



Verifikasi Metode Penentuan Sulfur Dioksida (SO₂) Pada Sampel Udara Ambien Dengan Metode Pararosanilin Menggunakan Spektrofotometer Uv-Visibel



Adliah Anwar^a, Subur S Pasaribu^a, Aman Sentosa Panggabean^{a*}

^a Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman, Indonesia.

* Corresponding Author: amanspanggabean@yahoo.com

ABSTRACT

The research about method verification of sulfur dioxide (SO₂) determination on ambient air samples with the pararosaniline method using UV-Vis Spectrophotometer has been done. To obtain a valid measuring result, some important parameters of measurement on sulfur dioxide (SO₂) in ambient air samples based on SNI 7119-7:2017. The research results showed that the measurement's linearity is good, as indicated by the correlation coefficient value of 0.9998. The values of LOD and LOQ were 2.7766 g/Nm³ and 7.4111 g/Nm³, respectively. The value of precision and accuracy of this method was good, shown by % RSD < 2/3 CV Horwitz values and a recovery percentage of 101.12%. Based on the results of this research, the pararosanilin method can be used to analyze sulfur dioxide (SO₂) in ambient air samples with good results.

This is an open-access article under the [CC-BY-SA](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/) license.



Article History

Received 2022-04-19

Revised 2024-08-26

Accepted 2024-09-08

Publish 2024-11-31

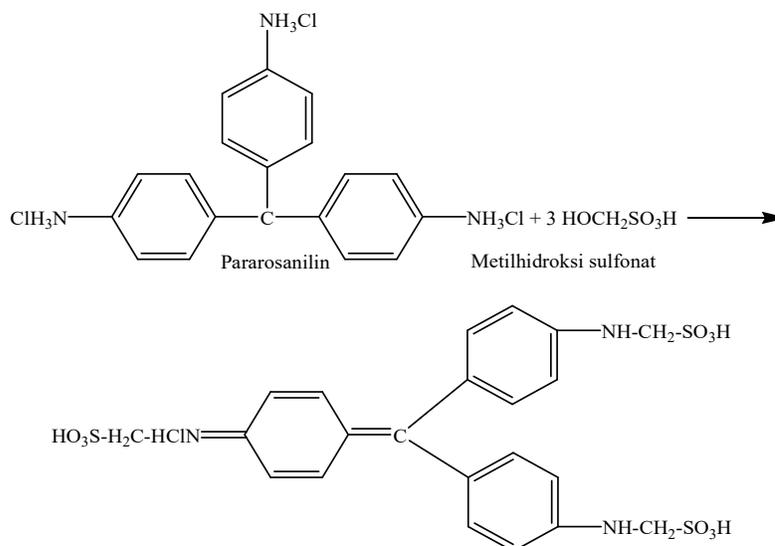
Keywords

Verification,
Sulfur dioxide,
Pararosaniline,
UV-Vis
Spectrophotometer

1. Pendahuluan

Sebagian besar dari kegiatan manusia membutuhkan transportasi. Kendaraan roda dua, tiga atau empat memerlukan energi untuk dapat digunakan. Sumber energi yang umum digunakan yaitu bahan bakar minyak (BBM). Pembakaran yang tidak sempurna dalam mesin menghasilkan polusi udara salah satunya yaitu sulfur dioksida (SO₂) yang berasal dari bahan bakar kendaraan bermotor dan juga ditemukan dalam minyak pelumas mesin. Sulfur dioksida merupakan salah satu spesies dari oksida sulfur (SO_x) yang sangat mudah larut dalam air serta memiliki bau yang tajam dan tidak berwarna. SO₂ dan gas-gas SO_x lainnya terbentuk saat terjadi pembakaran bahan bakar fosil yang mengandung sulfur [1].

Metode spektrofotometri banyak digunakan dalam analisis kimia, salah satunya adalah spektrofotometri UV-Vis. Prinsip dasar metode ini berdasarkan interaksi antara materi dengan energi cahaya yang berasal dari radiasi sinar elektromagnetik pada panjang gelombang ultraviolet dan sinar tampak (*visible*). Sampel yang dianalisis dapat berupa ion atom yang ditambahkan senyawa kromofor (reagen pengkompleks), maupun molekul senyawa yang memiliki ikatan rangkap terkonjugasi [2]. Sampel-sampel yang dapat diukur menggunakan spektrofotometri UV-Vis selain berbentuk larutan, juga dapat berupa gas, atau uap [3]. Struktur molekul senyawa organik dapat ditentukan berdasarkan interaksinya dengan sinar UV dan sinar tampak, dimana elektron-elektron pada kulit terluar dalam keadaan terikat dan bebas akan cepat bereaksi dengan sinar tersebut. Pada saat energi sinar UV-Vis mengenai elektron-elektron yang berada pada kulit terluar, maka elektron tersebut akan tereksitasi dari keadaan dasar (*ground state*) ke ke tingkat energi yang lebih tinggi (*excited state*), dan hasil pengukuran dicatat dalam bentuk panjang gelombang dan absorbansi terukur [4].



Gambar 1. Skema Reaksi Pembentukan Asam Pararosanilin Metil Sulfonat

Untuk menentukan kadar sulfur dioksida digunakan metode pararosanilin. Larutan penjerap yang digunakan adalah tetrakloromercurat (TCM) 0.04 M, yang berguna untuk mengikat sulfur dioksida. Pada proses ini terbentuk senyawa kompleks dikloro sulfida mercurat, lalu senyawa tersebut direaksikan dengan pararosanilin dan formaldehida sehingga membentuk kompleks berwarna yaitu asam pararosanilin metil sulfonat berwarna merah ungu (Gambar 1.). Serapan larutan ini diukur pada panjang gelombang optimum 550 nm [5].

Penelitian tentang pencemaran udara telah banyak dilaporkan, diantaranya penentuan CO , NO_2 dan SO_2 [6,7], komposisi partikulat udara [8], emisi gas buang kendaraan bermotor [9] dan benzena, toluena dan xilena pada sampel tanah dan udara [10], semuanya menunjukkan data yang tervalidasi dan terverifikasi dengan baik.

Pada penelitian ini telah dilakukan suatu verifikasi metode, yaitu penentuan sulfur dioksida (SO_2) di udara ambien menggunakan metode pararosaniline, secara spektrofotometer UV-Visible. Pada verifikasi metode ini dilakukan pengukuran beberapa parameter validasi, yaitu uji linieritas, presisi, akurasi, limit deteksi dan % *recovery* serta penentuan kadar SO_2 pada udara ambien daerah SPBU di Jalan Sentosa Samarinda. Dari hasil penelitian dapat diketahui apakah metode yang telah diverifikasi dapat memenuhi kriteria dan layak digunakan sebagai analisis rutin.

2. Metodologi

2.1. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer UV-Visible 918 GBC, seperangkat unit komputer, neraca analitik S-AR210 Fujitsu, pompa penghisap, peralatan gelas seperti pipet gondok, labu ukur, pipet volumetrik, botol vial, *charcoal tube*, *flowmeter*, buret, beaker gelas dan labu Erlenmeyer.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan penjerap tetrakloromercurat (TCM), larutan induk natrium metabisulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), Iod (I_2), indikator kanji, HCl, natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), HCl, larutan asam sulfamat ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$), H_3PO_4 , pararosanilin hidroklorida, formaldehida (HCHO), buffer asetat dan aquadest.

2.2. Prosedur Penelitian

Pembuatan Larutan Larutan penjerap tetrakloromercurat (TCM)

Sebanyak 21,72 g padatan HgCl_2 ditimbang menggunakan neraca analitik, dimasukkan dalam beaker gelas dan dilarutkan dengan aquades. Selanjutnya ke dalam larutan tersebut ditambahkan 11,9255 g KCl dan 0,1328 g EDTA, kemudian diaduk hingga homogen dan ditambahkan kembali aquadest hingga volume 2.000 mL.

Larutan Induk Natrium Metabisulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)

Sebanyak 0,3038 g padatan natrium metabisulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) ditimbang menggunakan neraca analitik dan dilarutkan dengan aquadest yang telah dididihkan hingga tanda tera 500 mL, kemudian dihomogenkan.

Larutan induk pararosanilin 0,2 %

Sebanyak 0,2004 g padatan pararosanilin ditimbang dan dilarutkan dengan aquadest hingga tanda tera 100 mL, kemudian dihomogenkan.

Larutan kerja pararosanilin

Sebanyak 20 mL larutan induk pararosanilin diambil, lalu ditambahkan dengan 25 mL asam fosfat 3 M. Kemudian dilarutkan dengan aquadest hingga tanda tera 250 mL, kemudian dihomogenkan.

Pembuatan Kurva Kalibrasi SO_2

Pembuatan larutan standar untuk membuat kurva kalibrasi SO_2 dilakukan dengan membuat larutan seri standar dengan konsentrasi hitung 7,5 - 37,5 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$ SO_2 . Dipipet sebanyak 1,0 - 5,0 mL larutan induk Natrium Metabisulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), kemudian masing-masing larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan larutan penjerap tetrakloromercurat hingga volume 10 mL. Ditambahkan 1 mL asam sulfamate 0,6 % dan ditunggu selama 10 menit, kemudian ditambahkan 2 mL larutan formaldehid 0,2 % dan larutan pararosanilin sebanyak 5 mL lalu didiamkan lagi selama 30 menit sebelum ditambahkan dengan aquadest hingga tanda tera dan dihomogenkan. Absorbansi masing-masing larutan standar diukur dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 550 nm, lalu dibuat kurva kalibrasi standar

2.3. Pengambilan Sampel Udara

Sampel udara yang diambil berasal dari titik lokasi pada lingkungan stasiun pengisian bahan bakar umum (SPBU) Jl. Sentosa No. 2, Samarinda, Kalimantan Timur. Pengambilan sampel dilakukan sebanyak 3 kali pada titik yang berbeda. Sampling dilakukan dengan mempersiapkan dan merakit peralatan *personal sampling pump* (pompa pengisap udara), selang dan bahan *silicon*, *flowmeter* dan *charcoal tube*. *Personal sampling pump* diaktifkan dan diatur kecepatan alir sebesar 0,5 L/menit. Setelah itu dilakukan sampling selama 60 menit. Setelah selesai *charcoal tube* ditutup dengan penutupnya dan sampel dibawa ke laboratorium untuk dianalisis.

2.4. Penentuan Konsentrasi SO_2 dalam Larutan Induk $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$

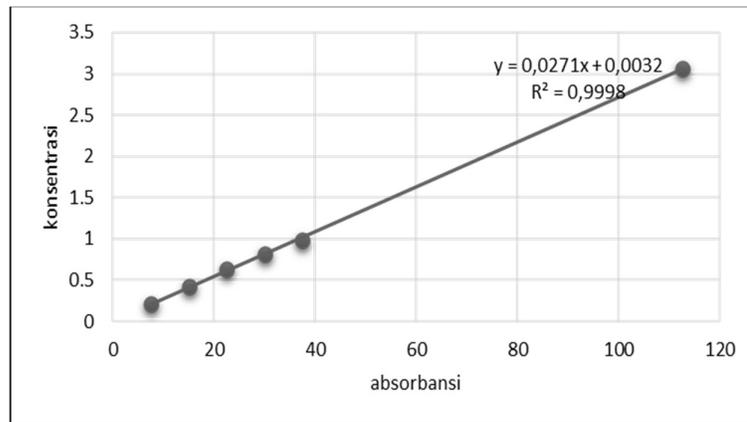
Sebanyak 25 mL larutan induk $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ dipipet dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer dan ditambahkan larutan Iod 0,01 N sebanyak 50 mL. Larutan ditutup dan disimpan dalam ruang gelap selama 5 menit lalu dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,01 N hingga larutan berwarna kuning muda. Kemudian ditambahkan larutan indikator kanji sebanyak 1 mL kemudian dilanjutkan titrasi hingga titik akhir titrasi (warna biru tepat hilang) dan dicatat volume titrasi.

3. Hasil dan Diskusi

Pada penelitian ini telah dilakukan verifikasi metode penentuan sulfur dioksida (SO_2) di udara ambien menggunakan metode pararosanilin secara spektrofotometer UV-Visible. Penentuan SO_2 di udara ambien dengan metode pararosanilin berdasarkan SNI 7119-7: 2017.

3.1. Kurva Kalibrasi

Tujuan dari pembuatan kurva kalibrasi adalah untuk memperoleh suatu persamaan garis linier (linieritas), untuk menunjukkan bahwa hasil pengukuran yang diolah secara matematika berbanding lurus dengan peningkatan konsentrasi analit secara deret ukur, pada batas rentang konsentrasi tertentu yang digunakan [11].



Gambar 1. Kurva Kalibrasi Standar Metabisulfit

Linieritas standar metabisulfit ditetapkan dengan membuat deret standar sebanyak 5 deret standar dengan konsentrasi hitung 7,5 - 37,5 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$, lalu diukur absorbansinya dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum 550 nm. Hasil pengukuran (**Gambar 1.**) menunjukkan suatu persamaan garis linear $y = 0,0271x + 0,0032$, dengan koefisien korelasi sebesar $R^2 = 0,9998$. Hasil ini sangat baik, ditunjukkan dengan nilai R^2 mendekati nilai 1 [12].

3.2. Pengaruh Adsorben terhadap TSS Air Gambut

Pada penelitian ini penentuan nilai LOD dan LOQ dilakukan dengan menentukan nilai absorbansi terkecil yang dapat diukur dan dapat dibedakan dari 3 kali sinyal yang diberikan oleh blanko [13]. Pengukuran sinyal blanko dilakukan sebanyak 3 kali pada kondisi yang sama.

Table 1. Nilai Penentuan LOD dan LOQ

No.	Konsentrasi ($\mu\text{g}/\text{Nm}^3$)	Abs	y_i	$(y-y_i)^2$
1	7,5	0,208	0,206	$1,322 \times 10^{-6}$
2	15	0,421	0,410	$1,188 \times 10^{-4}$
3	22,5	0,625	0,613	$1,357 \times 10^{-4}$
4	30	0,815	0,816	$2,560 \times 10^{-6}$
5	37,5	0,989	1,019	$9,517 \times 10^{-4}$
$\sum (y - y_i)^2$				$1,210 \times 10^{-3}$
LOD				2,776
LOQ				7,411

Berdasarkan **Tabel 1.**, diperoleh nilai limit deteksi dari penentuan senyawa standar metabisulfitt menggunakan Spektrofotometer UV-Visible ialah sebesar 2,776 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$ dan limit kuantitasnya sebesar 7,411 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$.

3.3. Presisi dan Akurasi

Nilai presisi dan akurasi ditentukan dengan pembacaan nilai absorbansi larutan standar 7,5 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$ sebanyak 10 kali menggunakan Spektrofotometer UV-Visible, pada panjang gelombang optimum 550 nm. Hasil pengukuran dapat dilihat pada

Table 2. Penentuan Presisi dan Akurasi

No.	Konsentrasi standar ($\mu\text{g}/\text{Nm}^3$)	Konsentrasi terukur ($\mu\text{g}/\text{Nm}^3$)	$(x_n - \bar{x})^2$	%Recovery
1	7,5	6,774	0,657	90,32
2	7,5	7,414	0,029	98,85
3	7,5	7,211	0,139	96,14
4	7,5	7,655	0,004	102,06
5	7,5	7,656	0,005	102,08
6	7,5	7,873	0,083	104,97
7	7,5	7,759	0,030	103,45
8	7,5	7,615	0,009	101,53
9	7,5	8,208	0,388	109,44
10	7,5	7,684	0,009	102,45
\bar{x}				7,584
$\sum (x_n - \bar{x})^2$				1,348
% Recovery				101,129
S^2				0,149
SD				0,387
% RSD				5103
% CV Horwitz				11,794
0.67 CV Horwitz				7,862
%RSD \leq 0.67 CV Horwitz				5,103 \leq 7,862
Repitibilitas				Diterima

Berdasarkan **Tabel 2.**, diperoleh nilai % KV atau % RSD sebesar 5,103. Hasil pengukuran ini menunjukkan bahwa nilai presisi yang diperoleh sangat baik, ditunjukkan dari nilai % KV lebih kecil dari nilai 2/3 CV Horwitz yang diperoleh yaitu 7,862 [14]. Nilai % *Recovery* dari uji akurasi senyawa sulfur dioksida dalam sampel udara juga dilakukan dengan 10 kali pengulangan. Nilai akurasi yang diperoleh dari hasil perhitungan juga sangat baik, yaitu % *recovery* sebesar 101,129 %.

3.4. Pengujian Sampel Udara Ambien

Pada penelitian ini dilakukan pengujian terhadap 3 sampel, yang diperoleh dari lokasi titik pengambilan sampel yaitu 2(dua) titik pada SPBU Jl. Sentosa Samarinda dan 1(satu) titik pada jalan umum Jl. Sentosa di kota Samarinda. Berdasarkan hasil analisis yang dilakukan sebagai pengaplikasian metode yang telah di verifikasi, diperoleh kadar sulfur dioksida (SO_2) dilokasi samping pengisian *pertalite* sebesar 35,48 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$, pada lokasi depan SPBU Sentosa sebesar 59,73 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$ dan pada lokasi jalan umum Jl.Sentosa diperoleh kadar SO_2 sebesar 100,55 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$. Ada beberapa faktor yang mempengaruhi perbedaan konsentrasi pada setiap titik yaitu dikarenakan oleh perbedaan kepadatan kendaraan yang melewati setiap titik pengambilan sampel dan waktu pengambilan sampel, diperoleh nilai sulfur dioksida (SO_2) yang lebih besar pada titik yang lebih padat kendaraan dan pada suhu yang lebih tinggi.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, verifikasi metode penentuan SO_2 dalam sampel udara ambien menggunakan metode pararosanilin secara Spektrofotometer UV-Visible, menunjukkan hasil pengujian yang baik dan dapat dipertanggung jawabkan. Berdasarkan pengukuran beberapa parameter validasi, dapat ditentukan konsentrasi sulfur dioksida (SO_2) pada sampel udara ambien pada beberapa titik sampling di kota Samarinda

Ucapan Terimakasih

Ucapan terima kasih kepada Pimpinan dan Staf Balai Kesehatan dan Keselamatan Kerja, (K3) Samarinda, atas bantuan fasilitas laboratorium dan alat sampling yang disediakan untuk pengambilan sampel udara ambien dalam penelitian ini.

References

- [1] G. Rusmayadi, "Konsentrasi Sulfur Oksida di Pemukiman Sekitar Factory Outlet dan Jalan Raya Bogor", *Agroscentiae*, vol. 2, no. 17, Hal. 90-95, 2010.
- [2] M. Mulja dan Suharman, "*Analisis Instrumental*," Surabaya: Airlangga University Press, 1995.
- [3] M. Soedomo, "*Kumpulan karya Ilmiah, Pencemaran Udara*", Bandung: ITB, 2001.
- [4] T. Suhartati, "*Dasar-Dasar Spektrofotometri UV-Vis dan Spektrometri Massa Untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*", Bandar Lampung: AURA, 2017
- [5] "*Udara Ambien – Bagian 7: Cara Uji Kadar Sulfur Dioksida (SO₂) dengan Metode Pararosaniline Menggunakan Spektrofotometer*", SNI 7119-7:2017, Badan Standardisasi Nasional, 2017.
- [6] Y. T. Male, A. Bandjar, N. Gaspersz, Y. Fretes, dan J.J. Wattimury, "Analisis Tingkat Pencemaran Gas CO, NO₂ dan SO₂ pada Desa Batu Merah Kota Ambon", *Akta Kimindo*, vol. 6, no. 1, Hal. 58-68, 2021.
- [7] G. Margaretha Tampa, S. Seprianto Maddusa, and O. Roni Pinontoan, "Analisis Kadar Sulfur Dioksida (SO₂) Udara di Kawasan Terminal Malalayang Kota Manado Tahun 2019," *Indonesian Journal of Public and Community Medicine (IJPHCM)*, vol. 1, no. 3, pp. 87–92, Jul. 2020, doi: 10.35801/ijphcm.1.3.2020.29116.
- [8] E. F. Ahmad and M. Santoso, "Analisis Karakterisasi Konsentrasi dan Komposisi Partikulat Udara (Studi Case : Surabaya)," *Jurnal Kimia VALENSI*, vol. 2, no. 2, pp. 97–103, Dec. 2016, doi: 10.15408/jkv.v2i2.3602.
- [9] I. Ismiyati, D. Marlita, and D. Saidah, "Pencemaran udara akibat emisi gas buang kendaraan bermotor," *Jurnal Manajemen Transportasi & Logistik (JMTRANSLOG)*, vol. 1, no. 3, p. 241, Nov. 2014, doi: 10.54324/j.mtl.v1i3.23.
- [10] A. S. Panggabean, T. Widyastuti, and N. Hindryawati, "Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena pada Sampel Udara dan Tanah Menggunakan Kromatografi Gas," *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, vol. 15, no. 1, p. 177, Mar. 2019, doi: 10.20961/alchemy.15.1.25522.177-189.
- [11] Riyanto, "*Validasi & Verifikasi Metode Uji Sesuai Dengan ISO/IEC 17025 Laboratory Pengujian dan Kalibrasi*," Yogyakarta: Deepublish, 2014
- [12] A. S. Panggabean, S. P. Pasaribu, and F. Kristiana, "The utilization of nitrogen gas as a carrier gas in the determination of HG ions using cold Vapor-Atomic Absorption spectrophotometer (CV-AAS)," *Indonesian Journal of Chemistry*, vol. 18, no. 2, p. 279, May 2018, doi: 10.22146/ijc.23092.
- [13] J.N. Miller, and J.C. Miller, "*Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry*," 5th Edition, England: Pearson Education Limited, 2005.
- [14] R. M. Napitupulu, D. Julia, and A. S. Panggabean, "Validasi metode penentuan MN dalam oli lubrikan dengan metode pengenceran langsung menggunakan spektrofotometer serapan atom," *Indo J Chem Res*, vol. 6, no. 2, pp. 94–100, Jan. 2019, doi: 10.30598/ijcr.2019.6-ama.