

A-10

KOMUNIKASI / I

A 10

**BALAI PENELITIAN KIMIA
SURABAYA**

NO: 23 / 1 / BALAI RISET
DAN STANDARISASI INDUSTRI

**PENETAPAN NATRIUM DALAM AIR
DENGAN MENGGUNAKAN PEREAKSI
KALIUM PIRO ANTIMONAT**

**DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN
PUSAT PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN
ANEKA INDUSTRI DAN KERAJINAN**

J U L I 1978

**BALAI PENELITIAN KIMIA
SURABAYA**

**PENETAPAN NATRIUM DALAM AIR
DENGAN MENGGUNAKAN PEREAKSI
KALIUM PIRO ANTIMONAT**

**DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN
PUSAT PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN
ANEKA INDUSTRI DAN KERAJINAN**

J U L I 1978

DAFTAR ISI.Halaman:

PENGANTAR	
DAFTAR ISI	i
RINGKASAN	ii
ABSTRACT	ii
I. PENDAHULUAN	1
II. TINJAUAN KEPUSTAKAAN	2
III. PERCOBAAN	3
IV. HASIL DAN DISKUSI	8
V. KESIMPULAN DAN SARAN	14
VI. DAFTAR KEPUSTAKAAN	15

26 ppm.	to	Ca	Ions like Ca
"	to	Mg	
"	to	Zn	
"	to	CN	
"	to	Fe	

do not interfere the determination .

Observed Statistical tests don't give any difference in the results .

Efforts on the determination of sodium content in water with potassium-pyro antimonate have been done at Surabaya Chemical Research Institute through comparison of the results with results obtained by instrumental analysis (flame photometer) .

A B S T R A C T .

Penelitian tentang penetapan kadar Natrium dalam air dengan pereaksi Kalium piro antimonat telah dilakukan di Balai Penelitian Kimia Surabaya dengan jalan membandingkan hasilnya dengan hasil -- penetapan secara instrumentasi (flame foto meter) .

Uji statistik menyatakan bahwa hasil penetapannya tidak berbeda . Ion-ion seperti Ca sampai 26 ppm

26 "	"	Mg	
"	"	Zn	
"	"	CN	
"	"	Fe	tidak mengganggu penetapan.

R I N G K A S A N .

I. P E N D A H U L U A N.

Sebagai tindak lanjut kebijaksanaan Kepala Balai Penelitian Kimia Surabaya untuk menyalurkan obyek penelitian yang tidak bisa diterima menjadi proyek, kedalam proyek penelitian yang dibiayai - oleh Balai sendiri (" In House Research ") maka penulis memberanikan diri untuk melakukan percobaan penetapan ion Natrium dengan menggunakan pereaksi Kalium piroantimonat secara kolorimetri.

Penelitian ini bersifat suatu pengetrapan metoda asing yang disertai dengan penyempurnaan disana sini.

Adapun latar belakang dilakukannya penelitian ini adalah karena adanya kenyataan bahwa akhir-akhir ini agaknya sulit diketemukan pereaksi uranil asetat, yang merupakan satu-satunya pereaksi yang kita gunakan untuk penetapan Natrium, sehingga kontinuitas kerja Balai agak terganggu.

Untuk itulah maka dilakukan usaha penetapan Natrium dengan pereaksi lain yang lebih murah dan mudah didapat.

Penelitian ini juga mempelajari sampai seberapa jauhnya pengaruh ion-ion yang banyak terdapat didalam air seperti :

- Ca (Kalsium)
- Mg (Magnesium)
- Zn (S e n g)
- Cu (Tembaga)
- Fe (B e s i)

II. T I N J A U A N K E P U S T A K A A N .

CARA-CARA PENETAPAN NATRIUM :

Dikenal beberapa cara penetapan ion natrium yang antara lain : Cara Grafimetri,
Cara Kolorimetri dan
Secara instrumentasi dengan menggunakan Flame Fotometri.

Masing-masing cara diatas merupakan hasil penyempurnaan dari cara-cara yang terdahulu .

Cara Grafimetri :

Dulu pemeriksaan natrium dalam air dilakukan secara grafimetri, dengan jalan mengendapkannya dengan pereaksi Zn uranil asetat sebagai NaZn Uranil Asetat .

Cara ini sekarang dianggap kurang praktis karena sebelum ion natrium diendapkan harus dilakukan pemisahan ion-ion lain terlebih dulu seperti : SO_4 , SiO_2 , Cl, Ca, Mg, kemudian pemijaran .

Cara Kolorimetri :

Dengan bisa digunakannya alat spektrofotometer maka penetapan natrium dilakukan secara kolorimetri dengan menggunakan pereaksi Mg Uranil asetat .

Adapun prinsipnya adalah sebagai berikut :

Ion Na dalam air membentuk garam triple natrium magnesium asetat. Kemudian setelah endapannya dipisahkan, lalu dilarutkan dalam air panas.

Kemudian berdasarkan intensitas warna merah yang ditimbulkan karena reaksi uranil dengan larutan alizarin, maka kadar natrium dapat ditetapkan berdasarkan larutan standar natrium .

Dengan menggunakan flame fotometer .

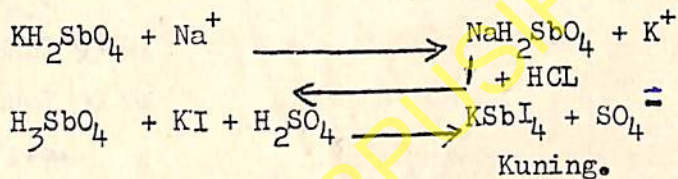
Setelah aktifnya alat flame fotometer maka natrium dalam air sekarang ditetapkan dengan menggunakan alat diatas .

Adapun prinsipnya adalah bahwa bila suatu atom, ion suatu logam dibakar pada suhu yang tinggi akan mengeluarkan spektrum warna dengan panjang gelombang tertentu dan intensitasnya tergantung dari konsentrasi logam tersebut.

Akan tetapi dalam hal tidak adanya pereaksi uranil asetat dan non aktifnya alat flame fotometri maka untuk tetap menjaga kontinuitas kerja Balai perlu diusahakan penggunaan pereaksi lain .

Dengan menggunakan pereaksi K. piroantimonat:

Prinsipnya adalah cara tidak langsung, yaitu mengendapkan ion Natrium sebagai Natrium piroantimonat. Endapan Na-piroantimonat dilarutkan dalam asam dan ditetapkan antimonnya dengan menggunakan pereaksi KI.



III. P E R C O B A A N .

Percobaan yang dilakukan meliputi 3 macam :

1. Penetapan Na dalam air dengan menggunakan pereaksi K-Piroantimonat (10 kali ulangan).
2. Penetapan Na dalam air (contoh sama dengan diatas) dengan menggunakan flame fotometer (10 kali ulangan).
3. Penelitian pengaruh ion Ca, Mg, Zn, Cu dan Fe sendiri-sendiri dan secara bersama .

1. Pemeriksaan Natrium dengan Kalium piro antimonat .

Alat-alat : 1. Labu takar 50 cc.

2. Alat pemusing beserta perlengkapannya.

3. Spektro fotometer beserta perlengkapannya .

Pereaksi :

1. Alkohol 95 %.

2. Alkohol 50 %.

3. HCl p.a.

4. H_2SO_4 1 : 5

5. Pereaksi K-piro antimonat.

10 gr K-piro antimonat dilarutkan dengan air mendidih hingga 500 ml. Didinginkan dengan cepat, setelah dingin ditambah 15 ml larutan KOH 10 % bebas natrium, digoyang terus sampai merata. Kemudian disaring dengan kertas saring bebas abu dan saringannya ditampung dalam botol parafin.

6. Pereaksi KI.

Dilarutkan 11,2 gr KI dan 2 gr asam askorbat dalam 100 ml aqua-dest .

Prinsip : Adanya ion Na^+ dalam contoh, maka ion K^+ dari K-piro antimonat akan diganti oleh ion Na^+ dan membentuk endapan dari natrium piro antimonat. Antimon dengan KI akan membentuk kompleks yang berwarna kuning dari $KSbI_4$ dalam suasana H_2SO_4 1 : 5 .

Cara kerja :

1. Mula-mula contoh air dipekatkan terlebih dahulu sampai 4-6 kali-
kemudian disaring untuk meningkatkan kandungan ion Na juga untuk
mengendapkan ion² Ca dan Mg yang berasal dari kesadahan sementa-
ra.
2. Dipipet 1 ml. pereaksi kalium piroantimonat kedalam tabung pemu-
sing, kemudian ditambahkan 1 ml. larutan contoh air yang telah -
dipekatkan sebanyak 6 kali. Dan 10 tetes alkohol 95 % sambil di-
goyang.
3. Didiamkan 45 menit.
4. Dipusingkan dan cairan jernihnya dibuang.
5. Endapan dicuci dengan alkohol 50 % 2 ml. sebanyak 3 kali.
6. Endapan dikeringkan.
7. Setelah kering dilarutkan dengan HCl p.a. 0,5 ml. dan dipindahkan
dalam labu takar 50 ml.
8. Tabung pemusing dibilas dengan 5 ml. H_2SO_4 1 : 5 dan ditampung da-
lam labu takar 50 ml. tadi, pembilasan dilakukan 2 kali.
9. Kedalam labu takar 50 ml. diatas ditambahkan 15 ml. H_2SO_4 1 : 5
dan 15 ml. pereaksi KI.
10. Diencerkan sampai tanda dan dikocok sampai merata.
11. Blanko dan standar juga dikerjakan seperti diatas.
12. Diperiksa absorbsinya pada panjang gelombang 420 m μ setelah 5
menit.

2. Penetapan Na dalam air dengan Flamefotometer

Hal-hal:

1. Labu takar 50 ml.
2. Flamefotometer beserta kelengkapannya.

Pereaksi

P e r e a k s i :

- Pereaksi 2 : larutan standar Na : 0,75 meq/l dan 0,02 % DBS,
 -"- 3 : " " Na : 0,5 meq/l dan 0,02 % DBS.
 -"- 1 : " DBS : 0,02 %

C a r a k e r j a :

Dengan menggunakan pereaksi 1,2, dan 3 sebagai larutan blanko dan standar dapat ditetapkan kadar Na dalam air (contoh sama dengan diatas).
 Penetapan diulang sebanyak 10 kali.

Penelitian pengaruh ion-ion pengganggu : Ca, Ag, Zn, Cu dan Fe.

A. Ion pengganggu tunggal :

1. CALSIUM (Ca).

Cara kerja:

Disediakan 4 tabung pemusing masing-masing ditambahkan 1 ml. Kalium piroantimonat, 1 ml. standar Na 1000 ppm dan standar Ca 200 ppm (tabung No.:1) : 0,05 cc.: 2). 0,1 cc . 3). 0,15 cc. 4). 0,20 cc), dan kedalam masing-masing tabung ditambahkan 10 te . 00 alkohol 95 % ditambahkan sambil digoyang.

Didiamkan 45 menit dan dipusingkan. Cairan jernihnya dibuang dan endapan dicuci dengan alkohol 50 % 2 ml. sebanyak 3 kali. Lalu endapan dikeringkan dan diperiksa Ca-nya secara kwalitatip.

Dengan cara yang sama dengan diatas, dilakukan percobaan atas ion-ion Mg, Zn, Cu dan Fe,

B. Ion-ion campuran:

Cara kerja:

4 ml. pereaksi Kalium piroantimonat dimasukkan kedalam tabung pemusing. Kemudian ditambah 1 ml. larutan standar Na 1000 ppm. dan larutan standar Ca 200 ppm, larutan standar Mg 200 ppm, larutan -

standar Zn 65 ppm, larutan standar Cu 100 ppm, larutan standar Fe 100 ppm, dan 10 tetes alkohol 95 % ditambahkan sambil digoyang. Didiamkan selama 45 menit dan dipusingkan, cairan jernihnya dibuang dan endapan dicuci dengan alkohol 50 % 2 ml. sebanyak 3 kali, lalu endapan dikeringkan dan diperiksa ion-ion Ca, Mg, Zn, Cu, dan Fe-nya, secara kualitatif.

DISPERPUSIP JATIM

IV. HASIL DAN DISKUSI.

Pengulangan 10 kali pada penetapan Na dalam air dengan pereaksi K.piroantimonat dan dengan menggunakan Flamefotometer memberikan hasil tertera pada tabel dibawah ini :

Ulangan	Dengan K.piroantimonat (A)		Dengan Flamefotometer
	Absorbsi	(ppm)	(ppm)
1	1,098	66,59	64,40
2	0,975	59,13	63,83
3	1,140	69,14	61,53
4	1,110	67,32	64,98
5	1,030	62,47	59,23
6	1,095	66,41	66,13
7	1,045	63,38	64,09
8	1,080	65,50	63,83
9	1,090	66,11	58,15
10	0,990	60,04	67,85
Rata-rata		64,61	63,51

Tabel 1 : hasil penetapan Na dalam contoh air dengan cara kolorimetri dan menggunakan Flamefotometer.

2. A. Ion pengganggu.....

2. A. Ion pengganggu tunggal :

Percobaan penelitian pengaruh ion-ion tunggal memberikan hasil sebagai berikut :

Calcium (Ca).

Konsentrasi Ca (ppm)	Ca dalam endapan
9,5	negatif
18,0	negatif
26,0	negatif
33,3	positif

Magnesium (Mg).

Konsentrasi Mg (ppm)	Mg dalam endapan
9,5	negatif
18	negatif
26	negatif
33	positif

Seng (Zn).

Konsentrasi Zn (ppm)	Zn dalam endapan
5,9	negatif
10,8	negatif
15,0	negatif
18,6	negatif
21,67	negatif

2. A. Ion pengganggu tunggal :

Percobaan penelitian pengaruh ion-ion tunggal memberikan hasil sebagai berikut :

Calcium (Ca).

Konsentrasi Ca (ppm)	Ca dalam endapan
9,5	negatif
18,0	negatif
26,0	negatif
33,3	positif

Magnesium (Mg).

Konsentrasi Mg (ppm)	Mg dalam endapan
9,5	negatif
18	negatif
26	negatif
33	positif

Seng (Zn).

Konsentrasi Zn (ppm)	Zn dalam endapan
5,9	negatif
10,8	negatif
15,0	negatif
18,6	negatif
21,67	negatif

B. Ion pengganggu ada bersama :

a.

Konsentrasi ion2 (ppm)	ion dalam endapan
Ca : 9,75	negatip
Mg : 9,75	negatip
Zn : 22,2	negatip
Cu : 4,88	negatip
Fe : 2,44	negatip

b.

Konsentrasi ion2 (ppm)	ion dalam endapan
Ca : 9,3	negatip
Mg : 9,3	negatip
Zn : 24	negatip
Cu : 4,7	negatip
Fe : 2,3	negatip

c.

Konsentrasi ion2 (ppm)	ion dalam endapan
Ca : 8,7	negatip
Mg : 8,7	negatip
Zn : 25,4	positip
Cu : 4,3	negatip -
Fe : 4,3	positip

PEMBAHASAN :

1. Untuk menyatakan bahwa rata-rata hasil penetapan pada tabel I adalah sama/tidak berbeda diperlukan uji statistik.

Uji hipotesa men. Behrens - Fisher

Dari data A : (sebelah kiri) diperoleh :

$$n = 10$$

$$\text{rata2} = 64,61$$

$$\text{ragam dari contoh : } s_A^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{10} (x - \bar{x})^2 = 10,56.$$

Pada data B (sebelah kanan).

diperoleh :

$$n = 10$$

$$\text{rata2} = 63,51$$

$$\text{ragam dari contoh : } s_B^2 = 8,58$$

Untuk membandingkan rata-ratanya maka dibuat hipotesa dari ragam populasinya : sebagai berikut :

$$H_0 : \sigma_A^2 = \sigma_B^2 \quad \text{lawan} \quad H_1 : \sigma_A^2 \neq \sigma_B^2$$

Hipotesa H_0 , menyatakan ragam populasi kedua data sama yang berarti rata-ratanya juga sama.

Hipotesa H_1 , menyatakan ragam populasi kedua data tidak sama, yang berarti rata-ratanya juga tidak sama.

Untuk ini perlu dihitung nilai F nya

$$F = s_A^2 / s_B^2 = \frac{10,56}{8,58} = 1,22$$

Ternyata $F_{0,05} = 3,0 > F_{\text{hitung}} = 1,22$.

V. KESIMPULAN DAN SARAN.

1. Penetapan Natrium dalam air dapat menggunakan pereaksi K-pi-roantimonat, asal contoh tidak mengandung : ion-2 pengganggu pada jumlah yang sudah mengendap. .
2. Berdasarkan besarnya absorpsi pada konsentrasi Na : 64 ppm seperti terlihat pada tabel 1, maka metode ini cukup peka untuk dikerjakan dengan menggunakan alat -- Kolorimeter yang lebih sederhana ataupun secara visual.
3. Agar supaya dilakukan percobaan penetapan dengan contoh lain, untuk menetapkan reproducibilitasnya.

VI. DAFTAR KEPUSTAKAAN.

1. FEIGH FRITZ. (1954),
" Spot Test "
Inorganic Application
Elseveir Publishing Company
London, New York.
2. SNELL F.D and CORNELIA T. SNELL (1949),
" Colorimetric Methods of Analysis " Vol.2.
D. Van Nostrand Company, Inc.
Princeton, New York.
3. TREADWELL F.P, and WILLIAM T.HALL. SB. (1937),
" Analitical Chemistry " Vol. 5.
Qualitatif Analysis.
John Willey & Sons, Inc.
New York, London.
4. NASUTION A.H dan BAREZI (1975),
" Metoda Statistika "
Penerbit P.T. Gramedia, Jakarta.

DAFTAR NILAI F PADA SELANG KEPERCAYAAN 95 % DAN 99 %.

n ₁ \ n ₂		n ₂ (2)							
		1	2	3	4	5	10	20	∞
1	0.05	161.0	200.0	216.0	225.0	230.0	248.0	248.0	254.0
	0.01	4052.0	4999.0	5403.0	5625.0	5764.0	6056.0	6208.0	6366.0
2	0.05	18.5	19.0	19.2	19.3	19.3	19.4	19.5	19.5
	0.01	98.5	99.0	99.2	99.3	99.3	99.4	99.5	99.5
3	0.05	10.1	9.6	9.3	9.1	9.0	8.8	8.7	8.5
	0.01	34.1	30.8	29.5	28.7	28.2	27.2	26.7	26.1
4	0.05	7.7	6.9	6.6	6.4	6.3	6.0	5.8	5.6
	0.01	21.2	18.0	16.7	16.0	15.5	14.5	14.0	13.5
5	0.05	6.6	5.8	5.4	5.2	5.1	4.7	4.6	4.4
	0.01	16.3	13.3	12.1	11.4	11.0	10.1	9.6	9.0
10	0.05	5.0	4.1	3.7	3.5	3.3	3.0	2.8	2.5
	0.01	10.0	7.6	6.6	6.0	5.6	4.9	4.4	3.9
20	0.05	4.4	3.5	3.1	2.9	2.7	2.4	2.1	1.8
	0.01	8.1	5.9	4.7	4.4	4.1	3.4	2.9	2.4
∞	0.05	3.8	3.0	2.6	2.4	2.2	1.8	1.6	1.0
	0.01	6.6	4.6	3.8	3.3	3.0	2.3	1.9	1.0

n₁, n₂ : Jumlah sampel .

Disederhanakan dari : Snedecor G.W. 1956. Statistical Methods Applied to Experiments in Agriculture and Biology, 5 th ed, Table 10.5.3, Iowa State College Press, Ames, Iowa .