SNI

SNI 19-7119.1-2005

Standar Nasional Indonesia

Udara ambien – Bagian 1: Cara uji kadar amoniak (NH_3) dengan metoda indofenol menggunakan spektrofotometer

ICS 13.040.20

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Cara uji 2
3.1 Prinsip 2
3.2 Bahan 2
3.3 Peralatan 4
3.4 Pengambilan contoh uji 5
3.5 Persiapan pengujian 5
3.6 Pengujian contoh uji 6
3.7 Perhitungan 6
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu 6
4.1 Jaminan mutu 6
4.2 Pengendalian mutu 7
Lampiran A Pelaporan 8
Bibliografi 9

Prakata

SNI *Udara ambien – Bagian 1: Cara uji kadar amoniak (NH_3) dengan metoda indofenol menggunakan spektrofotometer* ini dirumuskan dan diuji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode serta telah dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis Parameter Uji Kualitas Udara dari Panitia Teknis Sistem Manajemen Lingkungan (Panitia Teknis 207S).

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 5 – 6 Agustus 2004 di Jakarta.

Udara ambien – Bagian 1: Cara uji kadar amoniak (NH_3) dengan metoda indofenol menggunakan spektrofotometer

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan amoniak di udara ambien menggunakan spektrofotometer dengan metoda indofenol.

Lingkup pengujian meliputi:

a. Cara pengambilan contoh uji gas amoniak dengan menggunakan larutan penjerap.
b. Cara perhitungan volum contoh uji gas yang dijerap.
c. Cara penentuan gas amoniak di udara ambien menggunakan metoda indofenol secara spektrofotometri pada panjang gelombang 630 nm dengan kisaran konsentrasi 20 $\mu g/Nm^3$ sampai 700 $\mu g/Nm^3$ (0,025 ppm sampai 1 ppm).

2 Istilah dan definisi

2.1
udara ambien
udara bebas di permukaan bumi pada lapisan troposfir yang dibutuhkan dan mempengaruhi kesehatan manusia, mahluk hidup dan unsur lingkungan hidup lainnya

2.2
$\mu g/Nm^3$
satuan ini dibaca sebagai mikrogram per normal meter kubik, notasi N menunjukan satuan volum hisap udara kering dikoreksi pada kondisi normal (25^oC, 760 mmHg)

2.3
midget impinger
botol tempat pengambil contoh uji yang dilengkapi dengan ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter dalam 1 mm (Gambar 1)

2.4
larutan induk
larutan standar konsentrasi tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar konsentrasi lebih rendah

2.5
larutan standar
larutan dengan konsentrasi yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

2.6
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan hasil pembacaan serapan dan merupakan suatu garis lurus

2.7
larutan penjerap
larutan yang dapat menjerap analat

2.8
blanko laboratorium
suatu larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama preparasi dan penentuan contoh uji di laboratorium

2.9
blanko lapangan
suatu larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama pengambilan contoh uji

2.10
pengendalian mutu
suatu kegiatan yang bertujuan untuk memantau kesalahan analisis, baik berupa kesalahan metoda, kesalahan manusia, kontaminasi, maupun kesalahan pengambilan contoh uji dan perjalanan ke laboratorium

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Amoniak dari udara ambien yang telah dijerap oleh larutan penjerap asam sulfat, akan membentuk amonium sulfat. Kemudian direaksikan dengan fenol dan natrium hipoklorit dalam suasana basa, akan membentuk senyawa komplek indofenol yang berwarna biru. Intensitas warna biru yang terbentuk diukur dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 630 nm.

3.2 Bahan

3.2.1 Larutan penjerap

a) masukkan 3 mL H_2SO_4 97% ke dalam labu ukur 1000 mL yang telah berisi kurang lebih 200 mL air suling dingin yang diletakkan dalam penangas air es;
b) larutan diencerkan hingga 1000 mL lalu homogenkan (hati-hati reaksi eksotermis).

3.2.2 Larutan natrium nitroprusida ($Na_2Fe(CN)_5NO.2H_2O$) 2%

Larutkan 2 g natrium nitroprusida ke dalam labu ukur 100 mL dengan air suling, encerkan hingga tanda tera lalu homogenkan.

CATATAN Larutan ini dapat stabil selama 2 bulan dengan baik, jika disimpan dalam lemari pendingin pada suhu 4°C - 8°C.

3.2.3 Larutan natrium hidroksida (NaOH) 6,75 M

a) larutkan 270 g NaOH dalam gelas piala 1000 mL yang telah berisi kurang lebih 500 mL air suling dingin yang diletakkan dalam penangas air es, encerkan hingga 1000 mL dan homogenkan;
b) simpan dalam botol polietilen.

3.2.4 Larutan natrium hipoklorit (NaOCl) 3,7%

Buat larutan NaOCl 3,7% dari larutan natrium hipoklorit yang tersedia di pasaran (5% - 6%).

CATATAN Larutan ini dapat stabil jika disimpan dalam lemari pendingin selama 2 bulan pada suhu 4°C - 8°C.

3.2.5 Larutan kerja hipoklorit

a) Masukkan 30 mL NaOH 6,75 M dan 30 mL larutan NaOCl 3,7% ke dalam labu ukur 100 mL;
b) Encerkan larutan tersebut dengan air suling dan tepatkan sampai tanda tera kemudian homogenkan.

CATATAN Larutan ini stabil selama 1 hari.

3.2.6 Larutan fenol (C_6H_5OH) 45% v/v

a) 50 g fenol dilebur di atas penangas air pada temperatur 60^oC dalam gelas piala 100 mL kemudian dipindahkan ke labu ukur 100 mL.

   CATATAN Kerjakan dengan hati-hati.

b) encerkan larutan dalam labu ukur tersebut diatas dengan metanol hingga tanda tera kemudian dihomogenkan.

   CATATAN Larutan ini dapat stabil jika disimpan dalam lemari pendingin selama 2 bulan pada suhu 4^oC - 8^oC.

3.2.7 Larutan kerja fenol

Masukkan 20 mL larutan induk fenol 45% dan 1 mL larutan natrium nitroprusid 2% ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan larutan tersebut dengan air suling sampai tanda tera, kemudian homogenkan.

CATATAN Larutan ini stabil selama 4 jam.

3.2.8 Larutan penyangga

Masukkan 50 g $Na_3PO_4.12H_2O$ dan 74 mL larutan NaOH 6,75 M ke dalam piala gelas 2000 mL kemudian encerkan dengan air suling hingga 1000 mL kemudian homogenkan.

3.2.9 Larutan induk amoniak 1000 µg

a) Larutkan 3,18 g NH_4Cl (yang telah dikeringkan pada suhu 105^oC selama 1 jam) dengan air suling ke dalam labu ukur 1000 mL kemudian diencerkan sampai tanda tera, lalu homogenkan
b) Tambahkan 1 tetes $CHCl_3$ sebagai pengawet.

CATATAN 1 3,18 g NH_4CI dapat digantikan dengan 3,88 gr $(NH_4)_2SO4$ yang telah dikeringkan pada suhu 130° C selama 1 jam

CATATAN 2 Larutan ini stabil selama 2 bulan.

3.2.10 Larutan standar amoniak 10 µg

Pipet 1 mL larutan induk amoniak ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan larutan penjerap sampai tanda tera, kemudian homogenkan.

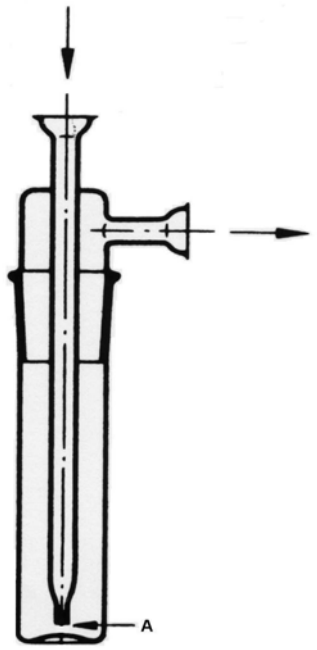
CATATAN Tiap 1 mL larutan sebanding dengan 10 µg NH_3.

3.2.11 Larutan HCl 1,2 M (untuk pencucian alat-alat gelas)

Larutkan 10 mL HCl p (12M), masukkan ke dalam gelas piala 100 mL dan tambahkan air suling sampai dengan 100 mL.

3.3 Peralatan

a) peralatan pengambilan contoh uji amoniak seperti Gambar 2, (setiap unit peralatan disambung dengan selang silikon dan tidak mengalami kebocoran);
b) *prefilter*;
c) labu ukur 100 mL; dan 1000 mL;
d) pipet volumetrik 0,5 mL; 1 mL; 5 mL dan 20 mL;
e) pipet mikro 1 mL;
f) gelas ukur 100 mL;
g) gelas piala 100 mL; 500 mL; 1000 mL dan 2000 mL;
h) tabung uji 25 mL;
i) spektrofotometer;
j) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
k) buret 50 mL;
l) labu erlenmeyer 250 mL;
m) kaca arloji;
n) desikator;
o) oven;
p) termometer;
q) barometer; dan
r) penangas air.

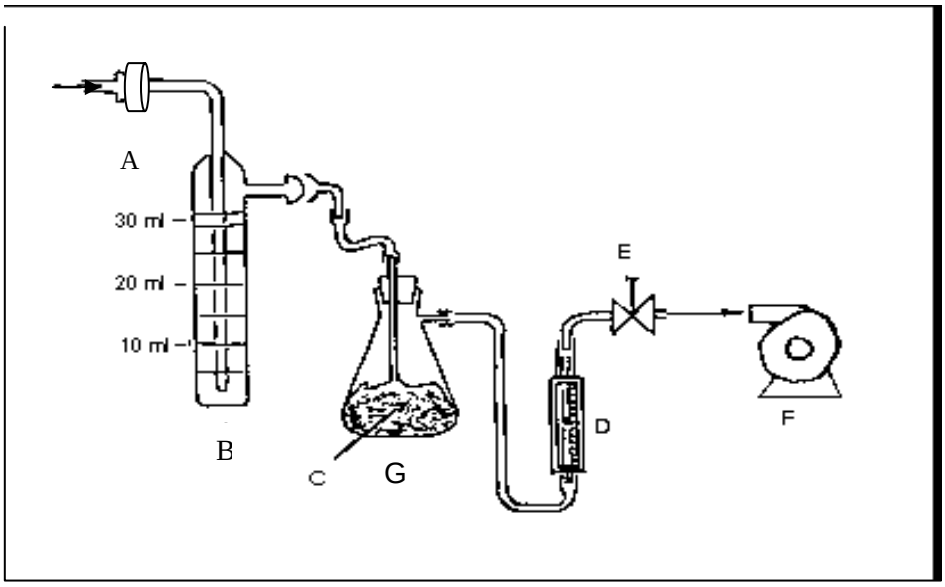


Keterangan gambar:

A adalah ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter dalam 1 mm;

Botol penjerap *midget impinger* dengan kapasitas volum 30 mL.

Gambar 1 Botol penjerap *midget impinger*



Keterangan gambar :

A adalah *prefilter holder*
B adalah botol penjerap volume 30 mL;
C adalah perangkap uap;
G adalah serat kaca (*glass wool*);
D adalah *flow meter* yang mampu mengukur laju alir 1 L/menit;
E adalah kran pengatur;
F adalah pompa.

Gambar 2 Rangkaian peralatan pengambil contoh uji amoniak

3.4 Pengambilan contoh uji

Untuk pelaksanaan pengambilan contoh uji diperlukan peralatan seperti pada gambar 1 dengan tahapan pengerjaan:

a) Susun peralatan pengambilan contoh uji seperti pada gambar 2;
b) Masukkan larutan penjerap sebanyak 10 mL ke dalam botol penjerap. Tempatkan botol penjerap sedemikian rupa sehingga terlindungi dari hujan dan sinar matahari secara langsung;
c) Hidupkan pompa penghisap udara dan atur laju alir 1 L/menit sampai 2 L/menit, setelah stabil catat laju alir awal (F_1);
d) Lakukan pengambilan contoh uji selama 1 jam dan catat temperatur dan tekanan udara;
e) Setelah 1 jam catat laju alir akhir (F_2) dan kemudian matikan pompa penghisap.

CATATAN *Prefilter* sebelum digunakan dicuci terlebih dahulu dengan air suling dan dikeringkan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi

a) Optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat;
b) Siapkan 6 buah tabung uji 25 mL lalu masukkan ke dalamnya larutan standar amonia masing-masing 0,0 mL; 0,2 mL; 0,4 mL; 0,6 mL; 1,0 mL dan 1,5 mL, yang mengandung 0 μg NH_3; 2 μg NH_3; 4 μg NH_3; 6 μg NH_3; 10 μg NH_3 dan 15 μg NH_3. Selanjutnya tambahkan larutan penjerap sampai volum 10 mL;
c) Tambahkan berturut-turut ke dalam masing-masing tabung uji 2 mL larutan penyangga, 5 mL larutan pereaksi fenol dan 2,5 mL larutan pereaksi natrium hipoklorit lalu dihomogenkan;

d) Tambahkan air suling ke dalam tabung uji sampai tanda tera, lalu homogenkan dan didiamkan selama 30 menit;
e) Ukur serapan masing-masing larutan pada panjang gelombang 630 nm.
f) Buat kurva kalibrasi antara serapan dengan jumlah NH_3 (µg).

3.6 Pengujian contoh uji

a) Pindahkan larutan contoh uji ke dalam tabung uji 25 mL;
b) Lakukan langkah 3.5.1 butir c) sampai d);
c) Masukkan larutan contoh uji ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 630 nm;
d) Baca serapan contoh uji kemudian hitung jumlah NH_3 yang diperoleh dari kurva kalibrasi;
e) Lakukan langkah-langkah 3.6 butir a) sampai d) untuk pengujian blanko dengan menggunakan 10 mL larutan penjerap.

3.7 Perhitungan

3.7.1 Volum contoh uji udara yang diambil

Volum contoh uji gas yang diambil, dikoreksi pada kondisi normal (25°C, 760 mmHg) dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$V = \frac{F_1 + F_2}{2} \times t \times \frac{P_a}{T_a} \times \frac{298}{760}$$

dengan pengertian:

V adalah volum udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal 25°C, 760 mmHg;
F_1 adalah laju alir awal (L/menit);
F_2 adalah laju alir akhir (L/menit);
t adalah waktu pengambilan contoh uji (menit);
P_a adalah tekanan barometer rata-rata selama pengambilan contoh uji (mmHg);
T_a adalah temperatur rata-rata selama pengambilan contoh uji (^oK);
298 adalah temperatur pada kondisi normal 25^oC (^oK);
760 adalah tekanan pada kondisi normal 1 atm (mmHg).

3.7.2 Konsentrasi NH_3 di udara ambien

Konsentrasi NH_3 dalam contoh uji dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$C = \frac{a}{V} x1000$$

dengan pengertian:

C adalah konsentrasi NH_3 di udara (µg/Nm^3);
a adalah jumlah NH_3 dari contoh uji berdasarkan kurva kalibrasi (µg);
V adalah volum udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal 25°C, 760 mmHg;
1000 adalah konversi dari L ke m^3.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia berkualitas (p.a.).

b) Gunakan alat gelas yang terkalibrasi dan bebas kontaminasi.
c) Gunakan alat ukur laju alir (*flow meter*), termometer, barometer dan alat spektrofotometer yang terkalibrasi.
d) Hindari terjadinya penguapan yang berlebihan dari larutan penjerap dalam botol penjerap, maka gunakan aluminium foil atau boks pendingin sebagai pelindung terhadap matahari.
e) Hindari pengambilan contoh uji pada saat hujan.

4.2 Pengendalian mutu

4.2.1 Uji blanko

a) Uji blanko laboratorium

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di laboratorium.

b) Uji blanko lapangan

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di lapangan.

4.2.2 Linearitas kurva kalibrasi

Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,998 (atau sesuai dengan kemampuan laboratorium yang bersangkutan) dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.

CATATAN Jaminan dan pengendalian mutu diberlakukan sesuai dengan kebijaksanaan laboratorium yang bersangkutan.

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis dan tanda tangan.
3) Tanggal analisis.
4) Rekaman kurva kalibrasi.
5) Batas deteksi.
6) Perhitungan.
7) Data pengambilan contoh uji (kondisi meteorologis).
8) Hasil pengukuran blanko.
9) Hasil pengukuran contoh uji.
10) Kadar NH_3 dalam contoh uji.

Bibliografi

Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 41 tahun 1999 tentang Pengendalian Pencemaran Udara. BAPEDAL.

APHA. *Methods of Air Sampling and Analysis.* 1988. Thrid Edition. American Public Health Association. Washington DC, USA. Method no. 401.

Lodge, James, 1986, *Methods of Air Sampling and Analysis,* Third edition, APHA. Washington. p 389.

Anonim, 1994, *ISO Standar Compaendium, Environment Air Quality,* First Edition.