

Verification of Analysis Method of TBC (*P-Tert Butylcatechol*) in Industrial Waste from Polymerization Process

Verifikasi Metode Analisis TBC (*P-Tert Butylcatechol*) pada Air Limbah Industri dari Proses Polimerisasi

Ika Yanti^{a,*}

^a*Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta*

*Corresponding author: ika.yanti@uii.ac.id

Abstract

Verification of analysis method of TBC (*P-Tert Butylcatechol*) in wastewater using a UV-Vis spectrophotometer with reference to ASTM D 1157-59 has been carried out. Method verification is done to prove that the method used can be trusted and can be accounted for. The parameters of the verification method are linearity, precision, accuracy, and detection limit. The results of verification of the TBC method in industrial wastewater have met the requirements with linearity test results of 0.99999~1, standard accuracy test of 10 ppm; 15 ppm; and 20 ppm at 104.34%; 101.36%; 98.16%, the precision result of standard solutions of 10 ppm; 15 ppm; and 20 ppm are 0.12903; 0.08430; 0.08429, the detection limit test is 0.09447, and monitoring the wastewater sample concentration is still below the threshold with an average concentration of IH-7004 samples of 3.23 ppm and the S-8503 sample of 2.28 ppm.

Keywords: TBC (*P-Tert Butylcatechol*), method verification, industrial wastewater

Abstrak

Verifikasi metode analisis TBC (*P-Tert Butylcatechol*) dalam air limbah menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dengan acuan ASTM D 1157-59 telah dilakukan. Verifikasi metode dilakukan untuk membuktikan bahwa metode yang digunakan dapat dipercaya dan dapat dipertanggungjawabkan. Parameter dari verifikasi metode berupa linieritas, presisi, akurasi, dan limit deteksi. Hasil verifikasi metode TBC dalam air limbah industri telah memenuhi syarat dengan hasil uji linieritas sebesar 0,99999~1, uji akurasi standar 10 ppm; 15 ppm; dan 20 ppm sebesar 104,34%; 101,36%; 98,16%, hasil presisi larutan standar 10 ppm; 15 ppm; dan 20 ppm sebesar 0,12903; 0,08430; 0,08429, uji limit deteksi sebesar 0,09447, dan pemantauan konsentrasi sampel air limbah masih berada di bawah ambang batas dengan rata-rata konsentrasi sampel IH-7004 sebesar 3,23 ppm dan sampel S-8503 sebesar 2,28 ppm.

Kata kunci: TBC (*P-Tert Butylcatechol*), verifikasi metode, air limbah industri

Pendahuluan

Setiap harinya kebutuhan air bersih terus meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah populasi di dunia. Namun sumber keberadaan air bersih justru terus menurun di setiap tahunnya.

Meskipun jumlah air mencakup 70% dari permukaan bumi, akan tetapi hanya sekitar 0,002% yang tersedia untuk dikonsumsi oleh makhluk hidup (Alrumman, *et al*, 2016). Saat ini banyak air yang telah tercemar oleh bermacam-

*Verifikasi Metode Analisis TBC (*P-Tert Butylcatechol*) pada Air Limbah Industri dari Proses Polimerisasi*

macam limbah yang merupakan hasil dari kegiatan manusia, baik berasal dari limbah rumah tangga (domestik) ataupun limbah yang berasal dari kegiatan industri.

Limbah merupakan sisa suatu usaha atau kegiatan yang mengandung bahan berbahaya atau beracun yang karena sifat atau konsentrasi dan jumlahnya baik secara langsung atau tidak langsung dapat membahayakan lingkungan hidup, kesehatan, kelangsungan hidup manusia serta makhluk lainnya (Robert, *et al*, 2005). Limbah industri adalah semua jenis bahan sisa atau buangan yang berasal dari hasil samping kegiatan perindustrian. Limbah industri dapat menjadi limbah yang sangat berbahaya bagi lingkungan hidup dan manusia (Palar, 2008). Salah satu limbah pencemar adalah air hasil dari kegiatan industri. Air limbah industri dapat bersumber dari semua kegiatan industri baik secara langsung maupun secara tidak langsung. Pada umumnya air limbah industri terbentuk dari hasil proses produksi dalam suatu kegiatan perindustrian. Air limbah industri banyak mengandung senyawa kimia tertentu yang bersifat beracun dan berbahaya bagi kelangsungan hidup jika dibuang tanpa adanya proses pengolahan

terlebih dahulu. Semua bentuk limbah mempunyai potensi yang dapat memicu adanya dampak negatif terhadap lingkungan (Handayani, 2015). Oleh sebab itu perlu adanya penanganan khusus yang terus dikembangkan untuk menangani hal tersebut.

P-Tert Butylcatechol (TBC) adalah senyawa kimia organik yang banyak digunakan dalam kegiatan industri monomer dan polimer. *P-Tert Butylcatechol* merupakan alkohol tersier yaitu berupa padatan tidak berwarna, berbentuk kristalin, dengan titik didih 285°C dan titik leleh mulai dari 53-58°C (Dunnick, 2002). Kegunaan TBC dalam kegiatan industri yaitu sebagai penstabil dan inhibitor polimerisasi yang sangat khusus untuk produk-produk seperti *butadiene*, *styrene*, dan hidrokarbon tak jenuh lainnya. TBC merupakan salah satu senyawa kimia organik berbahaya jika dibuang secara langsung ke lingkungan, maka dilakukan analisis kadar TBC pada air limbah industri.

Metode penentuan kadar *P-Tert Butylcatechol* (TBC) menggunakan acuan ASTM D 1157-59 dengan menggunakan instrumen Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 425 nm. Metode analisis standar yang diterapkan di laboratorium harus terlebih dahulu dilakukan tahapan verifikasi

metode. Tahapan verifikasi metode dilakukan untuk mendapatkan informasi penting mengenai kemampuan dan kelemahan dari suatu metode analisis. Verifikasi metode dilakukan dengan beberapa parameter berupa linieritas, presisi, akurasi, dan limit deteksi. Verifikasi dari semua parameter diharapkan menghasilkan prosedur analisis yang dapat diterapkan pada laboratorium. Tujuan dari validasi tersebut adalah untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja (Utami, 2017) dan untuk konfirmasi metode tersebut telah sesuai dengan penggunaan (Sukaryono, 2017). Verifikasi metode uji terdapat parameter minimal yang harus dipenuhi yaitu presisi dan akurasi (Sa'adah dan Winata, 2010).

Metode Penelitian

Bahan yang digunakan yaitu 4-t butil katekol/TBC ($C_{10}H_{14}O_2$), etil alkohol (C_2H_5OH), feri klorida ($FeCl_3$), asam klorida (HCl), akuades dan kertas saring.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu instrumen Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV-1800), neraca analitik (Citizen XX-220), pompa vakum dan aspirator (Yamato Scientific WP-15), gelas beaker

50 mL, labu ukur 100 mL, pipet volumetrik 5 mL, pipet volumetrik 10 mL, pipet volumetrik 15 mL, pipet volumetrik 20 mL, pro pipet, spatula, dan corong gelas.

Pembuatan reagent TBC dilakukan dengan menimbang sejumlah 20 gram serbuk $FeCl_3$, dilarutkan dalam labu ukur 1 L dengan pelarut etil alkohol 500 mL, ditambahkan 9,2 mL HCl pekat, ditera hingga tanda batas dengan etil alkohol, digojok larutan hingga homogen. Kemudian dari larutan induk 1000 ppm tersebut diencerkan menjadi larutan induk TBC 100 ppm. Selanjutnya dibuat larutan standar 0, 10, 15, dan 20 ppm dari larutan induk 100 ppm dengan menambahkan pereagen $FeCl_3$ masing-masing sebanyak 5 mL dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades.

Penentuan kadar TBC dalam sampel air limbah dilakukan pertama kali dengan cara membuat blanko TBC. Pertama 5 mL larutan pereaksi $FeCl_3$ ditambahkan dalam labu ukur 100 mL, ditera hingga tanda batas dengan akuades, digojok hingga larutan homogen.

Sebelum air limbah dianalisis maka perlu preparasi sampel air limbah dengan cara 5 mL larutan pereaksi $FeCl_3$ ditambahkan dalam dua labu ukur 100 mL, disaring masing-masing sampel air

Verifikasi Metode Analisis TBC (P-Tert Butylcatechol) pada Air Limbah Industri dari Proses Polimerisasi

limbah IH-7004 dan S-8503, ditambahkan 1 mL HCl pada labu ukur 100 mL sampel IH 7004, ditera masing-masing labu ukur dengan sampel hasil saring hingga tanda batas, digojok hingga larutan homogen.

Sampel dan larutan standar TBC yang telah siap kemudian dilakukan analisis dengan instrumen Spektrofotometer UV-Vis *double beam* pada panjang gelombang 425 nm. Pengujian linieritas, akurasi, dan presisi dilakukan pada sample standar TBC 0, 10, 15, dan 20 ppm. Pengujian presisi pada sample TBC (limbah IH-7004 dan S-8503) dilakukan sebanyak 10 kali dalam 10 hari. Pengujian limit deteksi

(LOD) pada sampel standar dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan.

Hasil dan Pembahasan

Verifikasi metode analisis TBC dilakukan secara spektrofotometer UV-Vis dengan mereaksikan *P-Tert Butylcatechol* dengan feri klorida, senyawa kompleks berwarna kuning berasal dari feri klorida. Pengukuran serapan dilakukan pada panjang gelombang 425 nm. Uji linieritas dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi standar pada metode analisis TBC dilakukan dengan membuat deret standar TBC dengan konsentrasi 10 ppm, 15 ppm, dan 20 ppm dari larutan induk 1000 ppm.

Tabel 1. Hasil uji linieritas standar TBC

Standar (ppm)	STD Check (ppm)	Absorbansi	Deviasi (%)
0	0,02182	0,00012	0
10	10,43442	0,05836	4,3442
15	15,20107	0,08503	1,3404
20	19,61308	0,10971	1,9346
Slope		0,005594	
Intersep		-0,000004	
Koefisien Korelasi (r)		1,000000	

Hasil pengukuran absorbansi dan konsentrasi dari deret standar pada Tabel 1 yang digunakan diplotkan pada kurva kalibrasi, sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 1. Persamaan garis yang diperoleh dari kurva tersebut yaitu $y = 0,00559x - 0,000004$ dengan koefisien

korelasi sebesar 0,99999~1. Hubungan konsentrasi standar dengan absorbansi dikatakan linier atau sebanding dapat ditunjukkan melalui nilai koefisien korelasi. Menurut Riyanto (2014), verifikasi pada uji linieritas sudah memenuhi persyaratan secara umum

dengan koefisien korelasi minimal 0,9950, sedangkan nilai koefisien determinasi yang baik hasil uji linieritas adalah mendekati satu dan syarat keberterimaan nilai koefisien determinasi hasil uji linieritas adalah $>0,9970$. Hasil verifikasi uji linieritas yang telah dilakukan yaitu 0,99999 atau mendekati 1 maka dapat dikatakan bahwa uji linieritas telah memenuhi syarat keberterimaan yang artinya kinerja metode yang digunakan untuk konsentrasi yang diukur sangat baik.

Penentuan akurasi digunakan metode simulasi dan uji presisi digunakan metode keterulangan. Dimana dilakukan pengukuran absorbansi dari deret standar yang digunakan dengan sepuluh kali pengulangan pada panjang gelombang optimum. Pengukuran dengan sepuluh kali pengulangan menunjukkan adanya kedekatan hasil dari suatu seri pengukuran. Berikut hasil data perhitungan akurasi dan presisi dari deret standar TBC yang ditunjukkan pada Tabel 2.

Berdasarkan Tabel 2 hasil uji akurasi dan presisi dari deret standar TBC 10, 15, dan 20 ppm didapatkan rerata % Recovery berturut-turut sebesar 104,34; 101,36; dan 98,16% . Nilai %

RSD berturut-turut sebesar 0,12903; 0,08430; dan 0,08429%. Nilai yang didapatkan menunjukkan bahwa hasil uji akurasi dan presisi telah memenuhi syarat keberterimaan dengan nilai % Recovery berada dalam rentang maksimum 80-110% dan nilai % RSD berada di bawah 2%.

Uji presisi dilakukan pada sampel air limbah yaitu sampel IH-7004 dan S-8503. Uji ini dilakukan untuk monitoring konsentrasi sampel yang diuji secara keseharian di dalam laboratorium. Uji presisi dilakukan dengan metode ketertituan, dimana sampel diambil selama sepuluh hari dan dianalisis konsentrasi TBC dalam sampel tersebut.

Berdasarkan pada Tabel 3 nilai % RSD yang didapatkan yaitu 108,12 % untuk sampel IH-7004 dan 102,73% untuk sampel S-8503. Hasil uji presisi ini dikatakan tidak memenuhi syarat keberterimaan karena % RSD yang didapatkan lebih besar dari 2%. Namun konsentrasi dari kedua sampel tersebut masih berada dalam rentang konsentrasi TBC yang telah ditentukan yaitu kurang dari 16 ppm berdasarkan ASTM D 1157-59 dimana rerata konsentrasi IH-7004 sebesar 3,23 ppm dan rerata konsentrasi S-8503 sebesar 2,28 ppm.

Tabel 2. Hasil uji akurasi dan presisi larutan standar TBC 10, 15, dan 20 ppm

Larutan Standar TBC 10 ppm				
Pengulangan	Result	% Deviasi	% Recovery	Keterangan
1	10,43442	4,3442	104,34	Sesuai
2	10,40454	4,0454	104,05	Sesuai
3	10,45001	4,5001	104,50	Sesuai
4	10,43273	4,3273	104,33	Sesuai
5	10,45001	4,5001	104,50	Sesuai
6	10,43000	4,3000	104,30	Sesuai
7	10,44546	4,4546	104,45	Sesuai
8	10,43273	4,3273	104,33	Sesuai
9	10,43728	4,3728	104,37	Sesuai
10	10,42454	4,2454	104,25	Sesuai
Average	10,43417	4,3417	104,34	
SD	0,01346			
% RSD	0,12903			
Larutan Standar TBC 15 ppm				
Pengulangan	Result	% Deviasi	% Recovery	Keterangan
1	15,20107	1,3404	101,34	Sesuai
2	15,18487	1,2324	101,23	Sesuai
3	15,22398	1,4932	101,49	Sesuai
4	15,20670	1,3780	101,38	Sesuai
5	15,20488	1,3658	101,37	Sesuai
6	15,21852	1,4568	101,46	Sesuai
7	15,18578	1,8578	101,24	Sesuai
8	15,20852	1,3901	101,39	Sesuai
9	15,19579	1,3052	101,31	Sesuai
10	15,21215	1,4143	101,41	Sesuai
Average	15,20423	1,4234	101,36	
SD	0,01282			
% RSD	0,08430			
Larutan Standar TBC 20 ppm				
Pengulangan	Result	Deviasi	% Recovery	Keterangan
1	19,61308	1,9346	98,07	Sesuai
2	19,63080	1,8460	98,15	Sesuai
3	19,62234	1,8883	98,11	Sesuai
4	19,64625	1,7687	98,23	Sesuai
5	19,65816	1,7092	98,29	Sesuai
6	19,63098	1,8451	98,15	Sesuai
7	19,65688	1,7156	98,28	Sesuai
8	19,63206	1,8397	98,16	Sesuai
9	19,61961	1,9019	98,10	Sesuai
10	19,61324	1,9338	98,07	Sesuai
Average	19,63234	1,8383	98,16	
SD	0,01655			
% RSD	0,08429			

Tabel 3. Hasil uji sampel air limbah

Hari	Kadar TBC (ppm)	
	IH-7004	S-8503
1	4,35	0,50
2	9,90	7,86
3	0,50	0,62
4	1,34	1,81
5	0,71	1,23
6	3,65	1,81
7	8,71	4,94
8	0,50	0,50
9	0,50	1,94
10	2,10	1,60
Average	3,23	2,28
SD	3,48820	2,34347
% RSD	108,12	102,73

Tabel 4. Hasil uji blanko

Pengulangan	Blanko Check (ppm)
1	0,02182
2	0,01910
3	0,03910
4	0,01546
5	0,02910
6	0,01455
7	0,01728
8	0,03092
9	0,04183
10	0,08457
Average	0,03137
SD	0,02103
LOD	0,09447

Menurut Kantasubrata (2008) limit deteksi (LOD) merupakan jumlah terkecil analit dalam contoh yang dapat terdeteksi tetapi tidak perlu terkuantitasi, di bawah kondisi pengujian yang disepakati. Berdasarkan data pada Tabel 7, hasil uji LOD didapatkan nilai LOD sebesar 0,09447, nilai tersebut berada dibawah nilai yang telah disepakati sebelumnya yaitu 0,50.

Verifikasi Metode Analisis TBC (P-Tert Butylcatechol) pada Air Limbah Industri dari Proses Polimerisasi

Kesimpulan

Kadar TBC pada sampel *Waste Water Treatment* IH-7004 dan S-8503 yaitu sampel IH-7004 3,23 ppm dan sampel S-8503 2,28 ppm. Hasil monitoring konsentrasi kedua sampel WWT, didapatkan bahwa konsentrasi TBC dalam sampel IH-7004 dan S-8503 masih berada di bawah ambang batas yaitu 16 ppm.

Nilai uji linieritas didapatkan nilai sebesar 0,99999, uji akurasi pada deret standar 10 ppm; 15 ppm; dan 20 ppm didapatkan nilai sebesar 104,34%; 101,36%; 98,16%, uji presisi pada deret standar 10 ppm; 15 ppm; dan 20 ppm didapatkan nilai sebesar 0,12903%; 0,08430; 0,08429, uji LOD didapatkan nilai sebesar 0,09447, dan uji presisi sampel WWT didapatkan nilai sampel IH-7004 sebesar 108,12% dan sampel S-8503 sebesar 102,73%. Metode pengujian dikatakan baik, karena nilai yang diperoleh setiap pengujian telah memenuhi syarat keberterimaan.

Daftar Pustaka

Alrumman, S.A., El-kott, A.F., and Keshk, S.M., 2016, *Water Pollution: Source & Treatment, American Journal of Environmental Engineering*, Vol. 6 (3) : 88-98.

- Dunnick, J.K. *et al.*, 2002, *NTP Technical Report on the Toxicity Studies of P-Tert Butylcatechol*, National Toxicology Program No.70, National Institutes of Health.
- Handayani, Sih., Nasir, M., Saputro, Edy Purwo., 2015, *Manajemen Pengelolaan Limbah Industri*, *BENEFIT Jurnal Manajemen dan Bisnis*, Vol. 9 (2) : 143-149.
- Kantasubrata, 2008, *Validasi Metode*, Pusat Penelitian LIPI, Bandung.
- Palar, Heryandon., 1998. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Rineka Cipta, Jakarta.
- Robert, J.K., dan Roestam, S., 2005, *Pengolahan Sumber Daya Alam Terpadu*, Andi, Yogyakarta.
- Sa'adah, E., dan Winata, A.S., 2010, *Validasi Metode Pengujian Logam Tembaga pada Produk Air Minum dalam Kemasan Secara Spektrofotometri Serapan Atom Nyala*, *BIOPROPAL INDUSTRI*, Vol. 1 (2) : 31-37.
- Sukaryono, Ignacius D., Hadinoto, Sugeng., dan Fasa, L.R., 2017, *Verifikasi Metode Pengujian Cemaran Logam pada Air Minum dalam Kemasan (AMDK) dengan Metode AAS-GFA*, *Majalah BIAM*, Vol. 13 (1) : 8-16.
- Utami, Ardhaningtyas Riza., 2017, *Verifikasi Metode Pengujian Sulfat dalam Air dan Air Limbah Sesuai SNI 6989.20: 2009*, *Jurnal Teknoogi Proses dan Inovasi Industri*, Vol. 2 (1) : 19-25.