

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1AE Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 1 dari 11
CARA UJI KADAR FENOL DALAM AIR LIMBAH		

Disetujui oleh :  Kepala Seksi SS	Diajukan oleh :  Penyelia
--	--

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1AE Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 2 dari 11
CARA UJI KADAR FENOL DALAM AIR LIMBAH		

A. Prinsip

Semua fenol dalam air akan bereaksi dengan 4-aminoantipirin pada pH $7,9 \pm 0,1$ dalam suasana larutan kalium ferri sianida akan membentuk warna merah kecoklatan dari antipirin. Warna yang terbentuk diukur absorbansinya pada panjang gelombang 460 nm atau 500 nm.

B. Bahan

- a) Natrium sulfat anhidrat, Na_2SO_4 ;
- b) Air suling yang mempunyai daya hantar listrik (DHL) $0,5 \mu\text{mhos}/\text{cm}$ sampai dengan $2 \mu\text{mhos}/\text{cm}$;
- c) Kristal kalium Iodida, KI ;
- d) Asam klorida, HCl pekat 12 N;
- e) Natrium klorida, NaCl ;
- f) Kristal fenol, $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ murni 99,99%;
- g) Kloroform, CHCl_3 ;
- h) Kalium dikromat, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,025 N;
- i) Serbuk di-kalium hidrogen fosfat, K_2HPO_4 ;
- j) Serbuk kalium dihidrogen fosfat, KH_2PO_4 ;
- k) Larutan kalium ferisianida, $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$;
- l) Larutan bromat-bromida 0,1 N :
timbang 2,784 g KBrO_3 anhidrat, tambahkan 10 g kristal kalium bromida, KBr kemudian larutkan dengan air suling sampai 100 ml;
- n) Indikator metil jingga 5% :
larutkan 5 g kristal metil jingga dengan air suling sampai 100 ml;
- a) asam fosfat, H_3PO_4 1:9 :
pipet 10 ml H_3PO_4 85%, kemudian tambahkan 90 ml air suling dalam labu ukur 100 ml;
- b) natrium thiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025 N :
larutkan 6,205 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ dan 0,25 g NaOH dengan air suling sampai volume 1000 ml dalam labu ukur;
- c) larutan indikator kanji 0,05% :
larutkan 50 mg kristal kanji dalam 100 ml air suling;

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1AE Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 3 dari 11
CARA UJI KADAR FENOL DALAM AIR LIMBAH		

a) larutan natrium hidroksida, NaOH 2,5 N :

larutkan 10 g NaOH kristal dalam 100 ml air suling;

b) larutan ammonium hidroksida, NH₄OH 0,5 N :

encerkan 35 ml NH₄OH pekat dengan air suling sampai 1000 ml;

c) larutan asam sulfat, H₂SO₄ 1 N :

encerkan 2,777 ml asam sulfat pekat dengan air suling sampai 100 ml;

d) larutan asam sulfat, H₂SO₄ 4 N :

encerkan 11,111 ml asam sulfat pekat dengan air suling sampai 100 ml;

e) larutan penyangga fosfat :

larutkan 104,5 g K₂HPO₄ dan 72,3 g KH₂PO₄ dalam 1000 ml air suling, pH harus 6,8;

f) larutan 4 – aminoantipirin :

larutkan 2,0 g kristal 4-aminoantipirin dalam 100 ml air suling, siapkan setiap akan melakukan analisis;

g) larutan kalium ferisianida, K₄Fe(CN)₆:

larutkan 8,0 g kristal kalium ferisianida dalam 100 ml air suling, larutan ini mempunyai waktu simpan selama 1 minggu.

C. Peralatan

a) spektrofotometer uv/vis;

b) destilator yang dilengkapi dengan labu didih 1000 ml;

c) penangas air yang dilengkapi dengan pengatur suhu;

d) buret 50 ml;

e) corong pemisah 500 ml;

f) labu ukur 100 ml dan 1000 ml;

g) gelas ukur 100 ml;

h) pipet ukur 5 ml dan 10 ml;

i) pipet volumetrik 1 ml; 2 ml; 5 ml dan 10 ml;

j) gelas piala 500 ml dan 1000 ml;

k) erlenmeyer 500 ml.

D. Pengawetan Contoh Uji

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1AE Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 4 dari 11
CARA UJI KADAR FENOL DALAM AIR LIMBAH		

Apabila contoh uji tidak dapat segera dianalisis, contoh uji dapat diawetkan dengan cara penambahan asam sulfat, H_2SO_4 sampai pH lebih kecil sama dengan 2 dan simpan pada temperatur 4°C. Waktu simpan maksimum 28 hari.

E. Persiapan Contoh Uji

- a) Ukur 500 ml contoh uji secara duplo dan masukkan ke dalam labu didih, tambahkan batu didih dan beberapa indikator metil jingga sampai terjadi warna kuning.
- b) Tambahkan 2 sampai dengan 3 tetes larutan asam fosfat 1:9 sampai warna merah jingga ($pH \pm 4,0$) dan bila timbul gas H_2S atau SO_4 kocok pelan-pelan labu didih hingga bau gas hilang.
- c) Tambahkan lagi asam fosfat bila warna larutan contoh uji menjadi kuning kembali.
- d) Operasikan destilator dan tampung destilat pada gelas ukur sampai volume menjadi 450 ml.
- e) Matikan alat pemanas dan tambahkan air suling sebanyak 50 ml ke dalam labu didih, teruskan penyulingan hingga volume destilat menjadi 500 ml.
- f) Bila destilat jernih, lanjutkan pada tahap cara uji.
- g) Bila destilat yang dihasilkan keruh, tambahkan asam fosfat sampai warna merah jingga dan ulang destilasi mulai dari butir d) sampai f).
- h) Bila destilat ulang pada langkah g) masih keruh, ekstraksi terhadap contoh uji dengan tahapan sebagai berikut :
 - 1) Ukur 500 ml contoh uji secara duplo dan masukkan ke dalam corong pisah.
 - 2) Tambahkan masing-masing 4 tetes indikator metil jingga dan H_2SO_4 1 N sampai warna merah jingga, kemudian tambahkan 150 g NaCl.
 - 3) Ekstraksi dengan 40 ml kloroform, kemudian kocok dan biarkan sampai lapisan kloroform terpisah.
 - 4) Pindahkan lapisan kloroform ke dalam corong pemisah lainnya dan ulangi ekstraksi di atas sebanyak 4 kali masing-masing dengan penambahan 25 ml kloroform.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1AE Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 5 dari 11
CARA UJI KADAR FENOL DALAM AIR LIMBAH		

- 5) Tambahkan 4,0 ml larutan NaOH 2,5 N ke dalam lapisan kloroform yang telah dipisahkan, kemudian kocok dan pindahkan ekstrak alkalis ke dalam gelas piala.
- 6) Tambahkan 3 ml larutan NaOH 2,5 N ke dalam larutan kloroform, kocok kembali dan satukan hasil ekstrak alkalis.
- 7) Panaskan hasil-hasil ekstraksi di atas penangas air pada suhu (55 ± 2)°C untuk menguapkan kloroform, dinginkan kemudian tambahkan air suling sampai volume menjadi 500 ml.
- 8) Ulang kembali penyulingan mulai langkah 5) sampai 7).
- 9) Air suling yang jernih merupakan contoh uji.
- 10) Contoh uji siap diuji.

F. Persiapan Pengujian

Larutan induk fenol (C₆H₅OH)

Larutkan 1,00 g fenol (C₆H₅OH) bebas air dengan 100 ml air suling di dalam labu ukur 1000 ml dan tepatkan sampai tanda tera.

Penetapan kadar Fenol dalam larutan induk dengan tahapan:

- a) Pipet 50 ml larutan induk dan masukkan ke dalam labu erlenmeyer 500 ml dan tambahkan 100 ml.
- b) Tambahkan 10 ml bromat-bromida 0,1 N dan 5 ml HCl pekat, kemudian dikocok. Bila warna coklat dari Br₂ tidak nampak, tambahkan secara bertahap 10 ml larutan bromat-bromida 0,1 N sampai terjadi warna coklat dan biarkan selama 10 menit.
- c) Kemudian tambahkan 1 g KI.
- d) Lakukan penetapan blangko seperti butir a) sampai dengan c).
- e) Titrasi blanko dan larutan induk fenol dengan larutan natrium tiosulfat 0,025 N dan gunakan larutan kanji sebagai indikator.
- f) Catat pemakaian larutan natrium tiosulfat yang digunakan.
- g) Hitung kadar fenol dalam larutan induk dengan menggunakan rumus :

$$\text{konsentrasi fenol (mg/l)} = 7,842((A \times B) - C)$$

dengan pengertian :

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1AE Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 6 dari 11
CARA UJI KADAR FENOL DALAM AIR LIMBAH		

- A adalah banyaknya larutan natrium tiosulfat yang digunakan untuk titrasi blanko (ml);
- B adalah banyaknya bromat-bromida 0,1 N yang ditambahkan pada larutan baku fenol dibagi 10;
- C adalah banyaknya larutan natrium tiosulfat yang dipergunakan untuk titrasi larutan induk fenol (ml).

Pembuatan larutan baku fenol (C_6H_5OH) 100 mg/L

Pipet 10,0 ml larutan induk fenol 1000 mg/l kedalam labu ukur 100 ml dan tambahkan air suling sampai tepat tanda tera.

Pembuatan larutan baku fenol (C_6H_5OH) 1 mg/l

Pipet 1,0 ml larutan baku fenol 100 mg/l kedalam labu ukur 100 ml dan tambahkan air suling sampai tepat tanda tera.

Pembuatan larutan kerja fenol (C_6H_5OH)

- a) Pembuatan larutan kerja fenol antara 0,005 mg/l sampai dengan 0,100 mg/l dengan tahapan sebagai berikut :
 - 1) Pipet 5,0 ml larutan induk fenol dan masukkan ke dalam labu ukur 500 ml dan tambahkan air suling sampai tepat tanda tera.
 - 2) Pipet 0,0 ml; 3,0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml; 20,0 ml dan 50,0 ml larutan kerja fenol 1 mg/l, masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 500 ml.
 - 3) Tambahkan air suling sampai tepat pada tera hingga diperoleh 0,000 mg/l; 0,006 mg/l; 0,010 mg/l; 0,020 mg/l; 0,040 mg/l dan 0,100 mg/l fenol.
- b) Pembuatan larutan kerja fenol antara 0,200 mg/l sampai dengan 5,000 mg/l dengan tahapan sebagai berikut :
 - 1) Pipet 0,0 ml; 1,0 ml; 4,0 ml; 8,0 ml; 15,0 ml; 20,0 ml dan 25,0 ml larutan baku fenol 100 mg/l, masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 500 ml.
 - 2) Tambahkan air suling sampai tepat pada tera hingga diperoleh 0,000 mg/l; 0,200 mg/l; 0,800 mg/l; 1,600 mg/l; 3,000 mg/l; 4,000 mg/l dan 5,000 mg/l fenol.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1AE Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 7 dari 11
CARA UJI KADAR FENOL DALAM AIR LIMBAH		

Pembuatan kurva kalibrasi

Buat kurva kalibrasi dengan tahapan sebagai berikut:

a) Apabila kadar fenol antara 0,005 mg/l sampai dengan 0,1 mg/l buat kurva kalibrasi dengan tahapan sebagai berikut:

- 1) Optimalkan alat spektrofotometer sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengujian fenol kadar rendah.
- 2) Ukur 500 ml larutan baku secara duplo dan masukkan ke dalam gelas piala 1000 ml.
- 3) Tambahkan 12 ml larutan NH₄OH 0,5 N dan atur pH menjadi $7,9 \pm 0,1$ dengan penambahan larutan penyanga fosfat.
- 4) Pindahkan larutan ke dalam corong pemisah tambahkan 3,0 ml larutan aminoantipirin sambil diaduk.
- 5) Tambahkan 3,0 ml larutan kalium ferisianida sambil diaduk, diamkan selama 3 menit sampai timbul warna kuning jernih.
- 6) Ekstraksi dengan 25 ml kloroform dan kocok corong pemisah paling sedikit 10 kali, diamkan sampai lapisan kloroform terpisah.
- 7) Keluarkan lapisan kloroform melalui kertas saring yang telah dilapisi dengan 5 g natrium sulfat bebas air.
- 8) Masukkan ke dalam cuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat serapan pada panjang gelombang 460 nm.
- 9) Apabila perbedaan hasil pengukuran secara duplo lebih besar dari 2%, periksa keadaan alat dan ulangi pekerjaan mulai tahap 1), apabila lebih kecil atau sama dengan 2% rata-ratakan hasilnya.
- 10) Buat kurva kalibrasinya.

b) Apabila kadar fenol antara 0,200 mg/l sampai dengan 5,000 mg/l buat kurva kalibrasi dengan tahapan sebagai berikut:

- 1) Optimalkan alat spektrofotometer sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengujian fenol kadar tinggi.
- 2) Ukur 100 ml larutan baku secara duplo dan masukkan ke dalam gelas piala 250 ml.
- 3) Tambahkan 2,5 ml larutan NH₄OH 0,5 N dan atur pH menjadi $7,9 \pm 0,1$ dengan penambahan larutan penyanga fosfat.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1AE Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 8 dari 11
CARA UJI KADAR FENOL DALAM AIR LIMBAH		

- 4) Pindahkan larutan ke dalam corong pemisah tambahkan 1,0 ml larutan aminoantipirin sambil diaduk.
- 5) Tambahkan 1,0 ml larutan kalium ferisianida sambil diaduk, diamkan selama 15 menit.
- 6) Masukkan ke dalam cuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat absorbansinya pada panjang gelombang 500 nm.
- 7) Apabila perbedaan hasil pengukuran secara duplo lebih besar dari 2%, periksa keadaan alat dan ulangi pekerjaan mulai tahap 1), apabila lebih kecil atau sama dengan 2% rata-ratakan hasilnya.
- 8) Buat kurva kalibrasinya.

G. Prosedur Kerja

Lakukan cara uji fenol dengan tahapan sebagai berikut :

- a) Pengujian kadar fenol dalam air dan air limbah antara 0,005 mg/l sampai dengan 0,1 mg/l dengan tahapan sebagai berikut:
 - 1) Ukur 500 ml contoh uji secara duplo dan masukkan ke dalam gelas piala 1000 ml.
 - 2) Tambahkan 12 ml larutan NH_4OH 0,5 N dan atur pH menjadi $7,9 \pm 0,1$ dengan penambahan larutan penyanga fosfat.
 - 3) Pindahkan larutan ke dalam corong pemisah tambahkan 3 ml larutan aminoantipirin sambil diaduk.
 - 4) Tambahkan 3 ml larutan kalium ferisianida sambil diaduk, diamkan selama 3 menit sampai timbul warna kuning jernih.
 - 5) Ekstraksi dengan 25,0 ml kloroform dan kocok corong pemisah paling sedikit 10 kali, diamkan sampai lapisan kloroform terpisah.
 - 6) Keluarkan lapisan kloroform melalui kertas saring yang telah dilapisi dengan 5 g natrium sulfat anhidrat.
 - 7) Masukkan ke dalam cuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat absorbansinya pada panjang gelombang 460 nm.
- b) Pengujian kadar fenol dalam air dan air limbah antara 0,200 mg/l sampai dengan 5,000 mg/l dengan tahapan sebagai berikut:

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1AE Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 9 dari 11
CARA UJI KADAR FENOL DALAM AIR LIMBAH		

- 1) Ukur 100 ml contoh uji secara duplo dan masukkan ke dalam gelas piala 250 ml.
- 2) Tambahkan 2,5 ml larutan NH₄OH 0,5 N dan atur pH menjadi 7,9 ± 0,1 dengan penambahan larutan penyanga fosfat.
- 3) Tambahkan 1 ml larutan aminoantipirin sambil diaduk.
- 4) Tambahkan 1 ml larutan kalium ferisianida sambil diaduk, diamkan selama 15 menit.
- 5) Masukkan ke dalam cuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat absorbansi pada panjang gelombang 500 nm.

H. Perhitungan

Kadar Fenol

Hitung kadar fenol dalam contoh uji dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis regresinya dan perhatikan hal-hal berikut:

- a) Selisih kadar maksimum yang diperbolehkan antara dua pengukuran duplo adalah 12%.
- b) Apabila hasil perhitungan kadar fenol lebih besar atau sama dengan 0,1 mg/l dan lebih kecil atau sama dengan 0,2 mg/l. Ulangi pengujian dengan pengenceran contoh uji.

Perhitungan Relative Percent Different (RPD)

$$\%RPD = \left| \frac{X_1 - X_2}{\bar{X}} \right| \times 100\%$$

dengan pengertian :

- X₁ adalah hasil analisis pada penentuan pertama;
 X₂ adalah hasil analisis pada penentuan kedua;
 X adalah hasil analisis rata-rata.

Persen Temu Balik (%Recovery, %R)

$$\%R = \frac{A - B}{C} \times 100\%$$

dengan pengertian :

- A adalah Kadar contoh uji yang di *spike* (mg/l);

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1AE Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 10 dari 11
CARA UJI KADAR FENOL DALAM AIR LIMBAH		

- B adalah Kadar contoh uji yang tidak di *spike* (mg/l);
C adalah Kadar standar yang diperoleh (*target value*) (mg/l);

dengan,

$$C = \frac{Y \times Z}{V}$$

dengan pengertian :

- Y adalah volume standar yang ditambahkan (ml);
Z adalah kadar standar fenol yang ditambahkan (mg/l);
V adalah volume akhir (ml).

I. Jaminan Mutu dan Pengendalian Mutu

Jaminan Mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas pro analisis (p.a).
- Gunakan alat gelas yang bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Gunakan air suling dengan DHL lebih kecil dari 3 μ mosh.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu simpan maksimum (28 hari).

Pengendalian Mutu

- a) Linearitas kurva kalibrasi (*r*) lebih besar atau sama dengan 0,95.
- b) Lakukan analisis blangko untuk kontrol kontaminasi. Kadar fenol dalam larutan blangko harus lebih kecil daripada batas deteksi.
- c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis. Perbedaan hasil analisis duplo adalah lebih kecil dari 12%.

J. Rekomendasi

Kontrol akurasi

- a) Analisis CRM.
Lakukan analisis *certified reference material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
- b) Analisis *blind sample*.

LABORATORIUM BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG	INSTRUKSI KERJA	Nomor : IK-LAB-5.4.1.1AE Revisi/ Edisi : 0/7 Tanggal Terbit : 01 April 2019 Halaman : 11 dari 11
CARA UJI KADAR FENOL DALAM AIR LIMBAH		

- c) Kisaran persen balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
- d) Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis *spike matrix* kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.
- e) Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.

K. Dokumen Terkait

SNI 06-6989.21-2004