



# I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Air merupakan sumber kehidupan bagi makhluk hidup dan semakin meningkat seiring dengan perkembangan zaman. Air dapat tercemar oleh limbah yang berasal dari industri maupun domestik. Penggunaan bahan kimia dalam proses industri untuk pengolahan dan pencucian semakin meningkat dan banyak menyebabkan pencemaran lingkungan. Salah satu senyawa yang digunakan adalah nitrogen. Siklus nitrogen akan menghasilkan nitrat. Nitrat merupakan senyawa nitrogen anorganik terlarut. Kandungan senyawa nitrogen anorganik dari proses industri dengan konsentrasi yang tidak diketahui masuk ke perairan di lingkungan masyarakat. Konsentrasi nitrat yang tinggi dapat menstimulasi pertumbuhan ganggang yang tidak terkendali, menyebabkan kekurangan oksigen dan kematian terhadap makhluk hidup, sehingga perlu pengendalian pencemaran terhadap limbah nitrogen (Lestari 2013). Langkah awal menentukan kandungan nitrat dalam air limbah yakni melakukan pengujian dalam skala laboratorium.

Metode yang umum digunakan dalam penentuan nitrat dalam air limbah adalah metode brusin sulfat. Prinsip dari metode ini adalah nitrat yang terkandung dalam air dalam suasana asam brusin sulfat dan asam sulfanilat bereaksi membentuk senyawa kompleks berwarna kuning. Warna kuning yang terbentuk diukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm. Kekurangan dari metode adalah membutuhkan waktu analisis yang lama, banyak menggunakan pereaksi, dan kurang sensitif mendeteksi keberadaan senyawa nitrat. Penentuan nitrat dengan metode reduksi kadmium secara spektrofotometri UV-Vis memiliki kelebihan memiliki ketepatan yang tinggi dan sensitif terhadap keberadaan senyawa nitrat, yaitu lebih kecil dari 0,1 ppm. Hal ini dibuktikan dengan penggunaan deret standar dengan konsentrasi 0,01 ppm. Keberadaan nitrat dalam perairan untuk industri memiliki kadar 20 mg/L–30mg/L.

UPTD Laboratorium Lingkungan DLHK Kabupaten Tangerang melakukan analisis kadar nitrat dalam sampel air limbah cair (inlet/outlet) mengacu pada SNI 6989.79: 2011, yaitu metode reduksi kolom kadmium-tembaga (Cd-Cu) secara spektrofotometri Ultraviolet Visible (UV-Vis). Prinsip penentuan kadar nitrat dalam sampel air limbah ialah senyawaan nitrat dalam contoh uji akan direduksi menjadi nitrit oleh kadmium (Cd) yang dilapisi dengan tembaga (Cu) dalam suatu kolom. Nitrit total yang terbentuk bereaksi dengan sulfanilamida dalam suasana asam menghasilkan senyawa diazonium kemudian bereaksi dengan peraksi *N-(1-naphthyl)-ethylenediamine dihydrochloride* (NED) yang berwarna merah muda, absorbansinya diukur pada panjang gelombang 543 nm. Senyawa azo ini ekuivalen dengan senyawa diazonium yang ekuivalen dengan nitrit total. Metode ini juga dapat digunakan untuk analisis beberapa sampel air antara lain air badan air, air bersih, maupun air minum. Sementara itu, kelemahan dari metode ini adalah kurang ramah lingkungan.

Salah satu cara memastikan metode standar analisis nitrat dengan reduksi kolom Cd-Cu secara spektrofotometri UV-Vis adalah dengan melakukan verifikasi metode. Verifikasi metode adalah pemeriksaan ulang metode yang digunakan di laboratorium untuk memastikan kualitas metode yang digunakan baik, sehingga menghasilkan data analitik dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima.



Beberapa parameter dalam verifikasi metode antara lain linearitas, limit deteksi, limit kuantisasi, presisi yang terdiri atas keterulangan (*repeatability*) dan ketertertiruan (*reproducibility*) (Riyanto 2015). Parameter verifikasi lebih sedikit dibandingkan dengan validasi. Validasi metode mengalami perubahan atau modifikasi metode standar. Metode reduksi kolom Cd-Cu secara spektrofotometri UV-Vis ini harus diverifikasi untuk memenuhi persyaratan yang dapat diterima secara nasional dan membuktikan bahwa metode analisis menghasilkan data analitik dengan akurasi dan presisi yang dapat diterima oleh pihak yang berkepentingan.

## 1.2 Tujuan

Pengujian ini dilakukan untuk memperoleh data verifikasi metode penentuan nitrat dalam air limbah dengan reduksi kolom Cd-Cu secara spektrofotometri UV-Vis dengan acuan AOAC tahun 2016.

## 1.3 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut maka dirumuskan permasalahan antara lain:

1. Apakah data verifikasi penentuan nitrat ( $\text{NO}_3\text{-N}$ ) dalam air limbah dengan reduksi kolom Cd-Cu secara spektrofotometri UV-Vis memenuhi syarat keberterimaan dengan acuan AOAC 2016?
2. Apakah metode reduksi kolom Cd-Cu secara spektrofotometri dapat diterapkan sebagai metode analisis rutin?

## 1.4 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan sumber informasi serta menambah wawasan tentang verifikasi metode penentuan nitrat dalam air limbah dengan reduksi kolom Cd-Cu secara spektrofotometri UV-Vis sebagai metode standar yang digunakan di UPTD Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Tangerang.

## 1.5 Ruang Lingkup

Verifikasi metode yang dilakukan terdiri dari enam parameter yaitu linearitas, limit deteksi, limit kuantitasi, akurasi, presisi, dan bias. Metode mengacu pada SNI 6989.79:2011. Setiap parameter mempunyai syarat keberterimaan bahwa data yang diperoleh dapat diterima.