

NO: 132 / 4 / BALAI RISET
DAN STANDARISASI INDUSTRI

A 217

PANDUAN CARA UJI

KOMODITI : GARAM BERYODIUM

DISPERPUSIP JATIM

DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI
BALAI PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI
(BALAI INDUSTRI)
JAWA TIMUR - SURABAYA

M A R E T - 1983

PANDUAN CARA UJI

KOMODITI : GARAM BERYODIUM

DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI
BALAI PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI
(BALAI INDUSTRI)
JAWA TIMUR - SURABAYA

MARET - 1983

GARAM BERYODIUM

1. Parameter : - Air
- Kotoran
- Fe_2O_3
- AL_2O_3
- Ca
- Mg
- SO_4
- NaCL
- Logam berbahaya
- KJO_3
2. Pereaksi : 1. AgNO_3 0,1 N 11. K_2CrO_4 10%
2. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,005 N 12. BaCL_2 10%
3. KJO_3 0,005 N 13. HCL
4. H_2S 14. HNO_3
5. SnCL_2 jenuh 15. NH_4CL
6. Zn powder 16. NH_4OH
7. Kapas Pb acetat 17. $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$
8. Kertas HgCL_2 18. $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$
9. H_3PO_4 85 %
10. Indikator kanji
3. Alat - alat : 1. Gelas piala 250 ml
2. Tabung Nesseler
3. Labu ukur 500 ml
4. Pipet 50 ml
5. Erlenmeyer 300 cc
6. Buret & Microburet
7. Gutzeit
8. Corong gelas \emptyset 7 Cm
9. Timbangan Analitik
10. Exicator
11. Drying oven
12. Elpiji brander
13. Krus porselin

4. Cara Analisa

4.1. Kadar Air (cara 140°C)

- Timbang \pm 2 gram contoh dalam botol timbang \emptyset 7 Cm
- Panaskan dalam drying oven 140°C selama 2 jam
- Dinginkan diexicator 15 menit dan timbang

$$\% \text{ Kadar Air} = \frac{\text{kehilangan bobot}}{\text{bobot contoh}} \times 100$$

4.2. Kotoran (Zat tak larut air)

- Timbang 10 gram contoh
- Larutkan dengan 100 ml aquadest panas
- Saring dengan kertas saring yang telah diketahui bobotnya
- Cuci aquadest panas sampai bebas Chlor
- Keringkan 105°C
- Dinginkan diexicator 15 menit dan Timbang

$$\% \text{ Kotoran} = \frac{\text{bobot endapan}}{\text{bobot contoh}} \times 100$$

- Filtrat ditampung labu ukur 500 ml untuk unsur lain

4.3. Fe₂O₃

- Pipet 25 ml filtrat zat tak larut air
- Masukkan ke dalam tabung Nessler 50 ml
- Tambah 5 cc KCNS 10% aduk-aduk
- Buat blanko
- Titar blanko dengan larutan standart Fe₂O₃

$$\% \text{ Fe}_2\text{O}_3 = \frac{\text{cc} \times \text{cons standart} \times \frac{500}{25}}{\text{Bobot Contoh}} \times 100$$

4.4. Al₂O₃

- Pipet 50 ml Filtrat kotoran
- Tambah 3 tetes HCl
- Tambah 10 cc NH₄Cl 10%
- Tambah 3 tetes indikator M.M
- Tambah 20 cc NH₄OH pekat
- Panaskan 15 menit mendidih
- Saring endapan dengan kertas saring bebas abu
- Cuci aquadest panas sampai bebas chlor
- Endapan dikertas saring dibakar di krus porselin

- Dinginkan diexicator 15 menit dan timbang
- $$\% \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ dan } \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{\text{bobot abu} \times \frac{250}{50} \times 100}{\text{bobot contoh}}$$
- $$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \% \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 - \% \text{Fe}_2\text{O}_3$$
- Filtrat Al_2O_3 untuk penetapan CaO

4.5. CaO

- Filtrat Al_2O_3 tambah 20 cc $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 4%
 - Panaskan diwater bath selama 1 jam
 - Endapan disaring dengan kertas saring rapat
 - Cuci dengan aquadest panas sampai bebas chlor
 - Endapan dan kertas saring dikembalikan ke gelas piala
 - Tambah 100 cc H_2SO_4 10%
 - Panaskan diatas water bath selama 15 menit
 - Titar dengan 0,1 N KMnO_4
- $$\% \text{CaO} = \frac{\text{cc} \times \text{N } \text{KMnO}_4 \times 0,028 \times \frac{500}{50} \times 100}{\text{gram contoh}}$$

4.6. MgO

- Filtrat CaO diuapkan hingga tinggal 100 cc
- Dinginkan
- Tambah 20 cc larutan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 10%
- Tambah 25 cc NH_4OH pekat
- Rendam dalam air es 24 jam
- Endapan disaring dengan kertas saring bebas abu
- Cuci dengan NH_4OH 2% 100 cc
- Endapan dan kertas saring dibakar dalam krus porselin
- Dinginkan diexicator 15 menit dan timbang

$$\% \text{MgO} = \frac{0,3623 \times \text{abu} \times \frac{500}{50} \times 100}{\text{bobot contoh}}$$

4.7. SO_4

- Pipet 50 cc filtrat zat tak larut air
- Masukkan kedalam gelas piala 250 ml
- Tambah 10 cc HCl 10%

- tambah 20 cc larutan BaCl₂ 10%
- Panaskan diatas water bath selama 1 jam
- Endapan disaring dengan kertas saring bebas abu
- Cuci dengan aquadest panas sampai bebas chlor
- Bakar endapan dengan krus porselin
- Dinginkan
- Tetesi dengan 2 cc H₂SO₄ pekat
- Bakar lagi sampai putih
- Dinginkan diexicator 15 menit dan timbang

$$\% \text{SO}_4 = \frac{0,4115 \times \text{abu} \times \frac{500}{50} \times 100}{\text{Contoh}}$$

4.8. Chlorida dan NaCl

- Pipet 50 cc filtrat zat tak larut
- Masukkan labu ukur 500 cc
- Setrip aquadest
- Pipet 25 cc filtrat pengenceran ini
- Masukkan dalam erlenmeyer 300 cc
- Tambah 1 cc HNO₃
- Tambah serbuk MgO sampai netral terhadap kertas lakmus
- Tambah 3 tetes indikator K₂CrO₄
- Titar dengan AgNO₃ 0,1 N sampai kuning coklat

$$\% \text{Chlorida} = \frac{\text{cc} \times \text{N AgNO}_3 \times 0,0354 \times \frac{500}{50} \times \frac{500}{25} \times 100}{\text{Bobot contoh}}$$

Perhitungan :

- 1) - Sulfat hitung sebagai CaSO₄
 - Lebihnya sebagai MgSO₄
 - Kelebihan Mg hitung sebagai MgCl₂
 - Sisa chlorida hitung sebagai NaCl
- 2) - Ca sebagai CaCO₄ lebih
 - Ca hitung sebagai CaCl₂
 - Mg sebagai MgCl₂
 - Sisa Cl sebagai NaCl
- 3) - SO₄ sebagai CaSO₄ dan MgSO₄ lebih
 - Sisa SO₄ sebagai Na₂SO₄
 - Cl dihitung sebagai NaCl

4.9. Logam berbahaya

- 1) - 10 ml filtrat tambah 1 ml asam acetat 30%
 - Tambah 1 ml Na_2S 1 N
 - Amati perubahan warnanya
- 2) - 10 ml larutan tambah 1 ml asam acetat 30%
 - Tambah 1,5 gram NaHCO_3
 - Tambah 5 tetes $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$
 - Amati perubahan warnanya
- 3). - Arsen - Cara Gutzeit
 - Labu A isi serbuk Zn larutan SnCl_2 jenuh
 - Tambah contoh dan HCl (1 : 1) 20 cc
 - Pipa B diisi kapas Pb acetat
 - Pipa C diisi kertas HgCl_2
 - Amati kertas HgCl_2
 - Bila coklat As positif

4.10. KJO_3

- Timbang 25 gram contoh di erlenmeyer 300 cc
 - Larutkan dengan aquadest 125 ml
 - Tambah 2 cc H_3PO_4 85% kocok
 - Tambah 0,5 gram KJ kristal
 - Tambah 1 cc indikator kanji
 - 5 cc KJO_3 0,005 N titar dengan 0,05 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ = B cc
 - Kerjakan sama dengan garam
 - (3,567 gram/1000 cc - 50/1000 cc = 0,005 N KJO_3)
- $$\text{KJO}_3 = \frac{890 \times A}{\text{bobot contoh} \times B} \text{ ppm}$$