8	0,31	4,95	6,25
9	0,45	5,94	7,39
10	0,49	6,13	7,60

Ketentuan: ambang batas untuk  $\text{NO}_2$  sebesar 1bpj dan untuk  $\text{NO}_3$  sebesar 10 bpj

### KESIMPULAN

Analisis kandungan nitrat dan nitrit dalam air minum isi ulang dapat dilakukan dengan pereaksi Gries, dimana pada semua sampel mengandung nitrat dan nitrit yang tidak melebihi ambang batas yang ditentukan.

### DAFTAR PUSTAKA

Forutan Salehi Nezhad, Akram Yar Ahmadi and Amin Yeilagh Cheghakhor. 2013. *Evaluation of thermal stress on Sertoli cells and its effect on nitric oxide production in vitro*. European Journal of Zoological Research, 2013, 2 (6):85-88. Iran: Scholars Research Library.

Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol. 1, No.3, Desember 2004, 117 – 135. ISSN : 1693-9883. Universitas Indonesia: Departemen Farmasi FMIPA.

Narayana, Badiadka, Kenchaiah Sunil. 2009. *A Spectrophotometric Method for the Determination of Nitrite and Nitrate*. Eurasian J. Anal. Chem. 4(2): 204-214, 2009. India: Mangalore University.

Peraturan Pemerintah. 1990. *Peraturan Pemerintah No. 20 Tahun 1990 Tentang Pengendalian Pencemaran Air Tentang Pengendalian Air*. Jakarta.

Standar Nasional Indonesia. 2006. *Cara Uji Air Minum Dalam Kemasan*. SNI 01-63554-2006. ICS 67160.20. Badan Standarisasi Nasional.