

PERPUSTAKAAN  
BALAI PENELITIAN DAN  
PENGEMBANGAN INDUSTRI  
SURABAYA

A 65  
487

35  
487

KOMUNIKAS

A 65  
A 65

BALAI PENELITIAN KIMIA  
SURABAYA

NO: 53 / 2 / BALAI RISET  
DAN STANDARISASI INDUSTRI

DISPENSIP JATIM

**ANALISA ARSENIC DALAM AIR  
DENGAN METODE S.D.D.C.  
(SILVER DIETHYL DITHIO CARBAMATE)**

65

DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN  
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI

1979 - 1980

ANALISA ARSENIC DALAM AIR DENGAN METODE S D D C :....\*)

" R I N G K A S A N "

Analisa Arsenic dengan metode SDDC ( Silver Diethyl-dithio carbamate ) telah dicoba penerapannya di Laboratorium Air Balai Penelitian Kimia Surabaya dalam bentuk penelitian. Metode analisa ini menyangkut analisa senyawa anorganik Arsenic dalam air termasuk juga air buangan.

Berdasarkan uji statistik terhadap hasil percobaan dapat diketahui bahwa metode ini mempunyai ketelitian cukup tinggi.  $H_2S$  maupun senyawa sulfida yang lain mengganggu penetapan Arsenic tetapi ion pengganggu ini masih bisa diatasi secara efektif oleh Pb-Acetat yang berfungsi sebagai "scrubber".

Antimon ( Sb ) juga mengganggu analisa karena bisa membentuk Stibine dengan gas  $H_2$  yang bisa ikut terbawa bersama Arsine (  $AsH_3$  ).

Stibine tersebut bereaksi dengan pereaksi pengembang warna - SDDC, menghasilkan senyawa warna merah yang mempunyai panjang gelombang maximum 510 m $\mu$ .

Ion pengganggu Sb bisa diatasi secara efektif dengan penambahan pereaksi  $SnCl_2$ .

DAFTAR ISI.

B A B :

Halaman:

* R I N G K A S A N	
* D A F T A R I S I	
I. P E N D A H U L U A N .....	1
II. T I N J A U A N P U S T A K A .....	2
III. P E R C O B A A N .....	5
IV. H A S I L P E R C O B A A N D A N P E M B A H A S A N .....	9
V. K E S I M P U L A N D A N S A R A N .....	21
VI. D A F T A R P U S T A K A .....	22

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

Dalam rangka pengembangan metode analisa air di Laboratorium Balai Penelitian Kimia Surabaya, maka penulis dalam hal ini melalui " INHOUSE RESEARCH" telah melakukan percobaan penerapan : "Analisa - Arsenic Dalam Air Dengan Metode SDDC " secara photometri.

Penulis menganggap perlu untuk mengembangkan metode ini, satu dan lain mengingat bahwa sebelum dilakukannya percobaan tersebut, analisa Arsenic dalam air di kerjakan dengan metode penodaan  $HgBr_2$  - ( Mercuric Bromide Stain Methode), yang hasilnya kurang memuaskan. Dengan mengingat pula bahwasanya tercemarnya air oleh Arsenic adalah sangat berbahaya bagi makhluk hidup dan konsentrasi maximum yang diijinkan juga rendah, maka perlulah kiranya diusahakan suatu metode - baru yang selain mudah dikerjakan juga mempunyai ketelitian yang tinggi.

Penelitian ini sendiri sifatnya adalah penerapan metode analisa yang ada didalam literature dan dikerjakan dalam beberapa percobaan, yang kemudian hasilnya dicoba di diskusikan menurut kemampuan - dalam bab tersehdiri.

B A B. II  
TINJAUAN KEPUSTAKAAN.

Berdasarkan kepustakaan dikenal 2 metode analisa Arsenic dalam air, antara lain :

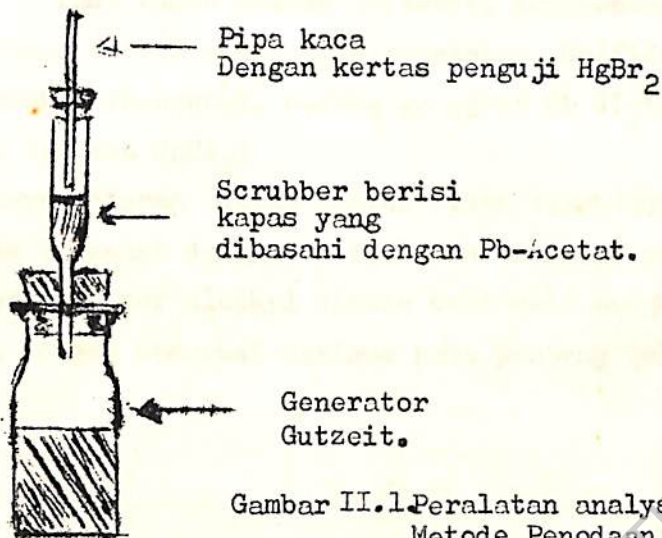
1. Metode penodaan (stain) dengan  $\text{HgBr}_2$  yang bersifat semi kuantitatif.
2. Metode silver diethyl dithio carhamate ( SDDC ).

ad. 1. Metode penodaan dengan  $\text{HgBr}_2$  :

Secara prinsip, setelah contoh mengalami pemekaan maka Arsenic dibebaskan sebagai gas Arsenic ( $\text{AsH}_3$ ) dalam peralatan Gutzeit yang sebagai pembangkit generator) gas  $\text{H}_2$  memakai logam zink, dalam suasana larutan - asam. Arsenic ini dilewatkan kolom yang berisi gulungan kapas ( roll cotton ) dibasahi dengan larutan Pb-Acetat untuk mengikat sulfida yang mengganggu penetapan. Arsenic kemudian "ditangkap" oleh kertas penguji yang telah dijenuhkan dengan larutan  $\text{HgBr}_2$ , menghasilkan noda - yang berwarna kuning coklat.

Secara kasar, panjang noda yang dihasilkan adalah sebanding dengan jumlah/kadar Arsenic yang ada. Analisa dengan metode ini telah dilakukan sebelumnya dan hasilnya kurang memuaskan dikarenakan noda yang diperoleh tidak stabil disamping mudah berubah warna bila disimpan.

Gambar: 1.



Gambar II.1. Peralatan analisa Arsenic dengan Metode Penodaan  $\text{HgBr}_2$ .

ad.2. Metode Silver Diethyl Dithio Carbamate (SDDC).

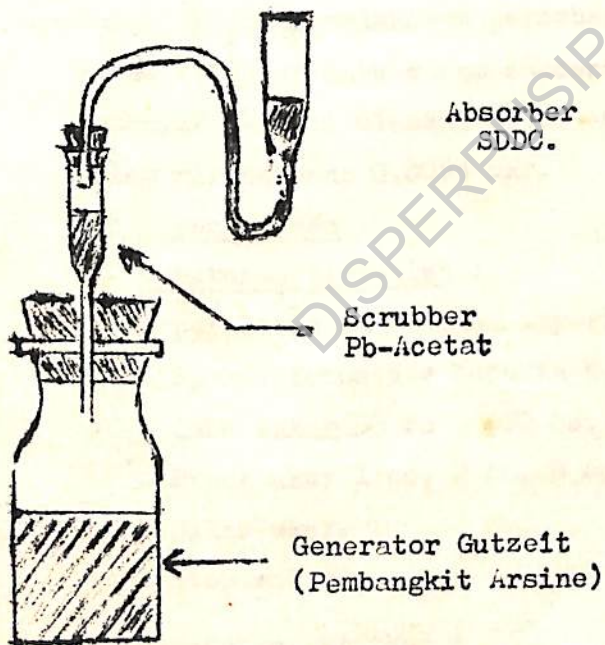
Metode analisa ini boleh dikata merupakan modifikasi dari metode penodaan  $\text{HgBr}_2$  sebab prinsip kerjanya adalah hampir sama, bedanya kadar Arsenic di tetapkan/diubah secara photometric. Disini, anorganik Arsenic yang telah direduksi menjadi Arsenic ( $\text{AsH}_3$ ) dalam generator Gutzeit, setelah dilowatkan sorber berisi kapas/glass wool yang dibasahi dengan larutan --  $\text{Pb-Acetate}$  dialirkan kedalam absorber yang berisi silver diethyl dithio carbamate yang dilarutkan dalam pyridine.

Dalam absorber, arsenic bereaksi dengan senyawa Ag tadi yang berfungsi sebagai larutan pengembang warna membentuk larutan - warna merah dan mempunyai absorpsi maximum pada panjang gelombang 535  $\text{m}\mu$ . Besarnya absorpsi yang diperoleh berkaitan dengan intensitas warna yang dihasilkan.

Pada kedua .....

Pada kedua metode tersebut, senyawa-senyawa sulfida dan antimon ( Sb ) mengganggu penetapan. Sulfida diserap oleh scrubber Pb-Acetat, sedang gangguan Sb diatasi dengan penambahan larutan  $\text{SnCl}_2$

Adanya antimon dalam contoh tidak dikehendaki karena antimon bisa bereaksi dengan  $\text{H}_2$  membentuk stibine yang juga bereaksi dengan silver diethyl dithio carbamate menghasilkan warna merah dengan absorpsi maximum pada panjang gelombang 510 m $\mu$ .



Gambar. II.2: Peralatan analisa Arsenic dengan metode SDDC.

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

Pelaksanaan penelitian meliputi tahapan percobaan antara lain :

- III.1. Analisa Arsenic dengan metode SDDC ( 14 kali ulangan ).
- III.2. Pengamatan kestabilan warna terhadap pengaruh waktu.
- III.3. Pembuatan curve standards As.
- III.4. Percobaan analisa As dengan penambahan ion pengganggu  $S^{=}$  dan  $Sb.^{+3}$

ad. III.1. Analisa Arsenic dengan metode SDDC ( 14 kali ulangan).

Tujuan dari percobaan ini adalah untuk mengetahui besar standard deviasi ( S )

Caranya dengan melakukan percobaan analisa secara berulang ulang terhadap satu macam konsentrasi As. Disini dilakukan sebanyak 14 kali ulangan terhadap Arsenic dengan kadar As dalam air sebesar 0,0075 mgr.

Tahap pengerjaan :

a). Kebutuhan alat-alat :

- peralatan analisa As seperti ditunjukkan pada gambar
- Spektrofotometer beserta kelengkapannya.
- Labu takar 50 cc , 500 cc, 1000cc,
- Pipet ukur 1 cc, 2 cc, 5 cc.
- Gelas ukur.
- Stop watch.

b). Kebutuhan pereaksi :

- HCl pekat,
- Larutan KJ 15 %.
- pereaksi  $SnCl_2$  40 %, dibuat dengan melarutkan 40 gr.  $SnCl_2 \cdot 2H_2O$  bebas arsen dalam 100 cc HCl pekat.

- Larutan Pb-Acetat 10 %.
- Larutan pengembang warna SDDC, dibuat dengan melarutkan 1 gr. SDDC dalam 200 cc pyridine. Disimpan dalam botol warna coklat.
- Logam Zn bebas Arsen, ukuran 20 / 30 mesh.
- Larutan standards As, dibuat dengan melarutkan 1,320 gr  $As_2O_3$  dalam 10 cc aquadest yang mengandung 4 gram NaOH, encerkan jadi 1 liter. 1 cc larutan ini mengandung 1 mgr As.

C). Prosedure :

- C.1. Ambil beberapa cc contoh, encerkan menjadi 35 cc dengan aquadest, kemudian masukkan dalam generator Gutzeit.
- C.2. Tambahkan berturut-turut : 5 cc HCl pekat, 2 cc larutan KJ 15 % dan 8 tetes ( + 0,4 cc ) pereaksi  $SnCl_2$ .  
Aduk baik-baik pada setiap kali penambahan pereaksi. Biarkan selama 15 menit untuk menyempurnakan reduksi arsenic kebentuk valensi tiga.
- C.3. Basahi gulungan kapas/glass wool dengan lar. Pb-Asetat 10 %, koringkan diudara terbuka, kemudian masukkan dalam scrubber.
- C.4. Pipet 4 cc larutan pengembang warna SDDC kedalam tabung absorber.
- C.5. Tambahkan 3 gr. logam Zn kedalam Generator Gutzeit dan pasang dengan cepat peralatan scrubber dan absorber kebotol generator Gutzeit. Pemasangan harus betul-betul rapat untuk mencegah kebocoran-kebocoran.
- C.6. Diamkan selama 30 menit untuk memberi kesempatan terlepasnya seluruh Arsenic sebagai gas Arsenic dan bereaksi dengan lar. SDDC. Untuk meyakinkan bahwa Arsenic sudah betul-betul habis, peralatan direndam dalam air panas.

0.7. Tuang seluruh larutan dalam absorber langsung ke cuvette, ukur besar absorpsi larutan tersebut menggunakan Spektrofotometer pada panjang gelombang 535 m $\mu$  dengan blangko larutan SDDC sebagai reference (pembanding).

Hasil percobaan ini dapat dipelajari pada Bab: IV.

### III.2. Pengamatan kestabilan warna terhadap pengaruh waktu :

Tujuan dari percobaan ini untuk mengetahui sampai berapa lama, larutan pengembang warna tersebut tidak mengalami perubahan. Dalam hal ini adalah besarnya absorpsi dari pada larutan pengembang warna tersebut, bila intensitas warna larutan berubah maka absorpsinya juga berubah.

Dengan mengetahui lamanya waktu terhadap kestabilan warna larutan pengembang warna, maka dapat ditentukan selisih waktu yang diperbolehkan antara waktu analisa dengan waktu pengukuran absorpsi.

Caranya ialah dengan mengadakan percobaan analisa As dengan konsentrasi sebarang. Kemudian besar absorpsi contoh ini diperiksa berulang-ulang dalam selang waktu 20 menit.

### III.3. Pembuatan curve standard As :

Dengan memiliki curve standard As, dapat ditentukan besar kadar As dalam contoh cukup dengan mengetahui besarnya absorpsi. Cara pembuatan curve standard adalah dengan melakukan percobaan analisa As pada berbagai konsentrasi secara berturut-turut, kemudian diperiksa absorpsinya dan diplot dalam suatu grafik. Dalam percobaan ini, besar konsentrasi As berturut-turut : 5, 7,5; 9,5; 12,5; 15,0; 17,5; 20,0  $\mu$ gr. ( mikro gram ).

III.4. Percobaan Analisa As dengan penambahan ion pengganggu sulfida dan antimon.

Tujuan dari percobaan ini adalah untuk mengetahui, pada konsentrasi berapa ion sulfida dan antimon mengganggu penetapan arsenic.

Cara kerja :

- A. Analisa arsenic dengan ion pengganggu sulfida ( $S^{2-}$ ). Dalam Percobaan ini diambil larutan arsenic standard pada konsentrasi tetap 12,5 /  $\mu$ gram sedang penambahan larutan standard sulfida dibuat bervariasi 0; 1,5; 3,0 dan 5,0  $\mu$ gram. Dalam analisisnya tidak dipergunakan scrubber Pb-Acetat. Absorpsi diukur pada = 535 m  $\mu$ .
- B. Analisa arsenic dengan ion pengganggu antimon (Sb). Diambil larutan standard As pada konsentrasi tetap 7,5  $\mu$ gram, kemudian ditambah dengan larutan standard Sb secara bervariasi. Analisa sesuai prosedur, tetapi tanpa penambahan larutan  $SnCl_2$  40 %. Absorpsi diperiksa pada = 535 m  $\mu$ . Disamping percobaan tersebut diatas, telah dilakukan pula usaha untuk mengetahui efektifitas pereaksi  $SnCl_2$  didalam mencegah gangguan ion Sb, dalam penetapan As. Cara kerja sama dengan diatas, hanya disini dilakukan penambahan larutan  $SnCl_2$  40 % secara bervariasi.

HASIL PERCOBAAN DAN PEMBAHASANIV.1. Hasil Percobaan :

- a. Pengamatan pengaruh waktu terhadap kestabilan warna larutan yang dilakukan pada selang 20 menit menghasilkan data data sebagai berikut :

Tabel IV.1. Pengaruh waktu terhadap kestabilan warna larutan Absorpsi diukur pada  $\lambda = 535 \text{ m}\mu$ .

Waktu pengamatan. T, menit.	Absorpsi A	% perubahan absorpsi terhadap absorpsi awal.
0	0,501	0,0
20	0,501	0,0
40	0,495	1,20
60	0,492	1,80
80	0,488	2,59
100	0,485	3,20
120	0,480	4,19

- b. Pengamatan hasil percobaan analisa As dalam air, dalam berbagai konsentrasi. Absorpsi diukur pada  $\lambda = 535 \text{ m}\mu$

Concentrasi As x, $\mu\text{gr.}$	Absorpsi A
5,0	0,247
7,5	0,338
9,5	0,506
12,5	0,599
15,0	0,749
17,0	0,772
20,0	0,850

Tabel IV.2: Besar absorpsi As pada berbagai konsentrasi.

c. Hasil percobaan analisa As sebanyak 14 kali ulangan dengan konsentrasi tetap sebesar  $7,5 \mu\text{gr}$ . Absorpsi diukur pada  $\lambda = 535 \text{ m}\mu$

Tabel IV.3. Besar absorpsi As pada pengamatan 14 kali ulang, konsentrasi tetap  $7,5 \mu\text{gr}$ .

Ulangan N	Absorpsi A
1	0,277
2	0,356
3	0,385
4	0,346
5	0,332
6	0,357
7	0,299
8	0,253
9	0,338
10	0,320
11	0,320
12	0,318
13	0,358
14	0,368

d. Hasil pengamatan percobaan analisa As dengan ion pengganggu  $\text{S}^{2-}$  dan  $\text{Sb}^{+3}$ .

Tabel IV.4: .....

Tabel IV.4: Data-data hasil analisa As dengan ion pengganggu  $S^{=}$ .

Consentrasi As, $\mu$ gram	Consentrasi $S^{=}$ $\mu$ gram	Absorbsi $\lambda = 535 \text{ m}\mu$ .
12,5	0,0	0,519
12,5	1,5	0,5185
12,5	3,0	0,530
12,5	5,0	0,550
12,5	8,0	0,655

Tabel IV.5: Data-data hasil analisa As dengan ion pengganggu  $Sb^{+3}$ 

Consentrasi A, $\mu$ gram	Consentrasi $Sb^{+3}$ $\mu$ gram	Absorbsi $\lambda = 535 \text{ m}\mu$
7,5	0,00	0,380
7,5	0,50	0,387
7,5	1,25	0,394
7,5	2,50	0,405
7,5	60,00	0,495
7,5	100,00	0,540
7,5	120,00	0,590
7,5	160,00	0,635
7,5	200,00	0,890

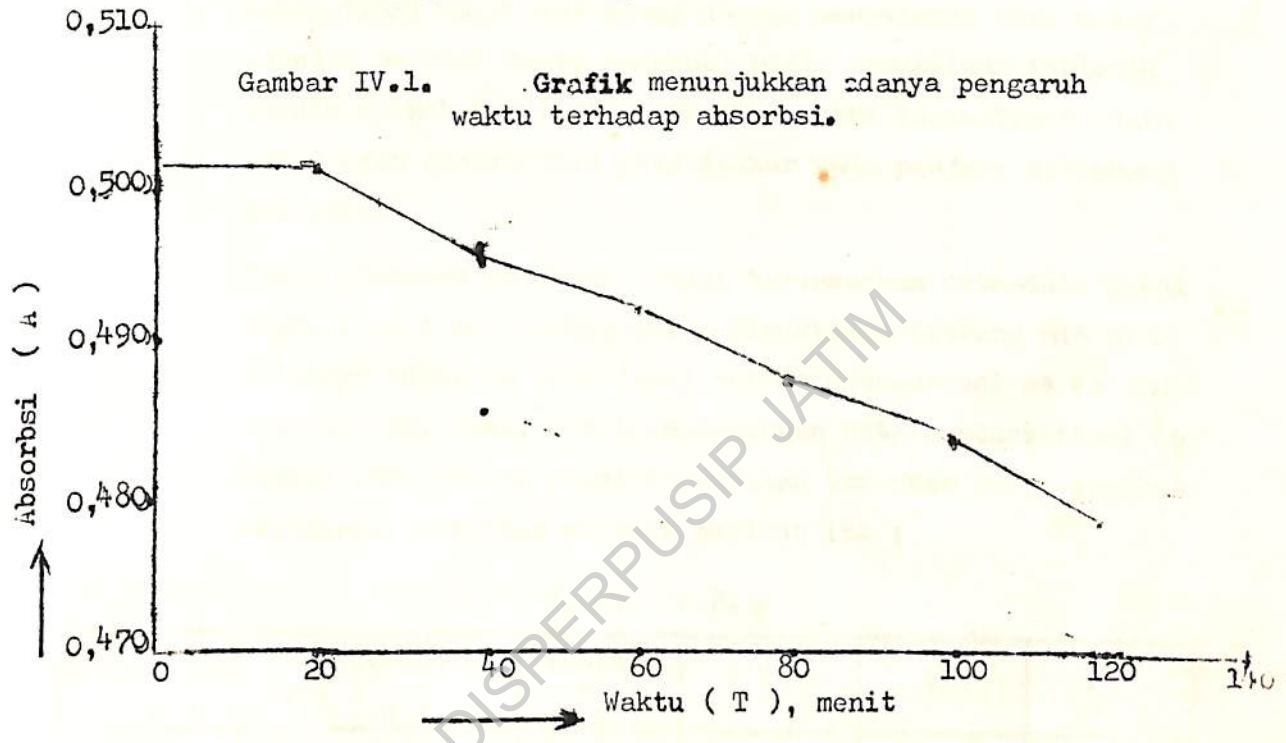
Tabel IV.6: Data-data hasil pengamatan efektifitas pereaksi  $SnCl_2$  terhadap ion pengganggu  $Sb^{+3}$  pada penetapan As.

Consentrasi As $\mu$ gram.	Consentrasi Sb $\mu$ gram	Penambahan $SnCl_2$ 40%, cc	Absorbsi $\lambda = 535 \text{ m}\mu$
7,5	-	0,40	0,317
7,5	40,0	0,00	0,746
7,5	40,0	0,40	0,428
7,5	40,0	4,00	0 321

IV.2. Pembahasan :

a. Antara waktu dengan absorpsi larutan terlihat adanya hubungan grafik yang dibuat berdasarkan data-data pada Tabel: IV.1. menunjukkan hubungan ini .

Gambar IV.1. Grafik menunjukkan adanya pengaruh waktu terhadap absorpsi.



Terlihat bahwa absorpsi larutan mulai mengalami perubahan setelah selang waktu 20 menit dan besarnya perubahan absorpsi setelah selang waktu 60 menit kurang dari 2 %. Oleh karena itu dapat diambil kesimpulan bahwasanya kestabilan warna larutan adalah cukup tinggi.

Pemeriksaan absorpsi larutan yang dianggap terbaik adalah sebelum mencapai waktu 20 menit.

b. Dalam .....

b. Dalam pekerjaan analisa menggunakan spektrofotometer umumnya dipakai curve standard yang menunjukkan hubungan antara besar absorpsi dengan konsentrasi suatu zat.

Dengan menggunakan curve standard dapat segera ditetapkan konsentrasi suatu zat cukup dengan mengetahui absorpsinya. Sebelum membuat curve standard perlu dibuktikan terlebih dahulu apakah betul ada hubungan antara konsentrasi suatu zat dengan absorpsinya yang diukur pada panjang gelombang tertentu.

Curve standard As dapat dibuat berdasarkan data-data Tabel IV.2. Tetapi sebelumnya perlu dibuktikan tentang ada atau tidaknya hubungan (korelasi) antara konsentrasi As dengan absorpsinya. Besar kecilnya hubungan antara konsentrasi As dengan absorpsinya dapat ditentukan berdasar koefisien korelasinya, dihitung seperti berikut ini :

Tabel IV.7.

Pengamatan ( N )	Concentrasi As, μgr. ( X )	Absorpsi As ( Y )	X.Y	X <sup>2</sup>	Y <sup>2</sup>
1	5,0	0,247	1,235	25,00	0,061
2	7,5	0,338	2,535	56,25	0,114
3	9,5	0,506	4,807	90,25	0,256
4	12,5	0,599	7,4875	156,25	0,359
5	15,0	0,749	11,235	225,00	0,561
6	17,5	0,772	13,510	306,25	0,596
7	20,0	0,850	17,000	400,00	0,722
Jumlah :	87,0	4,061	57,809	1259,00	2,669

Dari tabel diatas . . . . .

Dari tabel diatas diperoleh :

$$\begin{aligned} \Sigma X &= 87,0 \\ \Sigma Y &= 4,061 \\ \Sigma X.Y &= 57,809 \\ \Sigma X^2 &= 1259,00 \\ \Sigma Y^2 &= 2,669. \text{ dan } N = 7. \end{aligned}$$

Koefisien koreksi ( r ) dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\begin{aligned} r &= \frac{N \Sigma XY - \Sigma X \cdot \Sigma Y}{\sqrt{[N \Sigma X^2 - (\Sigma X)^2][N \Sigma Y^2 - (\Sigma Y)^2]}} \\ r &= \frac{7 \cdot 57,809 - 87,0 \cdot 4,061}{\sqrt{[7 \cdot 1259 - (87,0)^2][7 \cdot 2,669 - (4,061)^2]}} \\ r &= \frac{51,356}{\sqrt{(1244)(2,191)}} = 0,984. \end{aligned}$$

Karena koefisien koreksi besarnya = 0,984 maka ini berarti bahwa hubungan antara konsentrasi As dengan absorpsinya mempunyai koreksi positif sebesar 0,984 (cukup kuat karena harga r mendekati - satu). Dengan pengertian ini dapat disimpulkan bahwa makin besar konsentrasi As maka bertambah besar pula absorpsinya demikian pula sebaliknya.

- c. Curve standard As dibuat berdasarkan persamaan garis regressi yang dihitung berdasarkan cara dengan kwadrat selisih yang terkecil jumlahnya (method of least squares).

Untuk memperoleh garis regressi tersebut, data-data Tabel IV.4 - dipergunakan lagi.

Persamaan garis regressi  $Y = m X + c$ . dihitung dengan persamaan-persamaan sebagai berikut :

$$m = \frac{N (\sum XY) - (\sum X) (\sum Y)}{N (\sum X^2) - (\sum X)^2}$$

$$c = \frac{(\sum Y) (\sum X^2) - (\sum X) (\sum XY)}{N (\sum X^2) - (\sum X)^2}$$

$$m = \frac{7 (57,809) - (87,0) (4,061)}{7 (1259) - (87,0)^2} = \frac{51,356}{1244}$$

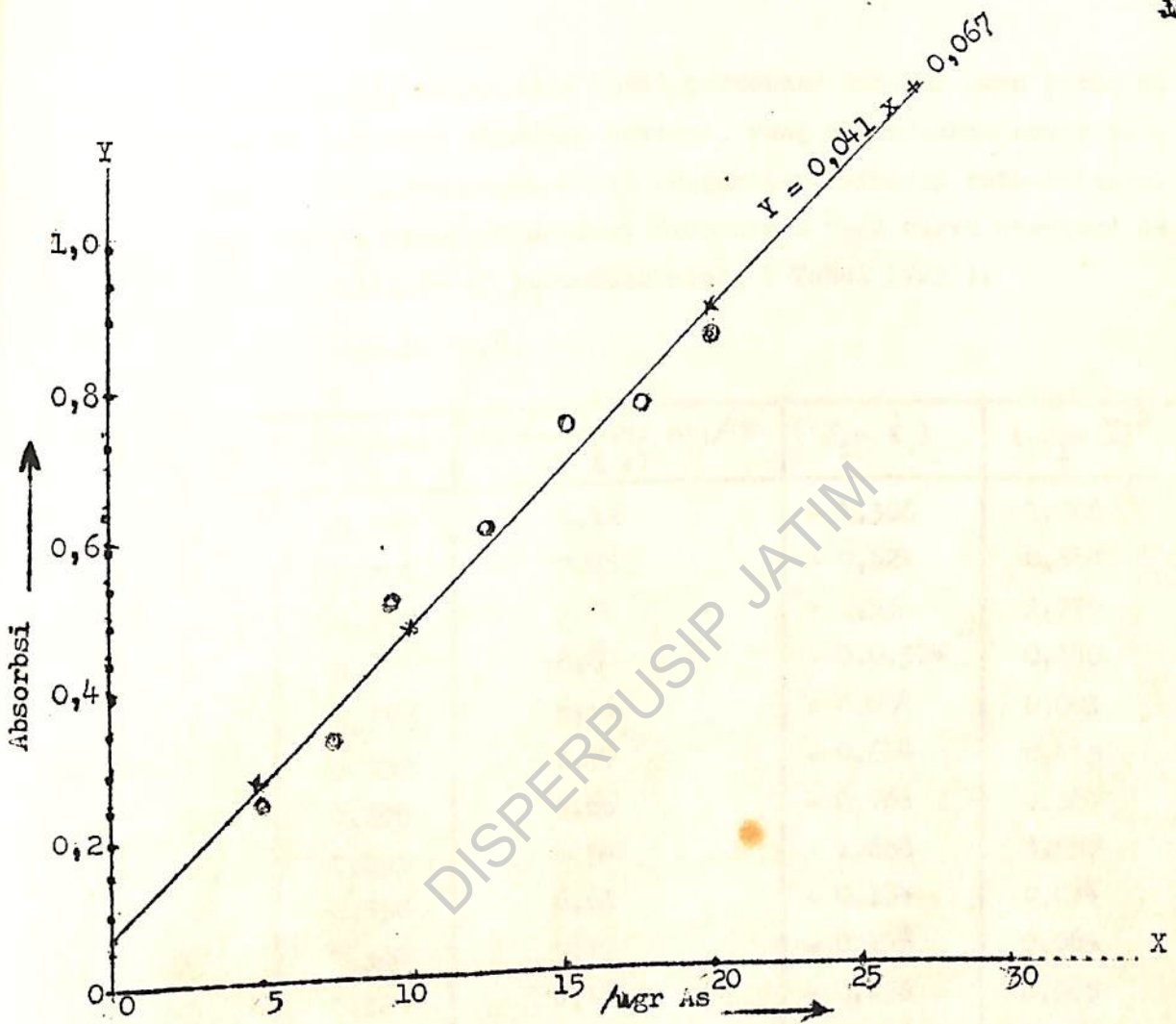
$$m = 0,041$$

$$c = \frac{4,061 (1259) - (87,0) (57,809)}{7 (1259) - (87,0)^2} = \frac{83,416}{1244}$$

$$c = 0,067$$

Jadi : Persamaan garis regressinya adalah :  $Y = 0,041 X + 0,067$ .

Berdasarkan persamaan garis regressi ini dibuat curve standard As yang bentuk garisnya ditunjukkan dalam gambar IV-2 dibawah ini. Dengan curve standard ini dapat ditentukan besar konsentrasi As, hanya dengan mengetahui absorpsinya saja.



Gambar IV.2 : Curve standard As merupakan garis linear dengan persamaan garis  $Y = 0,041 X + 0,067$ .

- d. Untuk menguji ketelitian hasil percobaan analisa maka perlu di ketahui besarnya standard deviasi, yang menunjukkan besar pe - nyimpangan angka-angka hasil pengamatan terhadap rata-ratanya. Perhitungan standard deviasi didasarkan pada curve standard As dan data-data hasil percobaan ulang ( Tabel IV.3.).

Tabel. IV.8.

Ulangan N	Absorpsi ( Y )	Concentrasi As, $\mu\text{g}$ ( X : )	$( X_i - \bar{X} )$	$( X_i - \bar{X} )^2$
1	0,277	5,12	- 1,306	1,706
2	0,356	7,05	+ 0,624	0,389
3	0,385	7,76	+ 1,334	1,779
4	0,346	6,80	+ 0,0374	0,140
5	0,332	6,46	+ 0,034	0,001
6	0,357	7,07	+ 0,644	0,415
7	0,299	5,66	- 0,766	0,587
8	0,253	4,54	- 1,886	3,557
9	0,338	6,61	+ 0,184	0,034
10	0,320	6,17	- 0,256	0,065
11	0,320	6,17	- 0,256	0,065
12	0,318	6,12	- 0,306	0,094
13	0,357	7,10	+ 0,674	0,454
14	0,368	7,34	+ 0,0914	0,835
		$\bar{X} = 6,426$		$\sum (x_i - \bar{x})^2 = 10,121$

$$\text{Standard deviasi } S = \sqrt{\frac{(x_i - \bar{x})^2}{N - 1}} = \sqrt{\frac{10,121}{14 - 1}}$$

$$S = 0,882$$

e. Bila kita pelajari data-data dalam tabel IV.5. diatas maka hasil pengamatan yang dianggap paling menyimpang adalah pada percobaan ulangan ke-3 dan ke-8 yaitu masing-masing 7,76  $\mu$ gr As dan 4,54  $\mu$ gr As. Untuk mengetahui apakah kedua data ini perlu dibuang atau tidak maka perlu diadakan pengujian terhadap kedua hasil pengamatan tersebut. Syarat yang harus dipenuhi untuk membuang data individuul yang dianggap menyimpang adalah :

$$\text{dimana : } T_n = \frac{T_n - \bar{X}}{S} > \text{harga kritis Tabel IV.9.}$$

$T_n$  = harga pengamatan hasil percobaan yang diuji.

$X_n$  = data percobaan individuul yang diuji

$\bar{X}$  = harga rata-rata pengamatan.

S = standard deviasi.

Untuk data-data pada percobaan ulang ke-3 dan ke-8 :

$$X_3 = 7,76 : T_3 = \frac{7,76 - 6,426}{0,822} = 1,623$$

$$X_8 = 4,54 : T_8 = \frac{4,54 - 6,426}{0,822} = 2,294$$

Harga kritis pada Tabel IV.9 dengan tarap kepercayaan 5 % dan jumlah pengamatan = 14, didapat :  $T(\alpha = 0,05)$  = 2,37  
(n = 14)

Karena  $T(\alpha = 0,05)$  lebih besar dari harga-harga pengamatan ( $T_3$  &  $T_8$ )  
(n = 14)

maka dapat disimpulkan bahwa kedua data tersebut tidak perlu dibuang.

f. Data-data hasil percobaan menunjukkan bahwa :

1. Sulfida menimbulkan gangguan pada penetapan arsenic.

Hal ini dimungkinkan karena sulfida bereaksi dengan pereaksi pengembang warna S D D C yang mempunyai rumus molekul

$(C_2H_5)_2 C AgNS_2$  menghasilkan senyawa perak sulfida  $Ag_2S$  warna

hitam yang mengendap.

Pada konsentrasi sulfida yang relatif kecil maka akan terbentuk partikel-partikel perak sulfida berupa koloid dan akan memperbesar absorpsi.

2. Antimon juga mengganggu dalam penetapan As karena antimon bisa bereaksi dengan pereaksi pengembang warna S D D C menghasilkan warna merah seperti pada arsenic, sehingga absorpsi menjadi bertambah besar.

Dalam hal ini pereaksi  $\text{SnCl}_2$  ternyata cukup efektif didalam mencegah gangguan dari antimon ini.

Tabel:IV.6 : Harga-harga kritis T.

Jumlah Pengamatan N	Taraf Kepercayaan 5 %	Taraf Kepercayaan 2,5 %	Taraf Kepercayaan 1 %
1	2	3	4
3	1,15	1,15	1,15
4	1,46	1,48	1,49
5	1,67	1,71	1,75
6	1,82	1,89	1,94
7	1,94	2,02	2,10
8	2,03	2,13	2,22
9	2,11	2,21	2,52
10	2,18	2,29	2,41
11	2,23	2,36	2,48
12	2,29	2,41	2,55
13	2,33	2,46	2,61
14	2,37	2,51	2,66
15	2,41	2,55	2,71

1	2	3	4
16	2,44	2,59	2,75
17	2,47	2,62	2,79
18	2,50	2,65	2,82
19	2,53	2,68	2,85
20	2,56	2,71	2,88
21	2,58	2,73	2,91
22	2,60	2,76	2,94
23	2,52	2,78	2,96
24	2,64	2,80	2,99
25	2,66	2,82	3,01
30	2,75	2,91	
35	2,82	2,98	
40	2,87	3,04	
45	2,92	3,09	
50	2,96	3,13	
60	3,03	3,20	
70	3,09	3,26	
80	3,14	3,31	
90	3,18	3,35	
100	3,21	3,38	

B A B V  
KESIMPULAN DAN SARAN.

V.1. K e s i m p u l a n :

Dari hasil percobaan analisa Arsenic dalam air dengan metode SDDC dapat diambil kesimpulan, bahwa :

- V.1.1. Warna larutan absorber mempunyai kestabilan cukup tinggi, tidak mengalami perubahan absorpsi selama selang waktu - 20 menit setelah analisa. Dalam selang waktu 60 menit, absorpsi larutan hanya mengalami perubahan kurang dari 2 %.
- V.1.2. Curve standard Arsenic mengikuti persamaan garis regresi yang linear  $Y = 0,041 x + 0,067$ .
- V.1.3. Dari hasil percobaan ulang sebanyak 14 kali diperoleh standard deviasi (s) = 0,882, sedang harga rata-rata hasil pengamatan  $\bar{x} = 6,426$ . Hal ini berarti harga-harga hasil pengamatan pada tiap kali ulangan percobaan bervariasi sebesar 0,822 dari harga rata-ratanya yang besarnya = 6,426.
- V.1.4. Analisa Arsenic dalam air dengan metode SDDC dapat diterapkan.

V.2. S a r a n - S a r a n :

- V.2.1. Disarankan agar pemeriksaan absorpsi larutan absorber dilakukan sebelum selang waktu 20 menit.
- V.2.2. Dianjurkan agar dalam analisa As dengan metode SDDC, pengambilan contoh sedemikian rupa sehingga konsentrasi As antara 5,0 - 17,5  $\mu\text{gr}$ , karena pada ranger ini besar absorpsi berada diantara 0,2 - 0,8. Berdasar spesifikasi spektrofotometer, absorpsi sebesar 0,2-0,8 mempunyai kesalahan 5%, sedang diluar ini kesalahan mencapai 10%.
- V.2.3. Perlu diadakan penelitian terhadap penerapan metode ini dalam analisa As untuk contoh-contoh selain air.

## B A B. VI.

DAFTAR PUSTAKA.

1. APHA; AWWA; WPCF (1965)  
Standard Methods for the Examinations of Water and  
Waste Water, 12<sup>th</sup>. Edition.  
American Public Health Association, Inc. 1740 Broadway,  
New York, N.Y. 10019.
2. ASTM. (1978).  
Annual Book of ASTM Standards, Part 31 Water  
American Society for Testing and Materials.  
1916 Race. St. Philadelphia, Pa. 19103.
3. DAYAN, ANTO (Juli 1978 ).  
Pengantar Metode Statistik, Cetakan ke-5 Jilid I.  
Penerbit LP<sub>3</sub>ES, Jakarta.
4. FURMAN, N. HOWELL.  
Standard Methods of Chemical Analysis, Vol.I. 6<sup>th</sup>. Edition.  
D.Van Nostrand Company, Inc.  
Princeton, New Jersey.
5. OETOJO, IMAM (1979).  
Statistik Dasar untuk Ilmu Kedokteran dan  
Kesehatan Gigi.  
Penerbit Airlangga University Press,  
Surabaya.

\*\*\*\*\*