PENENTUAN KONSENTRASI OKSIDA-OKSIDA NITROGEN (NO_X) DENGAN METODA *PHENOL DISULFONIC ACID* MENGGUNAKAN CONTOH UJI BUATAN DAN STANDAR GAS NOx

DETERMINATION OF NITROGEN OXIDES CONCENTRATION WITH PHENOLDISULFONIC ACID METHOD BY USING ARTIFICIAL SAMPLE AND GAS STANDARD OF NOx

Ardeniswan

Pusat Penelitian Kimia – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia
Jl. Sangkuriang, Bandung 40135
Telp. 022-2503051; 022-7106427
Email : ***gutjis@yahoo.com***

ABSTRAK

Pada penelitian ini digunakan dua (2) jenis contoh uji yaitu contoh uji gas NOx buatan yang ditampung dalam kantong plastik berukuran 1 m^3 dan standar gas NOx dalam tangki silinder berkapasitas 7 m^3. Pengambilan contoh uji dilakukan menggunakan botol gelas labu bundar vakum dengan kapasitas 1 liter yang berisikan larutan campuran asam sulfat encer dan hidrogen peroksida sebagai larutan penjerap. Metoda *Phenol disulfonic acid* (*PDS*) merupakan metoda basah yang umum digunakan untuk analisis oksida-oksida nitrogen (NOx) yaitu gas NO_2 dan NO dari udara emisi sumber tidak bergerak dan merupakan metoda acuan yang telah divalidasi. Metode ini dapat menentukan konsentrasi gas NOx dari 2,71 ppm volume (0,1 µg NO_3^-/mL) sampai dengan 271 ppm volume (10 µg NO_3^-/mL). Standar Gas atau *Standard Reference Material (SRM)* ataupun bahan acuan bersertifikat atau *certified reference material (CRM)* sangat diperlukan oleh laboratorium analisis lingkungan dalam melakukan validasi ataupun verifikasi metoda analisis yang akan digunakan. Dalam penelitian ini digunakan *Gas Standard* Cylinder # ALM 64066 yang mempunyai nilai benar 43 ± 0,2 ppm volume sebagai bahan acuan untuk verifikasi metoda analisis gas NOx. Dari hasil penelitian didapatkan konsentrasi rata-rata standar gas NO_x yang terukur dengan metoda *Phenoldisulfonic acid* adalah sebesar 41,4845 ppm volume, dengan simpangan baku sebesar (SD) 2,8121 ppm volume serta perolehan kembali (% recovery) 96,48 %, yang menunjukkan bahwa metoda ini akurat dan handal.

Kata Kunci : Gas NO_x, Standar gas, Metoda Analisis, validasi/verifikasi, % perolehan kembali.

ABSTRACT

In this research was used two (2) kinds of sample, artificial sample NOx gas is collected in a plastic bag the size of 1 m^3 capacity and the cylindrical tank of NOx gas standards with 7 m^3 by using a glass vacuum bottle with a capacity of 1 liter of solution containing a mixture of dilute sulfuric acid and hydrogen peroxide as a absorption solution. Phenoldisulfonic acid method (PDS) is a wet method commonly used for determination of nitrogen oxides (NOx), namely NO_2 and NO from emissions air of stationary sources and is a standard method that has been validated. This method can determine NOx gas concentration of 5 ppm volumes up to thousands ppm volume. Gas Standard or Standard Reference Material (SRM) and Certified Reference Materials (CRM) are needed to validate or verify of the analysis method. In this study we use Gas Standard Cylinder # ALM 64 066 for NOx gas with true value of 43 ± 0.2 ppm volume as a references. The average concentration of NOx gas standard measured by a Phenoldisulfonic acid method is 41.4845 ppm volume, with a standard deviation (SD) of 2.8121 ppm volume and recovery of 96.48 %, showed that the method is accurate and reliable.

Keywords: NOx gas, Gas Standard, method of analysis, validation /verification, % recovery.

PENDAHULUAN

Pencemaran udara di kota-kota besar di Indonesia berdampak besar terhadap penurunan kualitas udara secara nasional. Menurut laporan *Environmental Performance Index* tahun 2006 yang disusun oleh Universitas Yale menunjukkan kualitas udara Indonesia berada di posisi 124 dari 133 negara. Uganda adalah negara yang memiliki kualitas udara paling bagus, sedangkan Bangladesh adalah negara yang memiliki kualitas udara paling buruk[(1)]. Staf ahli Menteri Kehutanan Bidang Lingkungan mengatakan bahwa pencemaran udara di Indonesia khususnya Jakarta telah mengalami tingkat yang mengkhawatirkan didasarkan pada standar Badan Kesehatan Dunia (WHO), dimana pencemaran paling berat terjadi di Jakarta dibandingkan dengan Tokyo, Beijing, Seoul, Taipei, Bangkok, Kuala Lumpur dan Manila[(2)].

Sumber pencemaran udara dapat berasal dari proses industri, kendaraan bermotor, dan bencana alam, seperti erupsi gunung juga kebakaran hutan. Bahan pencemar udara yang dihasilkan dari sumber-sumber di atas terdiri dari gas SO_2 (Sulfur Dioksida), CO (Karbon Monoksida), NO_2 (Nitrogen Dioksida), hidrokarbon dan partikulat atau debu[(3)].

Oksida-oksida nitrogen (NO_x) merupakan salah satu polutan yang banyak dihasilkan dari kendaraan bermotor dan proses industri. *EPA's National Ambient Air Quality Standard (NAAQS)* menerangkan bahwa kendaran bermotor merupakan penyumbang emisi gas NO_x terbesar [(4)]. Nilai baku mutu gas NO_x yang masih diperbolehkan pada udara emisi menurut Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup adalah pada kisaran konsentrasi 1000 mg/m^3-1700 mg/m^3. Sedangkan baku mutu udara ambient sebesar 150 µg/m^3.

Oksida-oksida nitrogen terdiri dari nitrogen monoksida (NO) dan nitrogen dioksida (NO_2), yang berasal dari pembakaran bahan bakar fosil. Kedua jenis oksida-oksida nitrogen ini memiliki pengaruh yang cukup besar terhadap kondisi udara dan termasuk kelompok gas rumah kaca[(5)]. Pengaruh NO yang utama terhadap lingkungan adalah dalam pembentukan *smog*. Gas NO dan NO_2 juga dapat memudarkan warna dari serat-serat rayon dan menyebabkan warna bahan putih menjadi kekuning-kuningan. Kadar NO_2 sebesar 25 ppm yang pada umumnya dihasilkan dari emisi industri kimia, dapat menyebabkan kerusakan pada banyak jenis tanaman. Kerusakan daun sebanyak 5 % dari luasnya dapat terjadi pada paparan (exposure) dengan kadar 4 - 8 ppms elama 1 jam. Kadar NO_2 sebesar 0,22 ppm dengan jangka waktu pemajanan 8 bulan secara terus menerus, dapat menyebabkan rontoknya daun pada berbagai jenis tanaman[(6)].

Penentuan konsentrasi oksida-oksida nitrogen (NO_x) dapat dilakukan dengan menggunakan berbagai metode, diantaranya metode kolorimetri, potensiometri dan kromatografi[(7)]. Salah satu metode baku yang umum digunakan untuk menentukan konsentrasi NO_x di udara adalah metode *Phenol Disulfonic Acid* (PDS) dengan menggunakan alat spektrofotometer. *Phenol Disulfonic Acid* (PDS) merupakan salah satu metode baku yang umum digunakan untuk menentukan konsentrasi gas NO_x. Larutan PDS merupakan suatu senyawa hasil reaksi sulfonasi dari fenol. Dimana fenol bereaksi dengan asam sulfat berasap ($H_2SO_4 + S0_3$) menghasilkan senyawa asam fenol disulfonat (*phenoldisulfonic acid*). Reaksi yang terjadi adalah reaksi substitusi elektrofilik. Selain itu, reaksi ini pun berlangsung pada suhu tinggi. Reaksi sulfonasi ini bersifat irreversible. Hal ini menyebabkan gugus sulfonat yang terdapat pada larutan PDS sangat mudah digantikan dengan gugus lain. Pada penelitian ini, gugus sulfonat digantikan dengan ion NO_3^-, yang selanjutnya membentuk suatu kompleks dengan ion ammonium dan akan bereaksi dengan larutan PDS, dan nilai absorbansi yang didapatkan ditentukan sebagai fungsi dari konsentrasi contoh uji[(4,8)].

Metode ini juga dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi NO_x pada konsentrasi yang relatif rendah, yaitu pada konsentrasi 10 – 300 ppm volum[(8)].

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan verifikasi metoda analisis gas NOx menggunakan contoh uji buatan (artificial sample) maupun standar gas NOx yang telah diketahui konsentrasinya.

BAHAN DAN METODA

Bahan Kimia

Bahan kimia yang digunakan adalah Standar Gas NO_x ALM 64066 (43 ± 0.2 ppm volume), asam sulfat (H_2SO_4) pa, asam sulfat berasap (H_2SO_4 *fuming*), asam nitrat (HNO_3), hidrogen peroksida (H_2O_2) 30%, phenol, kalium nitrat (KNO_3), natrium hidroksida (NaOH) dan ammonium hidroksida (NH_4OH). Semua bahan yang digunakan memiliki tingkat kemurnian pro analisis buatan Merck.

Peralatan

Peralatan yang digunakan diantaranya spectroquant Merck SQ 118, pH- meter, neraca analitis, Tedlar Bag, labu bundar pengambil contoh uji gas NOx, Magnetic Stirrer, seperangkat alat gelas, dan botol plastik.

Metoda

Proses Persiapan Contoh Uji Simulasi Gas[4,8]

Labu vakum NO_x dikalibrasi dengan cara menentukan volume labu sebenarnya. Dipipet sebanyak 25 mL larutan H_2O_2 3% dalam H_2SO_4 (3+997) sebagai larutan penangkap dan dimasukkan ke dalam labu vakum NO_x. Labu ditutup serapat mungkin dan dilakukan pemvakuman menggunakan pompa vakum sampai larutan dalam labu mendidih (mencapai kesempurnaan vakum). Kemudian tekanan vakum diukur dengan menggunakan manometer Hg tertutup (tekanan vakum labu tidak boleh kurang dari 4 cmHg) dan suhu labu sewaktu pemvakuman diukur suhunya dengan cara menempelkan termometer pada labu vakum NOx. Pengambilan contoh uji gas NO_x dilakukan dari kantung plastik berukuran 1 m^3 yang telah berisi gas NO_x menggunakan labu bundar (yang telah divakumkan) dengan cara memutar kran yang terdapat pada labu vakum. Contoh uji gas NOx akan masuk ke dalam labu bundar ini dan tekanan udara dalam labu dan suhu labu sesudah pengambilan contoh uji gas diukur. Gas NO_x yang telah disampling didiamkan selama satu malam dan disimpan di tempat yang gelap untuk membiarkan gas bereaksi dengan larutan H_2O_2 menjadi asam nitrat. Larutan dalam labu bertutup tersebut dikocok dengan cara digoyang-goyangkan. Larutan dalam labu bundar ini dipindahkan ke dalam gelas piala 100 mL dan labu vakum dibilas dengan air bebas mineral. Larutan NaOH 1 N ditambahkan tetes demi tetes ke dalam gelas piala sampai larutan bersifat basa. Larutan contoh uji NO_3^- diuapkan di atas penangas air sampai kering dan membentuk kristal. Contoh uji dalam bentuk ion NO_3^- siap untuk dianalisis.

Pembuatan Larutan *Phenol Disulfonic Acid* (PDS)

Sebanyak 25 g fenol dilarutkan ke dalam gelas piala 500 mL yang berisi 150 ml H_2SO_4 pekat lalu dipanaskan di atas penangas air hingga fenol larut. Larutan tersebut didiamkan sampai suhu kamar, dinginkan dan ditambahkan dengan 75 ml H_2SO_4 berasap atau *fuming* (konsentrasi SO_3 32%) secara hati-hati kemudian dipanaskan di atas penangas air selama 2 jam. Larutan PDS yang dihasilkan didiamkan sampai suhu kamar dan disimpan di dalam botol berwarna coklat. Larutan ini tahan selama ± 3 bulan.

Pembuatan Larutan Induk Nitrat 1000 mg NO_3^-/L

Kristal KNO_3 dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C-110°C selama 2 jam. Kristal KNO_3 yang telah kering dimasukkan ke dalam desikator dan setelah dingin ditimbang sebanyak 1,0978 g KNO_3 kemudian dilarutkan dengan air bebas mineral. Larutan KNO_3 dipindahkan ke dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera, lalu dihomogenkan.

Pembuatan Larutan Standar Nitrat 100 mg NO_3^-/L

Sebanyak 10 mL larutan induk nitrat dipipet dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan air bebas mineral sampai tanda tera, lalu homogenkan.

Pembuatan Kurva Kalibrasi

Sebanyak 0 mL, 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, dan 5 mL, larutan standar 100 mg NO_3^-/L dimasukkan pada beberapa gelas piala. Sebanyak 25 mL larutan penangkap dimasukkan ke dalam masing-masing gelas piala. Larutan NaOH 1 N ditambahkan tetes demi tetes ke dalam gelas piala sampai larutan bersifat basa. Larutan tersebut diuapkan di atas penangas air sampai kering dan membentuk kristal. Kristal yang dihasilkan didiamkan sampai suhu kamar dan ditambahkan dengan 2 mL larutan PDS kemudian diaduk dengan batang pengaduk sampai seluruh kristal larut. Sebanyak 1 mL air bebas mineral dan 4 tetes H_2SO_4 pekat ditambahkan, selanjutnya larutan dipanaskan di atas penangas air selama 3 menit sambil diaduk.Larutan di atas didiamkan sampai suhu kamar, kemudian tambahkan 10 mL air bebas mineral dan aduk dengan baik. Sebanyak 15 mL NH_4OH segar ditambahkan ke dalam gelas piala yang yang berisi larutan diatas. Larutan disaring dengan menggunakan kertas saring dan filtrat ditampung dalam labu ukur 50 mL. Gelas piala dibilas dengan sedikit air bebas mineral dan pembilasan diulangi sampai tiga kali. Cairan pembilas ini dimasukkan ke dalam labu ukur dan ditambahkan air bebas mineral sampai tanda tera kemudian dihomogenkan. Sebagian larutan dimasukkan ke dalam kuvet pada alat Spektrofotometer. Nilai serapan yang dihasilkan oleh Spektrofotometer pada panjang gelombang 405 nm dicatat dan diplotkan pada kurva kalibrasi yang merupakan kurva hubungan antara serapan dan konsentrasi ion nitrat (NO_3^-).

Pengujian Sampel dengan Metode *Phenol Disulfonic Acid*

Contoh uji gas yang telah disampling dipindahkan ke dalam gelas piala 100 mL, kemudian dibilas labu dengan sedikit air bebas mineral. Pembilasan diulangi sampai tiga kali. Kemudian dilakukan langkah-langkah sesuai dengan butir 3 sampai 14 pada prosedur pembuatan kurva kalibrasi.

Volume gas NOx yang disampling dihitung berdasarkan persamaan (1) berikut[8] :

$$V_s = (V - 25) \times \frac{298}{760} \times \left(\frac{P_f - P_{nf}}{273 + t_f} - \frac{P_i - P_{ni}}{273 + t_i} \right) \quad \text{.....} \quad (1)$$

Konsentrasi gas NO_2 (ppm vol) dihitung berdasarkan persamaan (2) berikut [9] :

$$\text{ppm Volume } NO_2 = \frac{24,47 \times W \times 10^3}{46 \times V_s} \quad \text{.....} \quad (2)$$

Atau konsentrasi gas NO_2 (mg/m^3) dihitung berdasarkan persamaan (3) berikut :

$$mg/m^3\ NO_2 = ppm\ Vol\ NO_2 \times (46/24{,}47) \times 10^{-3} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (3)$$

dimana :

Vs adalah volume koreksi udara yang disampling (mL)

25 adalah volume larutan absorber yang digunakan di dalam botol (mL)

Pf adalah tekanan udara dalam botol setelah sampling gas emisi (mmHg)

Pi adalah tekanan udara dalam botol sebelum sampling gas emisi (mmHg)

Pn_i adalah tekanan uap air jenuh pada suhu t_i, ^oC (mmHg) atau (kPa)

Pn_f adalah tekanan uap air jenuh pada suhu t_f , ^oC (mmHg) atau (kPa)

t_i adalah suhu botol silinder sewaktu melakukan pemvakuman botol (^oC)

t_f adalah suhu botol setelah sampling (^oC)

W adalah µg oksida-oksida nitrogen yang didapat dan dihitung sebagai NO_2;

Misal, konsentrasi NO_X - NO_2 didapat dari kurva kalibrasi 0,06 ppm atau 0,06 µg NO_X - NO_2 /mL yang berasal dari 50 mL. Berarti mengandung = 3 µg NO_X - NO_2

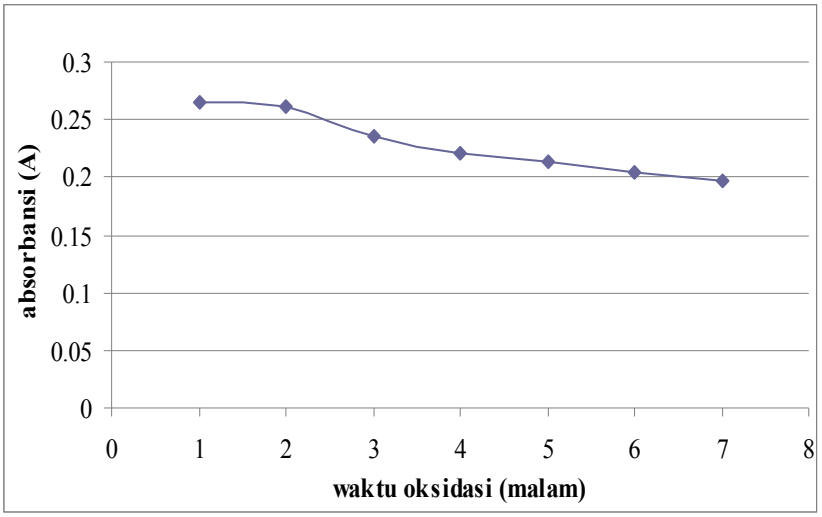
HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Kondisi Optimum Metoda Analysis

Penentuan kondisi optimum metoda akan sangat mempengaruhi hasil analisis yang diperoleh sehingga sangatlah penting untuk dilakukan. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi penelitian yang paling sesuai untuk analisis agar dapat memberikan hasil yang optimal.

Pengaruh Waktu Oksidasi

Proses oksidasi gas NO_x menjadi ion NO_3^- dalam larutan penangkap dapat berlangsung selama satu malam[10]. Pada Gambar 1, dapat dilihat bahwa pada saat larutan standar yang mengandung ion nitrit (NO_2^-) direaksikan dengan larutan penangkap dan didiamkan selama beberapa malam, maka nilai absorbansi yang tertinggi diberikan apabila proses oksidasi berlangsung 1 – 2 malam. Setelah proses oksidasi melebihi dua (2) malam, nilai absorbansi yang dihasilkan oleh larutan tersebut semakin menurun. Turunnya nilai absorbansi ini dapat disebabkan karena larutan nitrat (NO_3^-) yang terbentuk bukanlah suatu larutan yang stabil seperti larutan standar primer tetapi cenderung berkurang konsentrasinya sejalan dengan lamanya penyimpanan. Selain itu, turunnya nilai absorbansi ini dapat disebabkan oleh adanya pengaruh mikroorganisme yang ada di dalam larutan tersebut dan dapat menyebabkan turunnya nilai absorbansi ini. Mikroorganisme dapat menguraikan ion NO_3^-, sehingga kandungan ion NO_3^- yang ada dalam larutan pun menjadi berkurang.

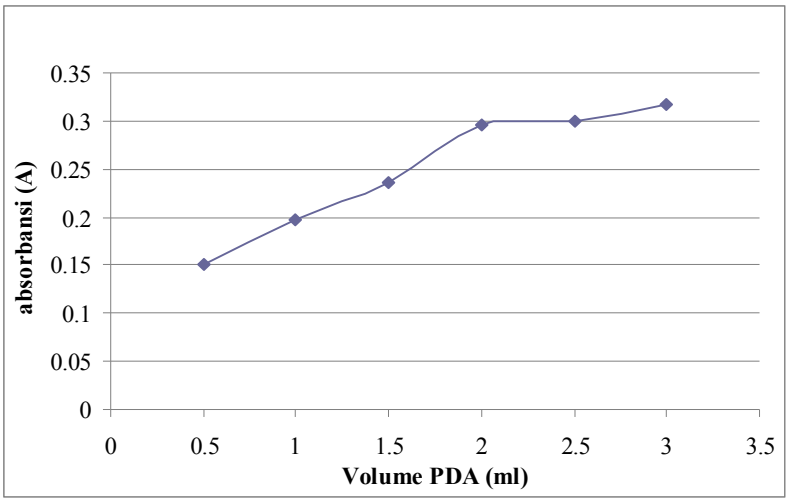


Gambar 1. Grafik Hubungan Waktu Oksidasi dengan Absorbansi

Pengaruh Jumlah Volume Larutan PDS

Ion nitrat (NO_3^-) dapat bereaksi dengan larutan *phenol disulfonic acid* (PDS) membentuk suatu larutan berwarna kuning yang merupakan suatu senyawa turunan nitro, yang kadarnya dapat ditentukan oleh alat spektrofotometer[(9)].

Pada Gambar 2 dapat dilihat bahwa pada saat volume PDS yang ditambahkan sebanyak 0,5 mL, 1 mL, dan 1,5 mL, nilai absorbansi yang dihasilkan cukup kecil. Hal ini terjadi karena reaksi yang terjadi kurang setimbang, akibatnya senyawa kompleks turunan nitro yang dihasilkan belum stabil.

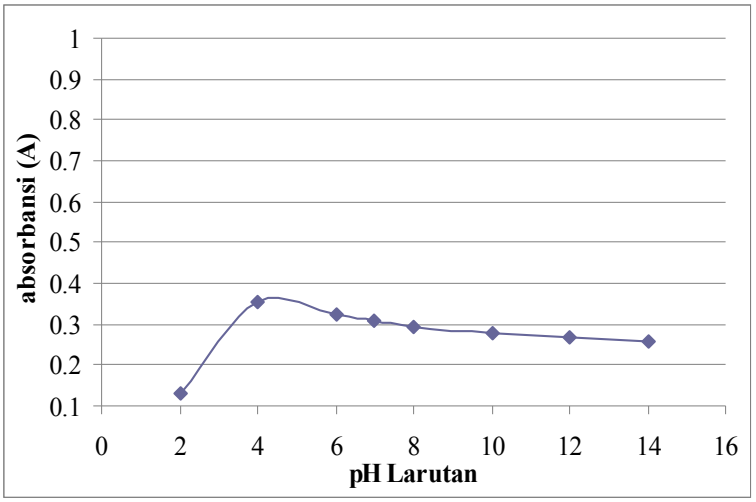


Gambar 2. Grafik Hubungan Volume PDS Terhadap Absorbansi

Pada saat penambahan volume PDS sebanyak 2 mL dan 2,5 mL, nilai absorbansi yang dihasilkan cukup stabil. Hal ini menandakan bahwa reaksi telah berlangsung dengan sempurna dan kestabilan kompleks telah terpenuhi. Pada saat penambahan volume larutan PDS sebanyak 3 mL, nilai absorbansi yang dihasilkan cukup tinggi. Tetapi warna dari senyawa kompleks yang dihasilkan bukan berwarna kuning seperti senyawa turunan nitro melainkan berwarna coklat yang tidak stabil. Oleh sebab itu volume PDS yang optimal digunakan sebaiknya berkisar 2 – 2,5 mL.

Pengaruh pH Larutan

Keasaman larutan sangat berpengaruh terhadap kestabilan kompleks. Pada Gambar 3 terlihat bahwa pada pH 2 sampai pH 4 terjadi kenaikan nilai absorbansi yang disebabkan karena pada suasana asam, larutan PDS tidak dapat bereaksi dengan ion NO_3^-, sehingga kompleks yang dihasilkan tidak stabil[10]. Hal ini terjadi karena fenol yang memiliki sifat mudah teroksidasi dalam suasana asam dan ditandai dengan warna larutan yang berwarna kecokelatan.



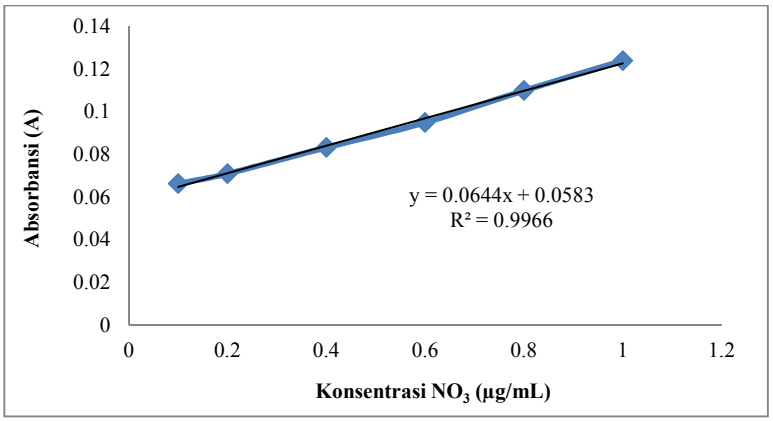
Gambar 3. Grafik Hubungan pH Larutan Terhadap Absorbansi

Pada pH 5 sampai pH 14 terjadi penurunan nilai absorbansi yang menandakan bahwa larutan PDS sedikit demi sedikit mulai bereaksi dengan ion NO_3^-, dengan ditandai oleh perubahan warna larutan menjadi warna kuning. Pada pH 7 sampai pH 8 dapat terlihat bahwa nilai absorbansi tidak jauh berbeda. Hal ini disebabkan karena larutan PDS bereaksi sempurna dengan ion NO_3^- pada suasana netral ataupun sedikit basa dengan menghasilkan suatu larutan berwarna kuning, yang menandakan bahwa terbentuk kompleks yang stabil pada pH 7 dan pH 8 dibandingkan dengan pH 9 sampai pH 14.

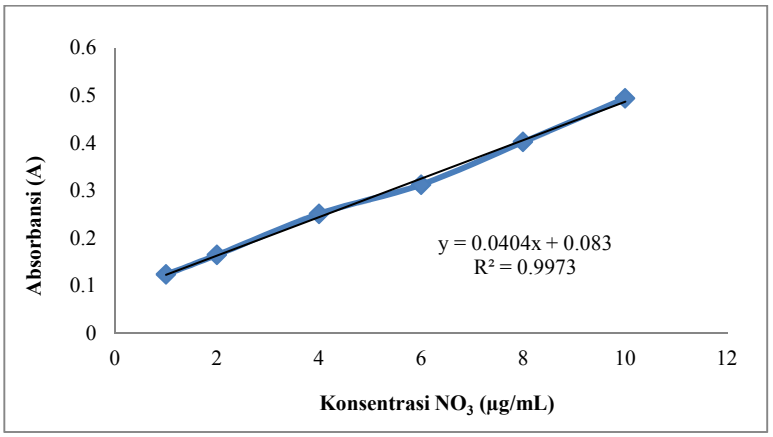
Kisaran Konsentrasi Pengukuran Metode Phenol Disulfonic Acid

Kisaran konsentrasi pengukuran haruslah bisa memberikan koefisien linearitas (r) yang cukup besar dan mendekati nilai satu (1)[11] .

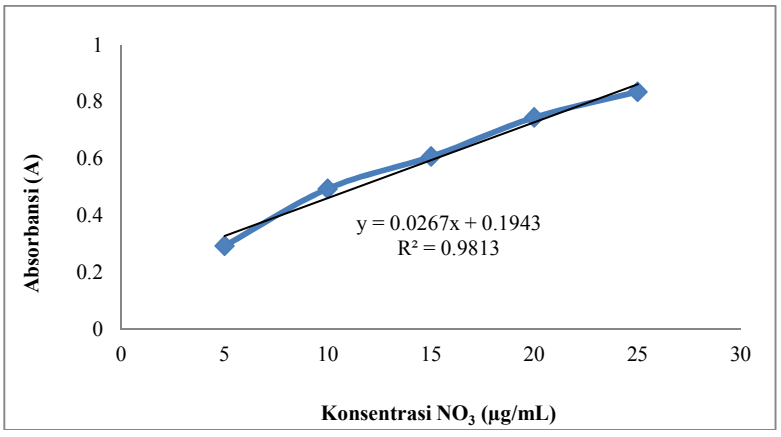
Dari Gambar 4 dan Gambar 5, ternyata kisaran konsentrasi yang dapat memberikan koefisien linearitas (r) > 0,995 adalah kisaran konsentrasi 0,1 µg NO_3^-/mL sampai 1 µg NO_3^-/mL (2,71- 27,1 ppm volume NO_2) atau 1 µg NO_3^-/mL sampai 10 µg NO_3^-/mL (27,1 – 271 ppm volume NO_2), sedangkan pada Gambar 6, ternyata kisaran konsentrasi dari 5 µg NO_3^-/mL sampai 25 µg NO_3^-/mL (135,5 - 677,5 ppm volume NO_2) memberikan koefisien korelasi (r) < 0,995. Dengan demikian kisaran konsentrasi yang digunakan dalam penelitian ini dapat 0,1 - 1 µg NO_3^-/mL atau 1 – 10 µg NO_3^-/mL. Hal ini sesuai dengan metoda *phenol disulfonic acid (PDS)* dari Standar Nasional Indonesia untuk analisis gas NO_X dari udara emisi yaitu dari 10 ppm volume sampai 300 ppm volume dengan contoh uji yang diambil sebanyak 800 mL sampai 1000 mL[12].



Gambar 4. Kurva linearitas konsentrasi NO_3^- dengan Absorbansi



Gambar 5. Kurva linearitas konsentrasi NO_3^- dengan Absorbansi



Gambar 6. Kurva linearitas konsentrasi NO_3^- dengan Absorbansi

Analisis Konsentrasi Gas NO_x Dari Contoh Uji Buatan Dengan Metode PDS

Contoh uji gas NO_x buatan yang digunakan dalam penelitian ini dibuat dari asam nitrat yang ditambahkan tepung kanji kemudian dipanaskan beberapa lama dan menghasilkan gas NO_2 yang berwarna kuning kecoklatan. Gas yang terbentuk ditampung dalam suatu kantung plastik berukuran 1 m^3 kemudian dimasukkan udara luar sampai hampir penuh serta dilakukan pengadukan sampai homogen. Selanjutnya contoh uji buatan ini disampling menggunakan botol gelas labu bundar yang telah divakumkan dan berisikan larutan penangkap (H_2O_2 + H_2SO_4). Gas yang telah disampling dengan labu bundar, dibiarkan semalam ditempat yang gelap.

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat dilihat pada Tabel 1, nilai simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (% RSD) yang dihasilkan oleh metode PDS memiliki nilai yang cukup besar yaitu 10,57 %. Simpangan baku ini menunjukkan nilai keboleh-ulangan (reproducible) dari suatu metode. Bila nilai simpangan baku yang diberikan cukup besar, berarti ada hal-hal yang perlu diperhatikan, misal ada kebocoran pada botol sampling, kemungkinan adanya debu, ataupun suhu pemanasan contoh uji (yang telah dibiarkan semalam) terlalu tinggi yang mengakibatkan kelarutan menjadi berwarna coklat.

Tabel 1. Hasil Analisis Gas NO_x Dari Contoh Uji Buatan Dengan Metode PDS

Nomor labu	Absorbansi	Konsentrasi Ion NO_3^- (µg/mL)	Konsentrasi Gas NO_x (ppm vol)
1	0,1990	2,9039	78,7188
2	0,2290	3,6428	98,5655
3	0,2263	3,5763	97,0780
4	0,2413	3,9458	106,0641
5	0,2270	3,5936	96,9642
Konsentrasi gas NO_x rata-rata			**95,4781**
Simpangan Baku (SD)			**10.0901**
% RSD			**10.57 %**

Catatan : persamaan garis yang digunakan adalah : y = 0,0406x + 0,0811
Konversi ion NO_3^- menjadi gas NO_X menggunakan Persamaan (1) dan (2) dengan volume labu bundar 981,2 mL

Uji Metode Analisis Gas CRM NO_x Dengan Metode Phenoldisulfonic Acid (PDS)

Untuk mengetahui akurasi dari metoda PDS ini perlu dilakukan analisis terhadap standar gas NOx dalam *cylinder # ALM 64066* dengan konsentrasi 43 ppm vol sebagai contoh uji pembanding.

Dari Tabel 2, didapatkan rerata konsentrasi gas NOx dari Standar Gas cylinder # *ALM 64066* dengan nilai benar (43± 2 ppm vol) yang diberikan oleh metoda PDS adalah sebesar 41,4845 ppm volume dengan simpangan baku sebesar 2,8121 ppm volume dan % *recovery* sebesar 96,48 %. Hal ini menuinjukkan bahwa metoda PDS ini dapat digunakan untuk melakukan pemantauan kualitas udara emisi dari sumber emisi tidak bergerak karena memberikan nilai yang berdekatan dengan nilai benar 43 ppm vol dari Standar Gas cylinder # ALM 64066.

Tabel 2. Hasil Penelitian Analisis Gas CRM NO_x Dengan Nilai Benar 43 ppm vol Menggunakan Metode *Phenol Disulfonic Acid* (PDS)

No. Labu	Nilai Absorbansi	Konsentrasi Ion NO^-_3 (µg/mL)	Konsentrasi gas NO_x (ppm vol)
1	0,1470	1,6232	43,1340
2	0,1380	1,4015	37,1735
3	0,1460	1,5985	42,5965
4	0,1503	1,7053	45,7412
5	0,1453	1,5821	42,2778
6	0,1413	1,4836	39,6086
7	0,1420	1,5000	39,8602
Rata-rata	**0,1469**	**1,5563**	**41,4845**
Simpangan Baku	**0,0057**	**0,0938**	**2,8121**
% Recovery	**-**	**-**	**96,48 %**

Catatan : persamaan garis yang digunakan adalah : y = 0,0406x + 0,0811
Konversi ion NO_3^- menjadi gas NO_X menggunakan Persamaan (1) dan (2) dengan volume labu bundar 981,2 mL

KESIMPULAN

Dari hasil uji verifikasi ini didapatkan informasi mengenai presisi dan akurasi metoda Phenoldisulfonic Acid (PDS) dalam analisis kandungan gas NOx sumber emisi tidak bergerak yaitu :

Persamaan garis regresi Y = 0406X + 0,0811 dengan nilai koefisien korelasi : r > 0,995. Dari kurva kalibrasi ion nitrat didapatkan batas terkecil yang dapat diukur oleh alat spektrofotometer visible ini untuk ion nitrat adalah 0,1 µg NO_3^-/mL. Hal ini menandakan bahwa metoda pengukuran konsentrasi ion nitrat dengan alat Spektrofotometer visible cukup sensitif.

Rerata konsentrasi gas NOx dari Standar Gas cylinder # *ALM 64066* yang didapatkan sebesar 41,4845 ± 2,8121 ppm vol mendekati hasil nilai benarnya (true value) yaitu 43±2 ppm vol, dengan perolehan kembali (% recovery) sebesar 96,48%, menunjukkan bahwa metoda ini akurat dan handal.

DAFTAR PUSTAKA

1. Apriyandi, Riki. 2009. *Dampak Pencemaran Udara di Indonesia*. http://bio04.wordpress.com/2009/08/07/12/, 14.30 WIB. 19 Februari 2010.

2. Antara News. 2009. *Mengkhawatirkan, Pencemaran Udara di Indonesia*. http://www.antaranews.com/view/i=1244452391, 14.00 WIB. 12 Mei 2010.

3. Farida. Pencemaran Udara dan Permasalahannya. *Makalah Pribadi Pengantar ke Falsafah Sains (SPS 702)*. Sekolah Pasca Sarjana / S3. Institut Pertanian Bogor. 2004.

4. Annual Book of ASTM Standards 1991, *Atmospheric Analysis; Occupational Health and Safety*. Vol. 11.03. D 1608 – 77. ASTM 1916 Race Street, Philadelphia – USA.

5. Akiyama, Hiroko dan Haruo Tsuruta. Technical Reports, Atmospheric Pollutants and Trace Gases : Nitrous Oxide, Nitric Oxide, and Nitrogen Dioxide Fluxes from Soils after Manure and Urea Application. *Journal of Environmental Quality* 32 : 423. 2003.

6. Tugaswati, Tri A., Suzuki S., Kiryu Y., Kawada T. Automotive Air Pollution in Jakarta with Special emphasis on lead, Particulate, and nitrogen dioxide. *Japan Journal of Health and Human Ecology* 61: 75. 1995.

7. Michalski, R dan I. Kurzyca. Determination of Nitrogen Species (Nitrate, Nitrite and Ammonia Ions) in Environmental Samples by Ion Chromatography. *Polish Journal of Environmental Studies* Vol.15 No.1, 5. 2006.

8. Japan Industrial Standard. 1998. *Handbook Environmental Technology*. Japanese Standards Association. 931.

9. James P. Lodge, JR., *Methods of Air Sampling and Analysis*. Third Edition, Lewis Publishers, Inc. 399 – 402. 1989.

10. Annonymous. 2007. *Determination of Nitrate By Phenoldisulfonicacid Method*. http://www.indiastudychanel.com, 16.30 WIB. 15 Januari 2010

11. American Public Health Association (APHA). 2005. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.* American Publish, Washington.

12. 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.