

Berikut merupakan dokumen pendeskripsian pendekatan yang digunakan dalam menganalisa kadar amoniak (NH_3) setiap sumber emisi untuk menentukan nilai faktor emisi

**Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak –
Bagian 6: Cara uji kadar amoniak (NH_3) dengan
metode indofenol menggunakan spektrofotometer**

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Cara uji	2
4.1 Prinsip.....	2
4.2 Bahan	2
4.3 Peralatan	3
4.4 Pengambilan contoh uji	4
4.5 Persiapan pengujian.....	5
4.6 Pengujian contoh uji	5
4.7 Perhitungan	5
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	6
5.1 Jaminan mutu	6
5.2 Pengendalian mutu.....	6
Lampiran A Tabel tekanan uap air jenuh	8
Lampiran B Pelaporan.....	9
Bibliografi	10

Prakata

SNI Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak – Bagian 6: Cara uji kadar amoniak (NH₃) dengan metode 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.

**Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak –
Bagian 6: Cara uji kadar amoniak (NH₃) dengan metode
indofenol menggunakan spektrofotometer**

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan amoniak dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak dengan menggunakan metode indofenol.

Lingkup pengujian meliputi:

- a) Cara pengambilan contoh uji gas NH₃ dengan menggunakan larutan penjerap.
- b) Cara perhitungan volum contoh uji gas yang dijerap.
- c) Cara penentuan gas NH₃ dalam contoh uji emisi gas buang sumber tidak bergerak dengan metode indofenol menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 640 nm.

2 Acuan normatif

JIS K 0099-2004, *Methods for determination of ammonia in exhaust gas.*

3 Istilah dan definisi

3.1

emisi

zat, energi dan atau komponen lain yang dihasilkan dari suatu kegiatan yang masuk atau dimasukkannya ke udara ambien

3.2

mg/Nm³

satuan ini dibaca sebagai miligram per normal meter kubik, notasi N menunjukkan bahwa volum udara dikoreksi pada kondisi standar (25°C, 760 mmHg)

3.3

larutan induk

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

3.4

larutan standar

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

3.5

kurva kalibrasi

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

3.6

larutan penjerap

larutan yang dapat menyerap analat

3.7

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk menghilangkan gas-gas yang terperangkap di dalam pipa pengambil contoh uji

3.8

blanko laboratorium

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

3.9

blanko lapangan

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama pengambilan contoh uji

3.10

pengendalian mutu

kegiatan yang bertujuan untuk memantau kesalahan analisis, baik berupa kesalahan metode, kesalahan manusia, kontaminasi, maupun kesalahan sampling dan perjalanan ke laboratorium

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Gas NH₃ pada gas buang sumber emisi tidak bergerak dijerap dengan menggunakan pompa hisap menggunakan larutan penjerap H₃BO₃ 0,5% lalu ditambahkan larutan fenol-pentasio nitrosilferat (III) dan natrium hipoklorit untuk membentuk senyawa kompleks biru indofenol. Warna yang terbentuk diukur serapannya pada panjang gelombang 640 nm.

4.2 Bahan

4.2.1 Larutan penjerap asam borat (H₃BO₃) 0,5% (b/v)

- a) Larutkan 0,5 g H₃BO₃ di dalam labu ukur 100 mL dengan air suling, encerkan hingga tanda tera lalu homogenkan.
- b) Simpan larutan ini di dalam botol coklat di lemari dingin.

4.2.2 Larutan pencuci H₂O₂ 3 % (v/v)

Pipet 10 mL H₂O₂ 30 % ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan.

4.2.3 Larutan fenol- natrium nitroprusid (C₅FeN₆Na₂O.2H₂O)

- a) Larutkan 5 g fenol (C₆H₅OH) dan 25 mg natrium nitroprusid dengan air suling 500 mL, campurkan hingga homogen.
- b) Pindahkan ke dalam botol pereaksi yang berwarna gelap.

4.2.4 Larutan penyangga

- a) Larutkan 10 g NaOH dan 35,8 g NaHPO₄ dengan air suling di dalam gelas piala, kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL.

- b) Tambahkan 12 mL NaOCl (konsentrasi klorin 5%), ke dalam labu ukur tersebut, encerkan dengan air suling hingga tanda tera lalu homogenkan.

4.2.5 Larutan induk amoniak

- a) Keringkan amonium sulfat ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) di oven pada temperatur 130°C selama 1 jam, didinginkan dalam desikator.
b) Larutkan 0,295 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ di dalam labu ukur 1000 mL lalu larutkan dan tepatkan hingga tanda tera dengan air suling.

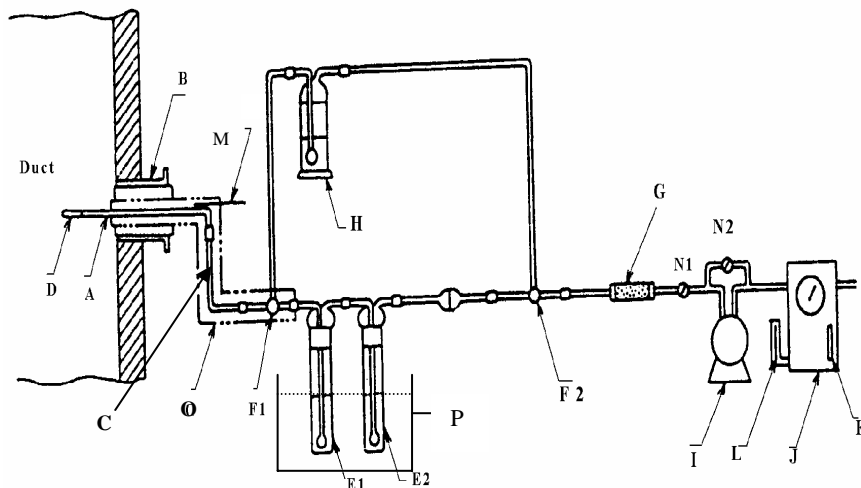
4.2.6 Larutan standar amoniak

Pipet 5 mL larutan induk amonia ke dalam labu ukur 500 mL, encerkan dengan larutan penjerap sampai tanda tera lalu homogenkan.

CATATAN 1 mL larutan ini sebanding dengan 1,0916 μL NH_3 pada kondisi 25°C .

4.3 Peralatan

- a) peralatan pengambilan contoh uji NH_3 sesuai dengan Gambar 1;
b) labu ukur 100 mL; 250 mL; 500 mL dan 1000 mL;
c) pipet volumetrik 1 mL; 2 mL; 5 mL; 10 mL dan 25 mL;
d) gelas ukur 100 mL;
e) gelas piala 100 mL dan 500 mL;
f) tabung uji 25 mL;
g) spektrofotometer dilengkapi kuvet;
h) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
i) labu erlenmeyer 250 mL;
j) oven;
k) kaca arloji;
l) desikator;
m) karet penghisap dan
n) botol berwarna coklat.



Keterangan gambar:

- | | | | |
|--------|-----------------------------------|----|--|
| A | adalah pipa pengambil contoh uji; | I | adalah pompa penghisap; |
| B | adalah flange; | J | adalah gas meter dengan kapasitas 1 L – 5 L per putaran; |
| C | adalah elemen pemanas; | K | adalah termometer; |
| D | adalah glass wool ; | L | adalah manometer; |
| E1, E2 | adalah botol penjerap 250 mL; | M | adalah termometer; |
| F1, F2 | adalah kran cabang tiga; | N1 | adalah kran penutup; |
| G | adalah tabung pengering ; | N2 | adalah kran pengatur kecepatan alir; |
| H | adalah botol pencuci; | O | adalah pipa karet (flurorubber). |
| P | adalah wadah pendingin; | | |

Gambar 1 Rangkaian peralatan pengambil contoh uji NH₃

4.4 Pengambilan contoh uji

- Susun peralatan pengambilan contoh uji seperti pada gambar 1.
- Masukkan 50 mL larutan penjerap (langkah 4.2.1) ke dalam masing-masing botol penjerap dan masukkan pula 50 ml larutan pencuci (langkah 4.2.2) ke dalam botol pencuci.
- Panaskan pipa pengambil contoh uji pada suhu 120°C. Pertahankan suhu pipa selama pengambilan contoh uji.
- Arahkan aliran gas buang ke posisi pencucian hingga aliran akan melalui botol pencuci
- Hidupkan pompa penghisap udara dan atur laju alir 1 L/menit, matikan pompa setelah 5 menit.
- Arahkan aliran gas buang ke posisi pengambilan contoh uji hingga aliran akan melalui botol penjerap.
- Baca penunjukan awal pada gas meter, V_1 (L).
- Hidupkan pompa dan lakukan pengambilan contoh uji sampai volum total 20 L dengan mengatur laju alir gas meter 1 L/menit.
- Catat temperatur dan tekanan gas buang pada saat pengambilan contoh dengan menggunakan termometer dan manometer pada gas meter.
- Matikan pompa, tutup aliran gas dan baca penunjukan akhir volum pada gas meter, V_2 (L).

4.5 Persiapan pengujian

4.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi

- Optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat.
- Pipet 0 mL, 1 mL, 3 mL, 5 mL, 7 mL, 10 mL larutan standar amonia pada langkah 4.2.6 ke dalam 6 buah tabung uji 25 mL, tepatkan masing-masing tabung dengan larutan penjerap sampai dengan 10 mL.
- Tambahkan 5 mL larutan fenol - natrium nitroprusid, dan aduk dengan baik.
- Tambahkan 5 mL larutan penyangga, aduk dengan baik dan tunggu selama satu jam.
- Ukur serapan masing - masing larutan fenol dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 640 nm .
- Buat kurva kalibrasi antara serapan dengan jumlah amoniak (mg).

4.5.2 Persiapan contoh uji

- Pindahkan larutan yang berisi contoh uji dari kedua botol penjerap ke dalam labu ukur 250 mL secara kuantitatif.
- Bilas botol penjerap dengan air suling dan masukkan ke dalam labu ukur di atas, encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan.
- Masukkan 100 mL larutan penjerap (blanko lapangan) ke dalam labu ukur 250 mL, encerkan dengan air suling, Larutan ini digunakan sebagai blanko.

4.6 Pengujian contoh uji

- Pipet 10 mL larutan contoh uji pada langkah 4.6 butir a ke dalam tabung uji 25 mL.
- Pipet 10 mL larutan blanko pada langkah 4.6 butir b dan masukkan ke dalam tabung uji 25 mL.
- Lakukan sesuai dengan langkah-langkah pada 4.4.1 butir c – e.
- Hitung konsentrasi contoh uji dengan menggunakan kurva kalibrasi.

4.7 Perhitungan

4.7.1 Volum contoh uji gas yang diambil

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

$$V_s = V \times \frac{298}{273 + t} \times \frac{(P_a + P_m - P_v)}{760}$$

dengan pengertian :

- V_s adalah volum contoh uji gas yang diambil dalam kondisi normal, (L);
- V adalah volum dari pembacaan gas meter atau $V_2 - V_1$, (L);
- P_a adalah tekanan udara atmosfer, (mmHg);
- P_m adalah tekanan dibaca pada gas meter, (mmHg);
- P_v adalah tekanan uap air jenuh pada temperatur t °C, (mmHg);
- t adalah temperatur gas dibaca pada gas meter, (°C);
- 298 adalah konversi temperatur pada kondisi normal (25°C) ke dalam kelvin;
- 273 adalah konversi temperatur standar (0°C) ke dalam kelvin; dan
- 760 adalah tekanan udara standar (mmHg).

4.7.2 Konsentrasi amoniak dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak

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

$$C = \frac{(A - B) \times fp}{V_s}$$

dengan pengertian ;

- C adalah konsentrasi NH_3 (ppm);
- A adalah jumlah amoniak pada contoh uji, didapat dari kurva kalibrasi (μL);
- B adalah jumlah amoniak pada larutan blanko, didapat dari kurva kalibrasi ($\mu\text{L NH}_3$);
- fp adalah faktor pengenceran (250/10);
- V_s adalah volum contoh gas uji dalam kondisi normal pada 25°C , 760 mmHg (L).

4.7.3 Konversi satuan konsentrasi NH_3 dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak

$$C' = C \times \frac{17}{24,45}$$

dengan pengertian :

- C' adalah konsentrasi NH_3 (mg/Nm^3);
- C adalah konsentrasi NH_3 (ppm);
- 17 adalah berat molekul NH_3 ;
- 24,45 adalah volum gas pada keadaan standar 25°C , 760 mmHg (L).

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

- a) Gunakan bahan kimia berkualitas p.a.
- b) Gunakan alat gelas yang terkalibrasi dan bebas kontaminasi.
- c) Gunakan gas meter, termometer dan alat spektrofotometer yang terkalibrasi.
- d) Posisi pengukuran berada pada posisi yang mewakili yaitu pada aliran yang homogen dan terhindar dari kemungkinan pengembunan, jarak antara lubang pengambilan contoh uji dengan botol penjerap sedekat mungkin.
- e) Pipa pengambilan contoh uji sebaiknya terbuat dari bahan yang tahan terhadap gas korosif yang terdapat dalam aliran gas (contohnya gas H_2S dan gas Cl_2).
- f) Sumbat ujung pipa dengan filter *glass wool* untuk menghindari bercampurnya partikulat (debu) yang terdapat dalam aliran gas dengan contoh uji gas.

5.2 Pengendalian mutu

5.2.1 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.

5.2.2 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 mutu dan pengendalian mutu diberlakukan sesuai dengan kebijaksanaan laboratorium yang bersangkutan.

Lampiran A

(normatif)

Tabel tekanan uap air jenuh

Tabel A.1 Tekanan Uap Air Jenuh (mmHg)

Suhu (°C)	Pv		ρ etanol	Suhu (°C)	Pv		ρ etanol
	0	5			0	5	
0	4,6	4,8	0,809				
1	4,9	5,1	0,808	31	33,7	34,7	0,782
2	5,3	5,5	0,807	32	35,7	36,7	0,781
3	5,7	5,9	0,806	33	37,7	38,8	0,781
4	6,1	6,3	0,805	34	39,9	41,0	0,780
5	6,5	6,8	0,804	35	42,2	43,4	0,779
6	7,0	7,3	0,804	36	44,6	45,8	0,778
7	7,5	7,8	0,803	37	47,1	48,4	0,777
8	8,0	8,3	0,802	38	49,7	51,1	0,776
9	8,6	8,9	0,801	39	52,5	53,9	0,775
10	9,2	9,5	0,800	40	55,3	56,8	0,775
11	9,8	10,2	0,799	41	58,4	59,9	0,774
12	10,5	10,9	0,798	42	61,5	63,1	0,774
13	11,2	11,6	0,798	43	64,8	66,5	0,772
14	12,0	12,4	0,797	44	68,3	70,1	0,771
15	12,8	13,2	0,796	45	71,9	73,7	0,770
16	13,6	14,1	0,795	46	75,7	77,6	0,770
17	14,5	15,0	0,794	47	79,6	81,6	0,769
18	15,5	16,0	0,793	48	83,7	85,8	0,768
19	16,5	17,0	0,792	49	88,0	90,2	0,767
20	17,5	18,1	0,792	50	92,5	94,8	0,766
21	18,7	19,2	0,791	51	97,2	99,6	0,765
22	19,8	20,4	0,790	52	102,1	104,6	0,764
23	21,1	21,7	0,789	53	107,2	109,8	0,764
24	22,4	23,1	0,788	54	112,5	115,2	0,763
25	23,8	24,5	0,787	55	118,0	120,9	0,762
26	25,2	26,0	0,787	56	123,8	126,7	0,761
27	26,7	27,5	0,786	57	120,8	132,9	0,76
28	28,4	29,2	0,785	58	136,0	139,2	0,759
29	30,1	30,9	0,784	59	142,5	145,9	0,758
30	31,8	32,8	0,783	60	149,3	152,8	0,758

Sumber : *Steam table from Perry's Chemical Engineering Handbook, 1986*

CATATAN Tabel ini digunakan untuk mencari nilai Pv.

Lampiran B
(normatif)
Pelaporan

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja:

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

Bibliografi

Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor : KEP-13/MENLH/3/1995 tentang Baku Mutu Emisi Sumber Tidak Bergerak

Kep-205/BAPEDAL/07/1996 tentang Pedoman Teknis Pengendalian Pencemaran Udara Sumber Tidak Bergerak. BAPEDAL

Perry, 1986, *Chemical Engineering Handbook*, Mc. Graw Hill, USA.