

NO: 5 / 1 / BALAI RISET
DAN STANDARISASI INDUSTRI

A 100

BUKU PENUNTUN ANALISA KOLORIMETRI

1975

DISPERPUSIP JATIM



DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN
BALAI PENELITIAN KIMIA SURABAYA

K A T A P E N G A N T A R.

Berhubung makin banyaknya pekerjaan Analisa Kimia sebagai akibat meningkatnya kesadaran masyarakat/pengusaha untuk memeriksakan -- produknya; sedangkan cara-cara analisa yang dilakukan sekarang umumnya masih sederhana maka diperlukan prosedur-prosedur analisa yang lebih -- mudah, cepat dan menghemat biaya.

Dalam hal ini penyusun menganggap bahwa prosedur Analisa Kolorimetri adalah cara yang sederhana dan cepat, yang ternyata sampai saat ini belum ada buku analisa cara khusus kolorimetri yang bisa dipergunakan sebagai pegangan laboratorium kimia/ Balai-2 Penelitian.

Untuk itu penyusun mencoba mengumpulkan prosedur-2 analisa kolorimetri yang sangat diperlukan, dengan harapan semoga buku ini banyak manfaatnya.

Surabaya, Juli 1975.-

Penyusun :



(NOER KHARIRI B.Sc.).-

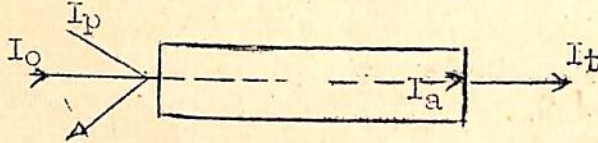
DAFTAR ISI.HALAMAN :

* KATA PENGANTAR	i
* DAFTAR ISI	ii
- Teori Dasar Analisa Secara Kolorimetri	1
- Cara2 Analisis Kolorimetri	2
- Methodologi Analisa Kolorimetri	4
- Larutan - Larutan Standard	6
- S I L I C O N :	
Dengan Cara Molibdosilikat	8
Sebagai Biru Molibdenum.....	9
- S U L F A T :	
Cara Turbidimetri	10
- F l o u r i d a	11
- S U L F I D A :	
Cara Turbidimetri	12
Sebagai Bismuth Sulfida	24
KALSIUM	12
NATRIUM	13
KALIUM	14
ARGENTUM	15
CYANIDA	16
N I T R A T	17
N I T R I T	18
OKSIGEN	19
CHLOR BEBAS	20
Dengan Benzidine	20
Dengan O-Tolidine	20
C H L O R I D A	50
B R O M I D A	
Dengan Fuchsin	22
Dengan air Chlor	22
J O D	23
A n t i m o n :	
Sebagai Sulfida.....	24
Dengan Biru Molibdenum	25
- N I K K E L	26
- S T A N I U M	27
Sebagai Biru Molibdenum	27
Sebagai Sulfida	27

- ALUMINIUM	28
- COBALT :	
Dengan Ammonium Thiocyanat	28
Dengan $K_3Fe(CN)_6$	29
- TITANIUM	30
- MOLIBDAT	30
- URANIUM :	
Dengan peroksida	31
Dengan Thiocyanat	31
- EMAS	32
- PLATINA	32
- TEMBAGA :	
Dengan Asam Rubianat	33
Dengan Dithizon	43
Dengan $K_4Fe(CN)_6$	44
- TIMBAL	34
Dengan sulfida	34
Dengan dithizon	41
Dengan Na-Bisulfit	42
- BESI	34
Dengan O-Penantrolin	34
Dengan 8-Hidroxyquinolinat	36
- MANGAN	36
- SENG	37
Dengan dithizon	37
Dengan K.Ferocyanida	38
- CHROMIUM	39
Dengan Diphenilkarbazonida	39
Sebagai Chromat/Dichromat	40
- BARIUM	42
- AMMONIUM	45
- ARSENAT	46
- FOSFAT	48
- MAGNESIUM	49

I. TEORI DASAR ANALISA SECARA KOLORIMETRI.

Apabila suatu cahaya monokromatis menembus suatu media/larutan, maka sebagian cahaya akan diserap, dipancarkan dan sebagian lagi dipantulkan.



dimana :
$$I_0 = I_p + I_a + I_t$$

I_0 = Intensitas cahaya yang datang

I_a = " " " yang diserap media/larutan

I_p = " " " yang dipantulkan oleh media/larutan

I_t = " " " yang diteruskan oleh media/larutan.

Karena biasanya I_p sangat kecil, maka dalam analisa kolorimetri I_p dapat diabaikan; sehingga :

$$I_0 = I_a + I_t$$

Dalam analisa kolometri dikenal dua hukum dasar, yang pertama adalah hubungan antara ketebalan media dengan I_t dan yang kedua adalah hubungan antara konsentrasi absorber dengan I_t .

- Hukum yang pertama dikenal sebagai hukum : BOUGUER atau hukum : LAMBERT yang menyatakan bahwa setiap ketebalan yang sama suatu media akan menyerap jumlah yang sama pula cahaya yang meliwati media tersebut. Jadi disini ketebalan media akan meningkat secara deret hitung (Geometrical progression), intensitas akan menurun secara deret ukur (geometrical progession).

Hukum BOUGUER dapat dinyatakan sebagai berikut :

$$I_t = I_0 t^b$$

dimana : t = fraksi (bagian) dari cahaya, yang diteruskan media untuk tiap satuan tebal.

b = ketebalan media.

- Hukum yang kedua dikenal sebagai hukum BEER yang menyatakan -- bahwa cahaya yang diserap oleh media akan sesuai/sebanding dengan konsentrasi absorber. Jadi disini konsentrasi meningkat secara deret hitung dan intensitas (I_t) menurun secara deret ukur.

Hukum BEER dapat dinyatakan sebagai berikut :

$$I_t = I_0 t^0$$

dimana : t = fraksi (bagian) dari cahaya, yang diteruskan oleh media tiap satuan konsentrasi

c = konsentrasi absorber.

Kedua perumusan diatas dapat dinyatakan sebagai berikut :

$$I_t = I_0 e^{-k'c} \quad \text{dan} \quad I_t = I_0 e^{-k''b}$$

Penggabungan kedua rumus diperoleh ;

$$I_t = I_0 e^{-a'bc}$$

atau: $\ln = \frac{I_t}{I_0} = -a'bc.$

$$\log = \frac{I_0}{I_t} = abc.$$

dimana : a = konstanta absorptivitas, selalu tetap harganya pada panjang gelombang yang, sama.

Istilah lainnya adalah " Absorbance " dengan simbol A adalah $\log. I_0/I_t$, sedangkan " Transmittance " dengan simbol T adalah nilai dari I_t/I_0 . Jadi persamaan hukum BOUGUER - BEER secara umum adalah :

$$A = \log. \frac{I_0}{T} = a b c$$

dimana : A = absorbance

T = Transmittance

b = Total absorber.

c = konsentrasi absorber.

a = faktor absorptivitas.

II. CARA-CARA ANALISIS KOLORIMETRI :

Dikenal beberapa cara analisa kolorimetri sesuai dengan alat yang dipergunakan :

1. Kolorimetri secara Visvil.

Disini adalah membandingkan instansitas warna larutan Standart dengan larutan contoh. Pada perbandingan warna ini, kesamaan - intensitas akan diperoleh bila absorbance telah sama :

Berarti $A : A_{\text{standard}} = A_{\text{contoh}}.$

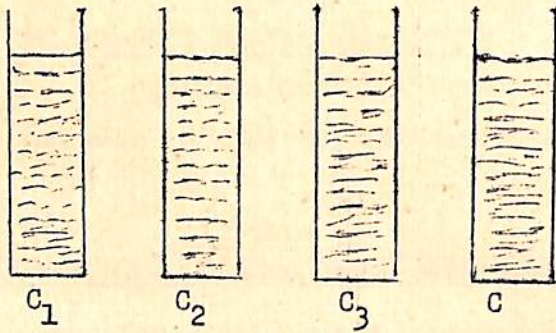
$$A_s = a b_s c_s = a b_{\text{contoh}} c_{\text{contoh}} = A_{\text{contoh}}$$

$$b_s c_s = b_{\text{contoh}} c_{\text{contoh}}.$$

Alat yang dipergunakan adalah kolorimeter DUBOSQ atau -- yang sejenisnya, atau menggunakan tabung HENNER Kolorimeter. Apabila dipergunakan tabung NESSLER maka perbandingan warna contoh harus dengan ber-macam2 standard.

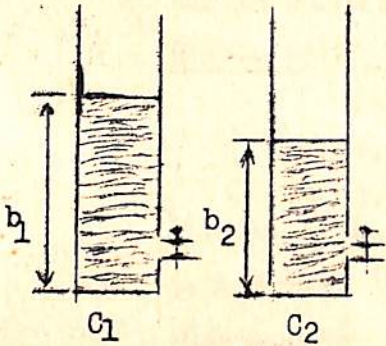
Gambar : DUBOSQ - HENNER - NESSLER.

GAMBAR 2 TABUNG NESSLER, HEINER, DUBOSQ DAN SPEKTROPHOTOMETER.



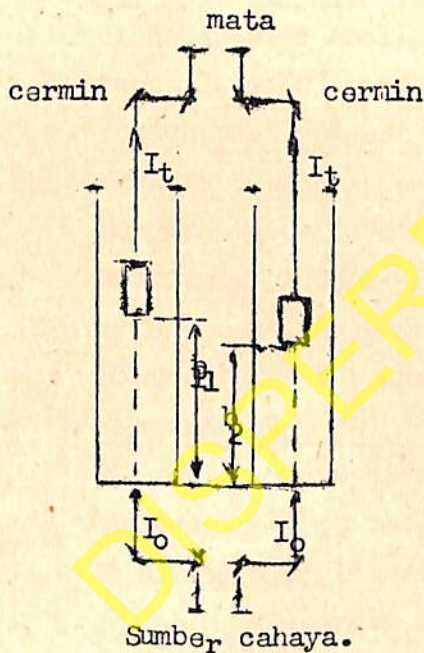
Gambar: 2

TABUNG NESSLER.

 C_1, C_2, C_3 = deretan larutan standard. C = larutan yang ditentukan kepekataannya (contoh).

Gambar: 3.

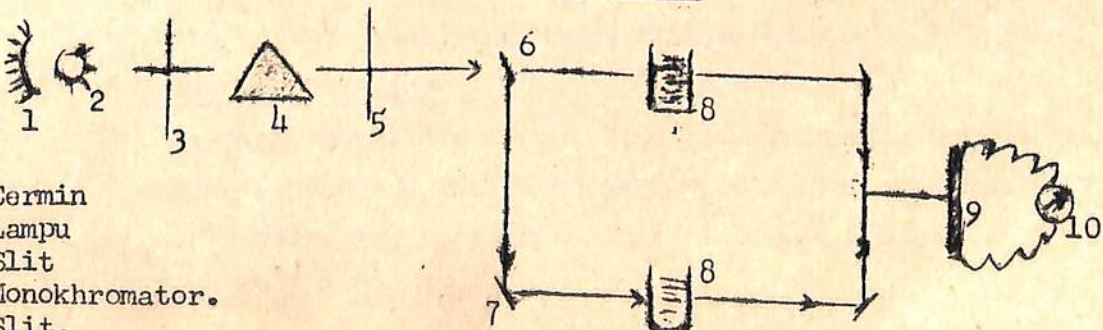
Tabung Hehner Kolorimeter

 C_1 = Kepekatan larutan standard b_1 = Tebal larutan standard. C_2 = Kepekatan larutan yang ditentukan (contoh) b_2 = Tebal larutan yang ditentukan.

Gambar: 4.

Kolorimeter Dubosq.

Gambar: 5: Skema Spektrophotometer.



1. Cermin
2. Lampu
3. Slit
4. Monokhromator.
5. Slit.
6. Cermin setengah tembus.
7. Cermin
8. Sel blanco & contoh
9. Detektor.
10. Penunjuk.

2. Kolorimetri secara electric :

Disini dasarnya adalah pengukuran intensitas warna larutan dan alat yang dipergunakan adalah Spectrophotometer.

III. METHODOLOGI DALAM ANALISA KOLORIMETRI.

- Pembuatan sistim warna yang mencukupi (Suitable)

Faktor yang penting dalam Analisa Kolorimetri adalah pembuatan sistim warna yang memenuhi syarat .

Sistim warna itu harus :

1. Stabil

2. Dapat di-ulang2 (reproducible)

3. Peka terhadap perubahan konsentrasi yang kecil.

Sebelum mengerjakan metode-2 kolorimetri sebelumnya dicoba dulu pengaruhnya terhadap ber-macam2 contoh, stalibitasnya, reproducibilitas.

- Beberapa pertimbangan yang diperlukan dalam analisa kolorimetri.

1. Konsentrasi zat yang diperiksa :

Usahkan pada analisa konsentrasi optimum yaitu pada Transmittance 20 - 80%, dengan percobaan2.

2. Konsentrasi reagent (pereaksi) :

Biasaya pereaksi pembentuk warna dipergunakan untuk mengembangkan warna larutan. Oksidator, reductor, cheleting atau kombinasinya dapat mengembangkan sistim absorbernya. Adalah sangat penting bahwa pereaksi harus secukupnya ditambahkan sehingga dapat bereaksi dengan semua zat yang dimaksud.

3. Keasaman atau pH.

Konsentrasi ion hidrogen sering mempercepat pengembangan warna dan menambah intensitas warna terakhir. Kontrol pH dapat mencegah hidrolisis atau pengendapan yang sering terjadi.

4. Waktu pengembangan warna:

Waktu yang diperlukan untuk pengembangan warna maximum dan stabilitas warna setelah intensitas maksimum dicapai harus dicek sebelumnya. Penyimpanan dalam ruwang tertutup atau terbuka sering dapat mengganggu stalibitasnya.

5. Tahap-2 pengerjaan :

Intruksi penambahan pereaksi, cara2 ekstraksi, pengenceran, waktu pemanasan, kecepatan pendinginan dan lain2 adalah factor-factor yang perlu diselidiki terlebih dahulu.

6. Keadaan Pelarut :

Pada Analisa yang menggunakan pereaksi organik, adalah untuk ekstraksi atau mencegah disosiasi suatu senyawaan kompleks, maka kemurnian pelarut harus sangat diperhatikan.

7. Temperatur :

Pemanasan larutan dapat meningkatkan kecepatan pengembangan warna sehingga temperatur dan waktu pemanasan kritis harus diselidiki - dahulu.

8. Kekuatan Ionic :

Efek electrolit adalah faktor yang penting karena sering dapat - mempengaruhi stabilitas. Misalnya beberapa macam kation dan anion dapat mengkonsumsi lebih banyak pereaksi, sehingga membentuk senyawaan kompleks yang mungkin tak berwarna, akibatnya tidak seluruh pe reaksi bereaksi dengan zat2 yang dikehendaki.

9. Cara kompensasi untuk mengeliminir pengganggu :

Zat-2 yang asing yang ada dalam contoh sering mengganggu analisa dalam banyak jalan. Zat-2 itu mungkin berwarna, membentuk warna dengan pereaksi atau menghasilkan kekeruhan. Mungkin juga mena--han reaksi antara pereaksi dengan zat yang dikehendaki, atau menu runkan kecepatan pengembangan warna.

- Jika mungkin, adalah perlu untuk mengetahui sifat dari pada -- pengganggu agar dapat ditentukan metode kompensasinya.

- Bila tidak ada inter-reaksi antara pereaksi dengan zat asing, dapat dipergunakan metode kompensasi eksternal.

Metode kompensasi eksternal atau blanko adalah penggunaan la--rutan blanko sebagai larutan penunjuk, dimana larutan penunjuk mengandung zat2 asing dalam jumlah yang sama dengan larutan -- contoh.

- Bila ada indikasi, maka metode kompensasi internal dapat dico--bakan , yaitu dengan menambahkan sejumlah tertentu larutan stan--dard kedalam contoh dan mencatat peningkatan absorbansinya.

Dari kecepatan peningkatan absorbannya persatuan peningkatan kon--sentration, dapat ditetapkan konsentrasi yang sebenarnya.

10. Metode Kimia Eliminasi pengganggu:

Apabila metode kompensasi tidak dapat dipergunakan maka penga--ruh ion-2 pengganggu dapat dihilangkan dengan jalan proses pem--bentukan senyawaan kompleks atau memisahkan dari zat yang dike--hendaki.

Salah satu cara pembentukan senyawaan kompleks adalah dalam pe--netapan silikat secara metode asam molybdosilicic, dimana pe--nambahan asam oksalat akan merusak kompleks asam molikdophosponic, dengan membentuk kompleks dengan kelebihan molibdat yang diper--lukan untuk membentuk kompleks molibdoposporic yang labil.

Salah satu cara lain adalah mengubah status oksidasi ion peng--ganggu dan meningkatkan toleransi element tertentu, sebagai con--toh dalam metode heteropholy blue untuk phosphor, besi (II), di--atas 1.000 ppm bisa ditoleransi, tetapi besi (III) diatas 200 ppm sudah tidak dapat ditoleransi lagi.

LARUTAN-LARUTAN STANDARD.

- Sb : Larutkan 0,1000 gr Antimon dalam 25 ml H_2SO_4 pk panas, dinginkan dan encerkan sampai 100 ml dengan air, encerkan lagi sampai 1 l dengan larutan H_2SO_4 1 : 3: setiap ml larutan ini sesuai dengan 0,1 mgr. Antimon.
- Sn : Larutkan 1 gr. Sn murni dalam 100 ml larutan HCl. 1 : 1 dan encerkan sampai 1 l dengan asam yang sama, setiap ml larutan ini sesuai dengan 1 mgr. Sn.
- Al : Larutkan 0,9286 gr. $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$ dalam air, encerkan sampai 1 l, encerkan 10 ml. larutan ini menjadi 1 l, menghasilkan larutan dimana 1 ml. sesuai dengan 0,001 mgr. Al_2O_3 .
- Ni ; Larutkan 0,4479 gr. $\text{Ni} \cdot \text{SO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ atau 0,6730 gr. $\text{Ni} \cdot \text{SO}_4(\text{NH}_4)_2 \cdot 2 \text{SO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$, dalam air, encerkan menjadi 1 l, setiap ml larutan ini sesuai dengan 0,1 mgr. Ni.
- Co : Larutkan 0,4936 gr. $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ dalam air, encerkan 1 l setiap ml. larutan ini sesuai dengan 0,1 mgr. Co.
- Ti : a). Pindahkan 2,2124 gr. $\text{K}_2\text{TiO}(\text{CrO}_4)_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ kedalam labu, tambah 8 gr amonium sulfat dan 100 ml H_2SO_4 pk, pelan2 dan hati2 panaskan sampai mendidih 5 sampai 10 menit. Dinginkan, encerkan sampai 300 ml, pindahkan dalam labu takar 1 l, encerkan sampai tanda. Setiap ml. -- larutan sesuai dengan 0,3 mgr Ti atau 0,5 Ti O_2 .
- b). Pindahkan TiO_2 1 gr. kedalam labu Kyoldal, ditambah 5 gr. amonium sulfat dan 20 gr. H_2SO_4 pk, distruksi sampai terbentuk cairan -- jernih, dinginkan tambahkan larutan H_2SO_4 1 : 4 sampai 200 ml, -- encerkan sampai 1 l dengan air. Setiap ml. larutan sesuai dengan 1 mgr. Ti O_2 .
- Mo : Larutkan 0,2522 gr. $\text{NaMoO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ dalam 1 l larutan H_2SO_4 1 : 200 . Setiap ml larutan ini sesuai dengan 0,1 mgr Mo.
- U : Larutkan 1,7885 gr. Uranil nitrat bebas besi dalam air, encerkan menjadi 1 L . Setiap ml. larutan sesuai dengan 1 mgr. U_3O_8 .
- AU : Larutkan 0,1539 gr. Auric Chlorida dalam air, encerkan menjadi 1 l. Setiap ml larutan sesuai dengan 0,1 mgr. Au.
- Pt. : Cuci larutan garam Pt dengan HNO_3 pk, kemudian dengan HCl pk. kemudian pijarkan. Larutkan 0,1000 Pt. bersih dalam larutan campuran HCl : HNO_3 1 : 3 uapkan sampai kering, tambahkan 5 - 10 ml HCl pk, tambahkan 0,06 gr. NaCl, uapkan lagi sampai kering atas penangas air untuk menghilangkan kelebihan asam. Larutkan kembali dengan air, diperoleh larutan jernih Na Chloro Platinoid encerkan sampai 100 ml. Setiap ml larutan sesuai dengan 1 mgr. Pt.

1. Standart:

Larutan standart Ca: Keringkan 5 gr CaCO_3 pada 110°C selama 3 jam. Timbang 2,4972 gr. larutkan dalam HCl 1 : 50, buat sampai 70 ml, dan didihkan sampai CO_2 habis. Dinginkan, netralkan dengan larutan NH_4OH 1 : 5, dan encerkan sampai 1 l dengan air habis mendidih, masing-2 - 1 ml. larutan mengandung 1 mgr. Ca.

2. Standart F :

Larutan standart F : Larutkan 0,221 gr. NaF dalam air 1 l air, masing-2 ml larutan, ini sesuai dengan 0,1 mgr. F.

3. Standart SO_4 :

Standart Sulfat :

A). Encerkan 10,41 ml larutan H_2SO_4 0,02000 N menjadi 100 ml.

B). Larutkan 0,147 gr. Na_2SO_4 bebas air dalam 1000 ml.

Masing2 mengandung larutan 0,1 mgr. SO_4 / ml. larutan.

4. Standart Ag.:

Larutan standart Ag; larutkan 0,1575 gr AgNO_3 dalam 1 l air setiap ml larutan mengandung 0,1 mgr. Ag.

5. Standart CN:

Larutan standart CN: Larutkan 0,2408 gr. KCN dalam 1 l air dalam 1 ml larutan ini mengandung 0,1 mgr. HCN .

6. Standart NO_3 -:

Larutan standart Nitrat: larutkan 0,1635 gr. KNO_3 kedalam 1 l air bebas Nitrat, dimana 1 ml. larutan ini sesuai dengan 0,1 mgr. NO_3 (0,1 ppm).

7. Standart NO_2 :

Larutan standart Nitrit : 0,150 gr. NaNO_2 dilarutkan kedalam 1 l air, dimana 1 ml larutan ini sesuai dengan 0,1 mgr. NO_2^- .

8. Standart besi:

Larutkan 0,7022 gr. kristal $\text{FeSO}_4 (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kedalam 100 ml dan tambahkan 10 ml. H_2SO_4 1 : 1. Panaskan dan oksidasi dengan larutan 0,1 % KNO_3 sampai warna tetap merah muda. Dinginkan dan encerkan hingga 1 l. larutan ini mengandung 0,1 mgr. Fe per ml larutan atau 0,14 mgr. Fe_2O_3 .

9. Larutan standart Cr VI :

Larutkan 0,283 gr $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang telah dikeringkan dengan hati-2 kedalam 1000 ml. air. Larutan ini mengandung 0,1 mgr. Cr VI. per ml larutan.

Larutan standart Pb: Larutkan 1,590 gr. $\text{Pb} (\text{NO}_3)_2$ dalam air bebas Pb, ditambahkan 1 ml. HNO_3 pekat, encerkan sampai 1 l, setiap ml larutan ini mengandung 1,00 mgr. Pb.

10. Larutan standart Arsen:

Larutkan 1,320 gr. arsen tri-oksida As_2O_3 dalam 10 ml air suling yang mengandung 4 gr. NaOH , encerkan menjadi 1000 ml. dimana 1 ml. larutan mengandung 1 mgr. As.

- Cl^- : Larutkan 0,1649 gr NaCl dalam air, encerkan menjadi 100 ml.
Setiap ml larutan sesuai dengan 1,0 mgr. Cl^- .
- J^- : Larutkan 0,1308 gr. KJ dalam 1 l air, setiap ml larutan sesuai dengan 0,1 mgr. J^- .
- S^- : Larutkan kira-kira 3 gr. Na_2S bebas air kedalam 1 l larutan NaOH 6 %; tetapkan konsentrasi S dengan titrasi Jodometri.

SILIKA, CARA MOLIBDOSILIKAT.

Prinsip : Pada suasana asam, reaksi silika dengan Amonium Molibdat menghasilkan kompleks silika Molibdat yang berwarna kuning.
Reaksi ini lebih peka ^{dari} pada reaksi pospat Molibdat.

Ion2 pengganggu:

Gangguan dari besi dapat dicegah dengan penambahan asam fosfat berlebihan, juga penambahan ion Aluminium akan mengeliminir gangguan oleh ion flourida. Sedangkan gangguan dari ion fosfat dapat dicegah tanpa pemisahan yaitu, dengan pengaturan pH larutan, cara lain adalah destruksi kompleks fosfat yang terbentuk dengan asam sitrat, oksalat, tartrat, atau Natrium Sitrat.

Defeksi minimal : 1 mgr/1 SiO_2 .

- Pereaksi:
1. Larutan asam sulfat 1 N.
 2. Larutan asam Chlorida 1 : 1
 3. Pereaksi Amonium Molibdat; larutkan 10 gr. $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ dalam air suling, sambil diaduk atur pH = 7 - 8 dengan menggunakan larutan NH_4OH bebas silika, simpan di dalam botol plastik.
 4. Larutan asam oksalat 10 %.
 5. Larutan standart warna :
 - a. larutan K_2CrO_4 : 0,63 gr K_2CrO_4 larutkan dalam 1 l air.
 - b. larutan borax : larutkan 10 gr. $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ dalam 1 liter air.

Cara kerja:

Kedalam larutan contoh ditambahkan 1,0 ml HCl 1 : 1 dan 2 ml pereaksi Molibdat, kocok beberapa kali dan biarkan 5 sampai 10 menit. Tambahkan 1,5 ml larutan asam oksalat, campurkan rata-rata. Baca % T-nya atau bandingkan dengan warna standart sesudah 2 menit sebelum 15 menit pada " " ($\text{at} = 420 \text{ m}\mu$)

Cara pembuatan standart warna : (lihat tabel .

Silika	! lart.	! lart.	! Air	! 0,2	! 2,0	! 25	! 28
	! K_2CrO_4	! Borax	! ml	! 0,3	! 3,0	! 25	! 27
	! ml	! ml	!	! 0,4	! 4,0	! 25	! 26
0,00	! 0,00	! 25	! 30	! 0,5	! 5,0	! 25	! 25
0,10	! 1,00	! 25	! 29	! 0,75	! 7,5	! 25	! 22
	!	!	!	! 1,0	! 10,0	! 25	! 20
	!	!	!	!	!	!	!

SILIKON SEBAGAI BIRU MOLIBDENUM.

Prinsip : Reduksi kompleks Molibdosilika₄ yang berwarna kuning menghasilkan kompleks biru Molibdenum dan sesuai dengan cara penetapan-phospat cara tidak langsung (reduksi) ini lebih sensitive. Banyak bahan pereduksi yang dapat dipergunakan al : Na Sulfit, $SnCl_2$, Hidroquinone atau Hidroxylamine Hidrochlorida, Ion phospat tidak akan mengganggu pada pH : 4,2 - 6,8.

Pereaksi : 1. Pereduksi $SnCl_2$ pembuatan lihat pereduksi $SnCl_2$ pada phospat.
 2. Larutan pereduksi hidroquinone 5 %.
 3. --- --- Ferro ammonium sulfat 6 %.
 4. H_2SO_4 1 : 1 H_2SO_4 1 : 35; H_2SO_4 1 : 5.

Cara kerja :

a). Reduksi dengan $SnCl_2$:

Kedalam larutan contoh yang mengandung 0,01 - 0,1 mgr, ditam--bahkan 1 ml HCl 1 : 1 dari 2 ml pereaksi Molibdat, setelah pembentukan warna (kuning) stabil kira 2 - 7 menit, tambahkan 6 - ml larutan H_2SO_4 1 : 1 dan air sampai 90 ml. Tambahkan 0,5 ml. larutan pereduksi, campurkan dan encerkan sampai tanda (100 ml) Baca % T-nya pada 820 m atau bandingkan dengan standart.

b). Reduksi dengan Hidroquinone.

Netralkan larutan contoh yang mengandung 0,005 - 0,05 mgr. Si dengan larutan H_2SO_4 1 : 35. Tambahkan 2 ml larutan Ammonium Molibdat 5 % dalam H_2SO_4 1 : 35, 10 ml H_2SO_4 1 : 5 dan 2 ml. larutan pereduksi. Encerkan sampai tanda garis (50 ml) dan - baca % T-nya atau bandingkan dengan standart.

c). Reduksi dengan Fero Ammonium Sulfat.

Kedalam larutan contoh (25 ml) yang mengandung 0,005 - 0,05 mgr. Si, ditambahkan 2 ml pereaksi Molibdat dan biarkan 5 me--nit. Tambahkan 1,5 asam oksalat, campurkan dan tambahkan pe--

reduksi sebanyak 5 ml. Baca % T-nya pada $\lambda = 680 \text{ m}\mu$ atau bandingkan dengan standart.

Sebagai blanko (larutan reference), kedalam 25 ml air ditambahkan 10 ml. asam oksalat 4 %, 2 ml. pereaksi Molibdat dan 5 ml pereduksi.

ION SULFAT $\text{SO}_4^{=}$

(Secara Turbidimetris)

Prinsip : Ion Sulfat akan diendapkan oleh Ba Chlorida sebagai Ba Sulfat dalam media asam Chlorida. Absorbance suspensi BaSO_4 dapat diukur secara photometries dengan Spectrophotometer.

Ion2 pengganggu:

Warna dan kekeruhan larutan contoh mengganggu penetapan, kalau perlu disaring, Silika diatas 500 ppm akan mengganggu. Tidak ada ion lain yang terendapkan oleh Barium Chlorida.

Deteksi minimum : 1 mgr $\text{SO}_4/1$ (1 ppm).

Pereaksi2:

1. Pereaksi stabilisator : Campurkan 50 ml glyserol kedalam larutan yang mengandung 30 ml HCl pk. 300 ml air, 100 ml ethanol 95 % dan 75 gr. NaCl.
2. Kristal $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ukuran 20 - 30 mesh.

Cara kerja:

25 ml larutan contoh ditambah 5,0 ml larutan stabilisator campurkan sampai rata, tambahkan 1 gr. BaCl_2 kristal kocok selama 1 menit. Encerkan sampai tanda (50 ml), baca % T-nya setelah 2 menit. Lewat 4-menit harus dikocok lagi. Larutan standart yang bagus untuk perbandingan adalah : antara 0 - 40 mgr/l dengan peningkatan 5 mgr/l. Diatas 40 mgr/l, ketelitian cara ini minimum dan suspensi BaSO_4 kehilangan stabilitasnya.

FLUORIDA.

(dengan: Titanium Dioksida)

Prinsip: Adanya ion F^- akan menyebabkan kesetimbangan reaksi :
 $Ti^{++++} + H_2O_2 \rightleftharpoons H_2(TiO_2)^{++++}$ bergeser kekiri
 karena terbentuk TiF_6 , dimana perubahan warna dapat diukur
 secara kolorimetris.

Ion2 pengganggu :

Ion2 Fe III, SO_4 , PO_4 dan Al tidak mengganggu penetapan. Reaksi--
 optimal pada pH 0,9 - 1,5 zat-zat organik umumnya mengganggu pe-
 netapan, juga Silika harus dieliminir dulu sebelum diasamkan.

Deteksi minimum: 0,002 mgr.

Pereaksi : 1. larutan TiO_2 : 1 gr. TiO_2 didestruksi dalam H_2SO_4 pekat
 sampai terbentuk cairan jernih, encerkan hingga 200 ml
 dengan larutan H_2SO_4 1 : 4, encerkan sampai 1 l dengan
 air suling; 1 ml. larutan sesuai dengan 1 mgr. TiO_2 .
 2. Larutan H_2O_2 3 %.

Cara kerja:

Kedalam larutan contoh yang mengandung 0,005 - 0,5 mgr. F ditambahkan
 10 ml H_2SO_4 1 : 2 dan 3 ml H_2O_2 , (harus tidak timbul warna coklat).
 Tambahkan 10 ml larutan TiO_2 yang mengandung 1 mgr. TiO_2 /ml. Encerkan
 menjadi 100 ml. Bandingkan dengan standart, atau baca % T nya. Sebagai
 larutan referensi, air suling ditambahkan dalam jumlah yang sama asam
 Sulfat, H_2O_2 dan larutan TiO_2 dalam 50 ml air.

SULFIDA (S) BEBAS.

Prinsip : Dengan menghitung selisih Sulfur total dengan Sulfur dari
 Sulfat, dapat ditentukan kandungan Sulfida bebas. Sedang-
 kan penetapan Sulfur adalah sebagai Sulfat dengan turbidi-
 metris seperti diatas.

Cara kerja:

a). Sulfur sulfat :

25 ml contoh diasamkan dengan HCl kemudian dididihkan untuk
 menghilangkan sulfida bebas, kemudian sulfur SO_4 ditetapkan
 secara Turbidimetris.

b). Sulfur total:

25 ml contoh ditambahkan 5 ml air brom, kemudian dididihkan -
 sampai semua kelebihan air brom habis menguap, kemudian sul-
 fur total sebagai sulfat ditetapkan secara Turbidimetris.

- Sulfida dapat pula dioksidasi dengan menggunakan asam nitrat, dididihkan dengan pendingin tegak; kemudian kelebihan asam nitrat dihilangkan dengan penguapan mendekati pengasatan (hampir kering).

K A L S I U M

(Sebagai Ca Oksalat).

Prinsip :

Kalsium akan diendapkan secara kwanti oleh oksalat sebagai Ca Oksalat pada pH 3,7 atau kurang. Endapan yang terbentuk dilarutkan kembali dalam asam dan dititrasi dengan permanganat dimana jumlah yang diperlukan sesuai dengan banyak Ca-nya, atau diukur intensitasnya.

Ion2 pengganggu:

Bahan tak terlarut harus dihilangkan dulu dengan penyaringan, dan pengaruh ion Al dan Fe dapat dicegah bila pH pengendapan adalah : 3,7, jika ion natrium tinggi akan terendapkan sebagai Na oksalat dan terbentuk pula endapan CaSO_4 bila jumlah Oksalat kecil.

Pereaksi:

- a). Larutan HCl 1 : 1; 1 : 50; 1 : 2 .
- b). " NH_4OH 1 : 2 ; 1 : 50.
- c). " Ammonium oksalat pekat.
- d). Campuran ether - alkohol - air : 1 : 1 : 1.
- e). Larutan Mn^{+7} 100 ppm :
Larutan 0,2877 gr. KMnO_4 dalam 1000 ml air, dimana setiap 1 ml. larutan mengandung 0,1 mgr. Mn (100 ppm).

Cara kerja:

A). Dengan KMnO_4 .

Pindahkan larutan contoh yang mengandung 0,02 - 0,2 mgr. Ca ke dalam tabung pemusing, dipekatkan atau diencerkan hingga 5 ml. Netralkan dengan HCl 1 : 1 tambahkan 1 ml. larutan Am Oksalat--aduk baik-2. Tetesi dengan satu tetes indikator MO dan larutan NH_4OH 1 : 2 tetes demi tetes hingga basa, panaskan diatas pemanas air 10 menit, kemudian pusingkan 5 menit (2600 rpm), dekantasi dengan masing-2 3 ml larutan NH_4OH 1 : 50 sampai 3 kali. Pencucian terakhir dengan 1 ml campuran ether-alkohol-air 1 : 1 : 1, pusingkan dan buang cairannya, keringkan endapan dalam oven 100 - 110°C selama 45 menit. Kemudian endapan dilarutkan kembali dengan 1 ml H_2SO_4 1 : 1 dan 2 ml larutan Mn 100 ppm.

Encerkan kedalam labu takar 50 ml. dengan air, baca % T-nya pada 550 m atau bandingkan dengan standart setelah 20 menit.

B). Dengan Feri Thio Cyanat:

Endapan Ca oksalat yang telah dicuci dilarutkan kembali dengan HCl 1 : 50, pindahkan kedalam labu takar 50 ml, tambahkan 2 ml. pereaksi Feri Thio Cyanat, encerkan sampai tanda garis, dengan larutan HCl 1 : 2. Bandingkan dengan standart yang dibuat sama, atau baca % T-nya.

N A T R I U M :

(Sebagai NaMg Uranil Asetat).

Prinsip :

Natrium dapat diendapkan sebagai kompleks Na Mg uranil asetat dengan Mg uranil asetat, kemudian endapan kompleks ini dilarutkan kembali, langsung diperkirakan jumlah Na secara kolorimetris.

Ion2 pengganggu:

Konsentrasi maksimum yang bisa diperiksa dengan prosedur ini adalah 0,75 mgr/ml. Ion K dan Li tidak akan mengganggu, bila konsentrasi ion Cl^- kurang dari 10 - 11 %. Arsen, fosfat, dan asam mineral bebas mengganggu penetapan, ion fosfat dapat diendapkan dengan serbuk Ca (OH)₂.

Pereaksi :

1. Ethanol 95 %.
2. Pereaksi Mg uranil asetat :
larutkan 85 gr. Mg uranil asetat, bebas Na dalam 60 gr. As asetat dan 600 gr. Mg Asetat dalam 60 gr. asam asetat glasial. Encerkan masing-masing larutan menjadi 1 l dengan air suling, campurkan kedua larutan biarkan 24 jam dan disaring.
3. Pereaksi pengembang warna : $K_4Fe(CN)_6$:
larutkan 20 gr. $K_4Fe(CN)_6$ kedalam 100 ml air.
4. Pereaksi H_2O_2 3 %.
5. Larutan jenuh ammonium karbonat.

Cara kerja:

Larutan contoh yang mengandung 0,5 mgr - 5 mgr. Na diuapkan atau diencerkan menjadi 1 ml. ditambahkan 10 ml pereaksi Mg uranil asetat, tempatkan pada tempat dengan suhu 20°C selama 40 menit. Biarkan hingga semua endapan mengendap, kemudian didekantasi dengan masing-masing 2 ml. ethanol 95 %.

- a). Pembacaan langsung : Larutkan dalam air pada $60 - 70^{\circ}\text{C}$, encerkan sampai 50 ml bandingkan dengan standart atau baca % T-nya.
- b). Pengembangan warna dengan $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$:
Larutkan endapan dengan air, pindahkan kedalam labu takar 25 ml, tambahkan satu tetes asam asetat glasial dan 0,5 ml. larutan -- $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ 20 %. Encerkan sampai tanda, kocok 1 menit kemudian bandingkan dengan standart atau baca % T-nya.
- c). Pengembangan warna dengan H_2O_2 :
Larutkan endapan dengan 10 ml air, tambahkan 6 ml. larutan Ammonium Carbonat pekat dan 6 ml larutan H_2O_2 3%. Encerkan hingga 25 ml, baca % T pada lambda = 460 - 520 m μ atau bandingkan dengan standart.

K A L I U M :

(Dengan Natrium Cobaltinitrit)

Prinsip : Kalium akan terendapkan sebagai kompleks Kalium Natrium Cobaltinitrit, dimana jumlah K dalam kompleks dapat diperkirakan -- secara kolorimetris.

Ion2 pengganggu:

Penetapan ini tergantung dari konsentrasi Natrium dalam media, perubahan pH, variasi tingkat hidrasi endapan, kecepatan peningkatan penambahan -- ethanol dan pecampuran, perubahan suhu, adanya Ammonia dan Ammonium, besi Aluminium, Mangan, Barium, Calcium, Magnesium dan Cu mengganggu penetapan terutama Ammonia yang harus dihilangkan.

Deteksi minimum : 0,025 mgr. K.

Pereaksi-2: 1. Pereaksi Na Co-nitrit.

Larutkan 23 gr. NaNO_3 dalam 50 ml air dan tambahkan 16 ml. larutan asam asetat 1 : 2. Larutkan 3,5 gr. cobaltinitrat dalam larutan diatas, diamkan beberapa hari, saring dan encerkan saringan menjadi 100 ml.

2. Larutan NaOH 4 % (1 N).

3. Methyl Orange 0,01 %.

4. Larutan asam asetat 1 : 17.

5. Larutan H_2O_2 3 % dan larutan pekat Ammonium Carbonat.

Cara kerja:

Pindahkan cairan contoh yang mengandung 0,02 - 1,0 mgr. kedalam tabung pemusing, uapkan atau encerkan menjadi 1 ml. Bila ada ion Ammonium dalam contoh, encerkan sampai 5 ml, dan tambahkan 0,2 ml larutan NaOH 4 % Dididihkan sampai kering, tambah 5 ml air, dan dididihkan lagi sampai kering. Larutkan kedalam 0,5 ml air.

Tambahkan 1 tetes indikator MO netralkan dengan asam asetat 1 : 17. Pipet 2 ml pereaksi Na-Cobaltinitrit kedalam tabung pemusing, tempatkan dalam suhu 5°C selama 3 jam. Tambahkan 0,5 ml air, pusingkan dalam 3000 rpm selama 10 menit, kering udarakan selama 5 menit. Cuci endapan dengan masing2 3 ml ethanol 70 %, sampai cucian tidak berwarna kuning.

a). Pengembangan warna dengan Karbonat basa :

Larutkan endapan dalam 2 ml larutan HCl 1 : 1. Uapkan sampai kering dan larutkan dengan 2 ml air. Pindahkan kedalam labu takar -- dan tambah 0,5 ml larutan H_2O_2 3 %. Encerkan sampai tanda garis, dengan larutan pekat K_2CO_3 atau $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Campurkan rata-rata -- dan encerkan sampai tanda : campur dan bandingkan dengan standart atau baca % T-nya.

b). Pengembangan warna sebagai Cobalt Chlorida :

Keringkan endapan pada suhu 100°C selama 2 - 3 jam, dinginkan dan larutkan dengan 3 ml HCl pekat. Dinginkan dan pindahkan kedalam tabung pembanding (labu takar), encerkan sampai tanda dengan ethanol, bandingkan dengan standart atau baca % T-nya.

A R G E N T U M (Ag)
(Sebagai Ag dithizonat).

Prinsip : Ag dithizonat yang terbentuk dalam suasana asam yang berwarna kuning akan ter-ekstrak oleh pelarut-2 organik, dimana intensitas warnanya tergantung kandungan Ag.

Ion2 pengganggu:

Bila pembentukan Ag dithizonat dilakukan dalam suasana asam, maka gangguan-gangguan dari ion2 : Pb; Zn; Bi; dapat dicegah. Hg memberikan reaksi yang sama, tetapi tidak ikut ter-ekstrak seperti Ag dithizonat, larutan contoh harus bebas dari logam emas (Au); Paladium, dan Platina bivalent.

Deteksi minimum : 0,001 mgr. Ag.

Pereaksi : 1. Larutan H_2SO_4 1 : 1.

2. Larutan ditizon :

Larutkan 0,01 gr. ditizon dalam 1 l CCl_4 .

3. Larutan Cupridithizonat :

25 ml pereaksi dithizonat dikocok dalam larutan encer CuSO_4 , asamkan sampai tak ada perubahan warna dengan larutan asam sulfat. Pisahkan lapisan tetra (CCl_4) dan cuci dengan 25 ml air dimana kedalamnya ditambahkan 1 tetes--
 H_2SO_4 1 : 1.

Cara kerja :1. Cara warna campuran :

Pindahkan larutan contoh yang mengandung 0,005 - 0,025 mgr. Perak, kedalam labu pemisah, enderkan 25 ml, netralkan. kemudian ditambahkan 0,7 ml larutan H_2SO_4 1 : 1. Tambahkan 10 ml pereaksi dithizon, kocok baik2. Pisahkan lapisan tetra -- (CCl_4) dan baca % T-nya, dengan filter kuning, atau bandingkan dengan standart.

2. Dengan Cupri dithizon.

Kedalam contoh yang dibuat seperti cara diatas, tambahkan 10 ml pereaksi Cupri-dithizon, kocok baik-2 selama 1 menit, pisahkan lapisan pereaksi yang berwarna kuning muda ungu sampai ungu tua, dan baca % T-nya dengan filter kuning, atau bandingkan dengan standart.

C Y A N I D A .

(Dengan Phenolphthalein).

Prinsip : Cyanida dalam larutan yang mengandung berlebihan garam - Cupri membentuk Cuprocyanida yang tak larut, jadi mereduksi Cupri dan phenolphthalein dalam bentuk reduksi, dioksidasi menjadi bentuk indikator sehingga memberikan warna * seperti dalam alkali.

Ion2 pengganggu:

Feri cyanida dan halogen2 bebas menghasilkan reaksi yang sama, sehingga metode ini hanya bagus untuk contoh yang telah dipekatkan secara - destilasi. Sulfida mengganggu penetapan, tetapi dapat diikat dengan - garam Pb Ferocyanida, Chromat, Asam Nitrit, Ferichlorida, dan garam-2 Halogen tidak mengganggu penetapan.

Deteksi minimum : 0,02 ppm CN^-

Pereaksi : 1. Asam tartarat kristal.

2. Larutan Pb asetat 10 %.

3. Pereaksi phenolphthalein :

Buat larutan pp 0,1 % dalam larutan NaOH 0,2 %, 10 ml. dari larutan ini diencerkan menjadi 50 ml. dengan larutan glyserol 2,5 %. Tambahkan 50 ml larutan Cupriasetat 0,3 % dan campurkan baik-2, saring dan simpan dalam botol tertutup.

4. Larutan ethanol 95 %.

Cara kerja :

500 ml. air disaring, bila ada sulfida ikat dengan larutan Pb asetat - secukupnya, tambahkan asam tartarat sampai netral berlebihan 0,5 gram Destilasi dan ambil 50 ml destilat (25 ml). Pindahkan larutan contoh-- kedalam labu takar 50 ml, tambahkan 15 ml etanol 95 % dan encerkan -- sampai 48 ml. dengan air. Tambah 1 ml pereaksi pp encerkan sampai tan da garis. Biarkan selama 20 menit. Baca % T-nya pada 560 m μ atau ban-- dingkan dengan standart.

N I T R A T, N I T R I T

(.Dengan Brusine).-

Prinsip : Nitrat dengan brusine akan membentuk warna merah dalam ling kungan asam sulfat. Bila dalam contoh mengandung campuran-- Nitrit-Nitrit maka nitrit perlu dioksidasikan sebagai Nitrat total.

Ion2 pengganggu :

Ion2 besi lebih besar 5 mgr/l, nitrit lebih besar 1 mgr/L, Cl⁻ lebih- besar 1000 mgr/l dan zat-2 organik akan mengganggu penetapan. Nitrit- dapat dieliminir dengan penambahan satu tetes larutan Na Asida tiap- 10 ml larutan contoh dan 2 tetes asam asetat. Ion chlorida dapat di-- endapkan dengan Perak sulfat. Bahan-2 organik dapat dioksidasikan de ngan larutan 0,1 % KMnO₄ dimana ion nitrit ikut teroksidasi menjadi-- nitrat, sehingga perlu (harus) diperhitungkan dengan jumlah Nitrat -- asli.

Deteksi minimum : 0,1 mgr/l (0,1 ppm).

P e r e a k s i (Reaksi).

1. Larutan brusine 5 %; larutkan 5 gr. brusine kedalam 1000 l-a sam asetat pekat dan simpan dalam botol coklat (gelap).
2. Larutan Na Azida + 5 % (dalam air).
3. Asam sulfat pekat (95 - 97 %).
4. Kristal Ag₂SO₄.
5. Larutan 0,1 % KMnO₄.

Cara kerja :

10 ml contoh yang telah bebas ion2 pengganggu ditambah 1 ml. larutan brusine dalam labu takar. Kemudian pelan2 tambahkan 20 ml asam sul-- fat pekat melalui leher labu takar.

Diamkan 10 menit (sampai dingin), kemudian bandingkan dengan standart atau baca % T-nya pada lamda = 420 m μ . Sebagai larutan referensi (blan- ko), 10 ml air ditambah 20 ml H₂SO₄ pekat.

CAMPURAN NITRAT - NITRIT.

Untuk memeriksa campuran NO_3/NO_2 dipakai cara selisih :

1. Jumlah Nitrat diperiksa dengan cara diatas, dimana Nitrit - diikat dengan Na Asida.
2. Nitrat di-oksidasi dengan larutan H_2O_2 3 % sambil dipanas--kan atau dengan larutan 0,1 % KMnO_4 , kemudian Nitrat diuji - seperti diatas sebagai Nitrat total.
3. Nitrit = Nitrat total - Nitrat asal .

N I T R I T .

(Dengan asam sulfanil dan alfa Naphthylamine)

Prinsip : Warna ungu merah muda akan terbentuk bila asam sulfanil bereaksi dalam larutan yang mengandung ion Nitrit dan Naphthylamine ditambahkan untuk mengikat (Stabilisator), jadi, disini Nitrit oleh asam sulfanil diubah menjadi senyawaan diazo yang akan bereaksi dengan Naphthylamine membentuk alfa naphthylamine -p-azobenzene-p-disulfonic acid yang berwarna ungu ke-merahan.

Ion2 Pengganggu:

Zat koloidal organik, asam2 amino; Chlor bebas dan logam harus dieliminir dengan 5 ml larutan Al sulfat tiap 100 ml contoh. Chromium lebih besar 40 ppm. Co lebih besar 100 ppm, Oksalat lebih besar 720 ppm. Karbonat lebih besar 200 ppm, Chloroplatina lebih besar 80 ppm, Chlorostanat lebih besar 40 ppm, CN lebih besar 100 ppm, dichromat lebih besar 80 ppm, SiO_2 lebih besar 200 ppm. Tungstat lebih besar 10 ppm - tidak akan mengganggu penetapan.

Deteksi minimum : 0,01 mgr. $\text{NO}_2^-/1$ (0,01 ppm).

P e r e a k s i :

1. Larutan Al sulfat 12 % dalam air.
2. Larutan alfa Naphthylamine : 2,5 gr. kristal dilarutkan -- kedalam 150 gr. asam asetat pekat, kemudian encerkan dengan 350 ml air.
3. Larutan asam sulfanil ; larutkan 4 gr. asam sulfanil kedalam 400 ml air sambil dipanaskan, sesudah dingin sampai 20°C , encerkan larutan sampai 500 ml air suling, simpan dalam botol gelap.

Cara kerja:a) Menggunakan tabung Nessler :

Campurkan 100 ml contoh yang bebas ion pengganggu dalam tabung -

Nessler dengan 4 ml campuran 1 : 1 asam sulfanil - alfa-Napthylamine. Biarkan dua jam dalam tempat yang gelap, kemudian bandingkan dengan standart.

b). Menggunakan Spektrophotometer:

Campurkan 20 ml contoh bebas ion pengganggu dengan 1 ml larutan asam sulfanil dan 0,5 ml asam asetat pekat. Setelah 15 menit tambahkan 1 ml larutan alfa - Napthylamine, dan sesudah 4 menit baca % T-nya pada 530 $m\mu$, sebagai larutan referensi (blanko) dipergunakan air suling.

OKSIGEN SEBAGAI YODINE.

Prinsip : Perbaikan metode Winkler, dimana Yod yang dibebaskan di-ekstrak dengan Chloroform kemudian dibaca % T-nya.

Ion2 pengganggu:

Warna larutan mengganggu penetapan, untuk larutan berwarna, harus menggunakan cara titrasi Nitrit, Nitrit harus di oksidasi dengan $KMnO_4$.

Deteksi minimum : 1 ml O_2 per liter.

Pereaksi2 :

1. Larutan $KMnO_4$ 0,5 %
2. Larutan asam oksalat 2 %.
3. Larutan KJ: larutkan 10 gr. KJ dan 34 gr NaOH kedalam 100 ml air.
4. Larutan 40 % $MnCl_2$.
5. Larutan H_2SO_4 pekat.
6. Chloroform.

Cara kerja :

Pindahkan larutan contoh kedalam botol 100 ml (tidak ada kontak dengan udara). Bila mengandung bahan organik atau Nitrit tambahkan larutan 2% asam oksalat sampai warna Merah baru saja hilang. Tambahkan 2 ml larutan KJ, langsung pada dasar botol (pipet), atau 0,4 ml larutan $MnCl_2$. Kocok dan bila endapan $Mn(OH)_2$ sudah mengendap, tambahkan 0,4 ml larutan H_2SO_4 pekat. Semua pekerjaan diatas diusahakan tidak timbul gelembung udara. Pindahkan 10 ml larutan kedalam tabung pemisah tambahkan 10 ml $CHCl_3$, kocok 30 menit, bandingkan dengan standart, % T-nya.

CHLOR BEBAS DENGAN BENZIDINE.

Prinsip : Chlor bebas dalam larutan bebas permanganat dapat diduga banyaknya berdasarkan warna hijau yang diperoleh dari reaksi dengan bensidine hidroklorida.

Ion2 Pengganggu:

Cara ini lebih sensitive dari pada cara Toulidine.

Ion sulfat dalam jumlah besar mengganggu penetapan karena terbentuk endapan bensidine sulfat yang tak larut.

Deteksi Minimum : 0,001 mgr Cl_2

P e r e a k s i - 2 :

1. Pereaksi bensidin : larutan 2,4 gr. bensidine kedalam 100 ml larutan HCl 1 : 20.
2. Larutan standar warna : campurkan larutan 15 % CuSO_4 dan larutan 0,5 % asam pikrat sampai membentuk warna hijau kebiru-biru. Larutan ini sesuai dengan 0,005 mgr Cl_2 /100 ml.

Cara kerja:

Pindahkan larutan contoh yang mengandung 0,001 - 0,01 mgr Chlor bebas kedalam labu takar 100 ml, encerkan sampai tanda, tambahkan 1 tetes larutan pereaksi bensidin; bandingkan dengan standar.

CHLOR BEBAS DENGAN O-TOLIDINE.

Prinsip : O-Tolidin dalam larutan menghasilkan warna ungu dengan Chlor bebas.

Ion2 Pengganggu:

Garam Ferri menghasilkan reaksi yang sama, tetapi dalam praktek bisa diabaikan. Mangan sebagai MnO_2 memberikan warna yang sama, dimana 0,05 dan 2,0 ppm MnO_2 sesuai dengan 0,03 dan 0,5 ppm Cl_2 .

Deteksi minimum : 0,01 ppm.

P e r e a k s i :

1. Pereaksi O-Tolidine + larutan 1,35 gr. O-Tolidine dihidroklorida dalam 500 ml air. Tambahkan dengan pengadukan kedalam campuran 350 ml air dengan 150 ml HCl pekat. Simpan dalam botol berwarna, tempat gelap suhu rendah.
2. Standar warna permanent.
 - Buat larutan 1,5 gr CuSO_4 dan 1,0 ml H_2SO_4 pekat dalam 100 ml air.
 - Larutkan 0,25 gr. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dan 1,0 ml. H_2SO_4 dalam 100 ml air.

Cara kerja:

Bila chlor bebas dalam contoh kurang dari 1,0 ppm, pergunakan 1 ml pereaksi O - Tolidine per 100 ml contoh, dan bandingkan dengan warna standar--

dalam 5 menit. Bila Chlor bebas lebih dari 1,0 ppm, gunakan 5 ml pereaksi per 100 ml contoh, bandingkan dengan warna standar dalam 15 menit. Untuk Chlor bebas yang tinggi, diamkan 30 menit sebelum dibandingkan dengan standar.

TABLE STANDAR Cl_2 DENGAN O-TOLIDIN

(Lebih besar dari pada 1 ppm).

Chlor bebas (ppm).	Volume standar yang harus diencerkan jadi 100 ml.	
	Lart. bicromat (ml)	Lart. CuSO_4 (ml)
0,01	0,18	0,3
0,02	0,32	0,5
0,04	0,61	1,0
0,06	0,87	1,4
0,08	1,1	1,7
0,10	1,3	1,9
0,15	1,7	1,9
0,20	2,1	2,0
0,25	2,5	2,0
0,30	3,0	2,0
0,35	3,1	↓ 2,0
0,40	3,8	
0,50	4,7	
0,60	5,5	
0,70	6,4	
0,80	7,2	
0,90	8,1	
0,100	9,0	

TABEL LEBIH KECIL DARI PADA 1 ppm .

1	9	8
2	16	↓ 8
3	22	
4	28	
5	33	
6	38	
7	44	
8	50	
9	57	
10	60	

BROMIDA DENGAN FUCHSIN..

Prinsip : Br_2 dapat dibebaskan dari bromida dengan air Chlor, dimana Br_2 membentuk warna violet dengan larutan fuchsine basa dalam asam sulfat.

Ion2 Pengganggu:

Untuk mengeliminir ion2 pengganggu, dan konsentrasi Br yang kecil, dipakai isoamyl alkohol untuk ekstraksi.

Deteksi Minimum : 0,007 mgr Br_2

P e r e a k s i - 2 :

1. Pereaksi fuchsine: Pindahkan 100 ml larutan H_2SO_4 = 5 % kedalam labu 250 ml, tambahkan 10 ml larutan fuchsine 1 % kocok-baik2 diamkan 2 jam, larutan harus tak berwarna.
2. Larutan air Chlor 5 %
3. Isoamyl alkohol.

Cara kerja :

Pindahkan 20 ml larutan contoh dari standar kedalam labu pemisah, tambahkan 2 ml air Chlor dan 20 ml pereaksi fuchsine. Campur baik-2 dan--tambah 5 ml isoamyl alkohol. Kocok, pisahkan dan bandingkan dengan --- standar, lapisan isoamyl alkohol, atau baca % T-nya.

BROMIDA DENGAN AIR CHLOR.

Prinsip : Bromida dapat ditetapkan dari warna merah brom bebas, yang dibebaskan oleh air Chlor.

Ion2 Pengganggu:

Jod bebas tidak boleh ada $\frac{1}{2}$ dari jumlah Brom dan bila Jod bebas sangat kecil dapat dicapai ketelitian sampai 1 % untuk meningkatkan sensitivitas brom dapat diekstrak dengan karbon tetra Chlorida.

Deteksi Minimum : 5 mgr Br_2

P e r e a k s i :

1. Larutan H_2SO_4 1 : 1
2. Larutan pekat chlor dalam air.
3. Tetra Chlorida.

Cara kerja :A). Pembacaan langsung :

Pindahkan larutan standar dan contoh yang mengandung 5 mgr Br_2 kedalam labu takar 100 ml, encerkan sampai 75 ml, tambahkan 10 ml larutan H_2SO_4 1 : 1 Campurkan baik-2. Tambahkan 5 ml air Chlor pekat. Bila ada warna coklat dari Jod bebas, tambahkan lagi air Chlor un-

tuk mengeliminir warna Jod. Encerkan sampai tanda. Bandingkan dengan standar atau baca % T-nya pada alfa = α 510 m μ

B). E k t r a k s i :

Bila warna yang timbul kurang jelas ekstrak dengan 10 ml CCl₄ - pisahkan, bandingkan dengan standar atau baca % T-nya.

JOD BEBAS DENGAN O-TOLIDIN.

Prinsip : Dalam larutan netral Jodium menghasilkan warna hijau ke---biruan-biruan dengan O-Tolidine sama seperti pada Chlor - bebas.

ION-2 PENGANGGU:

Nitrit memberikan reaksi yang sama, sehingga harus dioksidasi menjadi nitrat. Jumlah chlor dan Brom bebas sampai 1500 ppm tidak mengganggu penetapan pada kondisi yang tepat. Ion : Pb, besi, Hg, harus dipisahkan sebab membentuk endapan dengan pereaksi.

Deteksi Minimum : 0,01 mgr J₂

P e r e a k s i :

1. Larutan NaOH 1 %
2. Larutan H₂O₂ 3 %
3. Larutan H₂SO₄ 1 : 10
4. Larutan 0,67 % O-Tolidin dalam etanol.

Cara Kerja :

A). Tidak ada Jodat dalam contoh.

Buat contoh yang mengandung 0,01 - 0,1 gr J₂ dalam larutan NaOH 1 %. Tambahkan 10 ml larutan H₂O₂ untuk mengoksidasi NO₂ uapkan sampai 10 ml, saring, cuci dengan air hangat, netralkan atas pp dengan H₂SO₄ 1 : 10. Kedalam larutan standar dari contoh tambahkan 0,5 ml larutan O-Tolidin, encerkan sampai 15 ml. Tambahkan 5 ml H₂O₂ 3 %, kocok baik-2. Bandingkan dengan standar sesudah 5 menit, sesudah 10 menit warna biru berubah menjadi coklat dan timbul endapan bahan2 organik.

B). Ada Jodat dalam contoh.

Sesudah contoh dipekatkan, dinetralkan, bagi dua bag. yang sama Satu bagian dialiri gas H₂S sampai pekat, kelebihan H₂S dihilangkan dengan mendidihkan dan mendinginkan. Contoh yang dialiri -- H₂S menyatakan jumlah Jodida dan Jodat. Contoh yang lain menyatakan jumlah Jodida saja.

SULFIDA SEBAGAI BISMUTH SULFIDA.

Prinsip : Absorpsi sulfida konversi sebagai Bi-sulfida adalah cara yang sangat sensitive, lebih dari pada Cadmium ataupun Pb.

Ion Pengganggu:

Adanya hidrogen, Nitrogen, Co, CH_4 , Ethelin dan CO_2 lebih 2 % tidak mengganggu penetapan. Oksigen akan oksidasi sulfida jadi harus tidak ada.

Deteksi minimum : 0,007 mgr H_2S .

P e r e a k s i-2:

1. Larutan NaOH 6 %.
2. Larutan Bismuth : larutkan 4,28 gr. Bi-Nitrat penta -- hidrat dalam 300 ml asam asetatglasial dan encerkan dengan 1,5 ltr. air.

Cara kerja:

Kedalam larutan contoh dalam larutan NaOH 6 % tambahkan volume yang sama pereaksi, kocok dengan memberikan gas Nitrogen bebas O_2 selama 30 detik, diamkan 5 menit. Bandingkan dengan standr, atau baca % -- T-nya pada 350 - 355 m μ .

ANTIMON SEBAGAI SULFIDA.

Prinsip : Antimon dalam jumlah yang kecil membentuk koloidal yang berwarna orange dengan sulfida dimana intensitas warnanya sesuai dengan jumlah antimon.

Ion Pengganggu:

Ion Bi tidak mengganggu, ion2 lain harus dipisahkan dulu.

Deteksi minimum : 0,02 mgr.

P e r e a k s i :

1. Larutan HCl 1 : 1 dan HCl pekat.
2. Larutan NaOH 10 %.
3. Larutan pekat SO_2 dalam air.
4. Larutan gum arabic.
5. Larutan H_2S pekat.

Cara Kerja :

Netralkan larutan contoh yang mengandung 0,02 - 0,2 mgr Antimon dengan larutan HCl 1 : 1 atau NaOH 10 %, kemudian asamkan dengan larutan HCl 1 : 1, encerkan sampai 60 ml dan tambahkan 20 ml larutan SO_2 . Dididkan (uapkan) sampai 10 ml untuk mereduksi Sb V -- Sb III.

Dinginkan dan tambahkan 5 ml larutan gum arabic sebagai setabilisator, pindahkan dalam tabung Nessler, tambah 10 ml HCl pekat, encerkan sampai tanda bandingkan dengan standar yang dibuat dengan cara yang sama atau baca % T-nya pada 500 m μ .

ANTIMON DENGAN MOLEBDEUMBLUE.

Prinsip : Ion2 Antimon akan mereduksi asam phospat molibdat, menghasilkan warna biru dimana intensitasnya sesuai dengan jumlah ion Sb.

Ion2 Pengganggu:

Ion stanatakan mengurangi intensitas warna yang dihasilkan sedangkan ion stanat tidak mengganggu bila jumlahnya kurang dari dua kali jumlah Antimon. Ion Cupri harus kurang dari 1 mgr dalam contoh.

Deteksi minimum : 0,05 mgr.

P e r e a k s i :

1. Larutan asam phosphomolibdat + larutkan 20,0 gr. NaMolibdat bebas air dalam 100 ml air, tambahkan larutan 3 gr. garam Na_3PO_4 dodeka hidrat dalam 25 ml. air. Tambahkan larutan HNO_3 1 : 1, totes demi totes sampai larutan berwarna kuning emas dengan pH $\pm$ 3,0.
2. Larutan H_2SO_4 1 : 4 dan H_2SO_4 pekat.

Cara kerja:

Larutan contoh yang mengandung 0,05 - 0,5 mgr Sb, kalau perlu dinetralkan, encerkan sampai 25 ml. Tambahkan 5 ml larutan H_2SO_4 1 : 4 dan 3 ml H_2SO_4 pekat kemudian dididihkan sampai keluar uap SO_2 . Encerkan lagi sampai 30 ml dan tambahkan 1 ml larutan as. phosphomolibdat, dan panaskan 10 menit atas penangas air. Dinginkan pada suhu kamar dan tambahkan 8 ml H_2SO_4 1 : 4 untuk kompensasi pereaksi kelebihan. Kocok 5 menit, pindahkan pada labu takar 50 ml encerkan sampai tanda.

Baca % T-nya pada 690 m μ , atau bandingkan dengan standar.

Ni DENGAN DIMETHYL GLYOKSINE.

Prinsip : Dalam suasana alkali, Nikel dengan dimethyl glyoxina ore-ctyl dioxine, dengan adanya bahan oksidator (ZnO , air Brom J_2 , perchlorat) akan membentuk suatu kompleks yang berwarna merah ungu.

Ion2 Pengganggu :

Ion2 dibawah ini mengganggu penetapan sehingga harus dipisahkan atau diikat dengan kompleks : Chlorustano, Chlorustanat, J^- , MnO_4 , Strit. Thiosulfat, Vandat, Al, Sb, S, Br, Bi, Le, Lt. Li, Fe II, Fe III, Pb, VJ, An, HgJ, Hg II, Pt, J, Sn, Th, Ti, U, Zn, dichlorat, juga mengganggu. Ion besi bisa dilarutkan dengan asam tartrat atau citrat sedangkan ion Cu dapat diendapkan sebagai sulfida .

Deteksi minimum : 0,5 mgr.

P e r e a k s i :

1. Larutan HCl 1 : 1
2. Larutan NH_4OH 1 : 1 dan NH_4OH pekat.
3. Larutan asam tartrat 20 %.
4. Air Brom pekat.
5. Larutan dimethyl glyoxine 0,1 % dalam etanol 95 %.

Cara kerja:

Tambahkan larutan contoh yang mengandung 0,5mgr TVI dengan larutan-- HCl 1 : 1 . Bila contoh mengandung ion-2 ; Fe II, Fe III, tambahkan-- 5 ml larutan asam tartrat. Tambahkan air Brom pekat sampai kuning dan 2 ml berlebihan. Tambahkan larutan NH_4OH pekat campurkan baik-2. Jika tak terbentuk endapan pindahkan kedalam labu takar 100 ml. Bila terbentuk endapan, saring kedalam labu takar. Endapan dilarutkan kembali dengan sedikit larutan HCl 1 : 1. Tambahkan 1 ml air Brom dan endapkan kembali dengan 4 ml. larutan pekat NH_4OH Cuci kedalam labu takar 100 ml. Tambahkan 3,5 ml etanol 95 % dan 20 ml larutan dimethylglyoxin. Encerkan sampai tanda campurkan baik2 baca % T-nya pd 530 μgr dalam - 15 menit atau bandingkan dengan standar.

TIN (Sn) SEBAGAI BIRU MOLIBDENUM.

Prinsip : Adanya Phosphat atau Silikat dalam larutan yang mengandung Molibdat berlebihan maka adanya bahan pereduksi SnCl_2 akan memberikan warna biru, dimana prinsip ini dipergunakan untuk penetapan Phosphat.

Ion2 Pengganggu:

Bahan Oksidator dan pereduksi harus tidak ada dalam contoh; ion2 Arsenat dan Zn tidak mengganggu penetapan. Gangguan dari ion Cu dapat dihindarkan bila Sn dipisahkan sebagai sulfida atau mengikat Cu sebagai kompleks cyanida. Ion Ti mengganggu penetapan tetapi dapat diikat sebagai kompleks Ti citrat.

Deteksi minimum : 0,02 mgr.

P e r e a k s i :

1. Silikat Molibdat : cairkan dengan pemanasan 1 Gr Silika murni dengan 5 gr Na_2CO_3 ; larutan dalam air, encerkan sampai 1 liter larutan ini mengandung 1 μgr Si/ml.
Larutkan 5,3 gr. Am. molibdat dalam 100 ml air, tambahkan 10 ml H_2SO_4 pekat, dan encerkan sampai 200 ml.
2. Encerkan 10 ml larutan HCl 1 : 1 sampai 800 ml tambahkan 2,5 ml larutan silikat dan encerkan sampai 1 liter biarkan sampai $\frac{1}{2}$ jam.

Cara kerja :

Larutkan contoh yang mengandung 0,2 1,0 μgr Sn uapkan atau encerkan sampai 25 ml + 5 ml HCl 1 : 1. Panaskan sampai mendidih dan tambahkan 5 gr. Zn granula; aduk 1 menit. Tambahkan 100 ml. larutan pereaksi dalam labu yang mengandung contoh atau standard, campurkan, dekantasi dan bandingkan warnanya setelah 5 menit.

SN SEBAGAI SULFIDA.

Prinsip: Seperti pada cara-2 sulfida yang lain jumlah Sn pun dapat diduga dari koloidal yang terbentuk dengan sulfida.

Ion2 Pengganggu:

Penetapan ini diganggu oleh ion2 yang bereaksi dengan sulfida jadi harus bebas ion2 pengganggu.

Deteksi minimum : 1 - 5 mgr Sn/100 ml. contoh.

P e r e a k s i :

1. Larutan NaOH 40 %
2. Larutan HCl pekat.
3. Larutan pekat air Brom.
4. Larutan pekat H_2S dalam air.

Cara kerja:

Netralkan larutan contoh dengan larutan NaOH. Pada setiap 10 ml. contoh ditambahkan 0,4 ml HCl pekat dan satu tetes air Brom, untuk mengok-

sidasi unsur ion Sn Stanat. Tambahkan dengan $\frac{1}{2}$ vol. con-
toh larutan H_2S dan bandingkan dengan standar setelah 1 jam.

ALUMINIUM DENGAN ALIZARIN RED.S.

Prinsip : Ion Al dengan alizarin Red.S. akan menghasilkan komplek ber-
bentuk koloid yang berwarna orange dalam suasana asam.

Ion2 Pengganggu:

Ion-2 Ca, Mg, atau Zn tidak mengganggu, Ion Fe harus tidak ada karena
tidak dapat diikat dengan ion Citrat. Ion2 Cr, Co atau Mn dalam jumlah
kecil tidak mengganggu. Setiap 100 ml larutan. contoh boleh mengandung
2 mgr Cu, 2 mgr S, 2 mgr Sn, 20 mgr Ni, atau 20 mgr ion Nitrat.

Deteksi minimum : 0,01 mgr.

Lara kerja :

Pindahkan larutan contoh yang mengandung 0,01 - 0,1 mgr Al kedalam ta--
bung Nessler, juga standarnya. sampai bersamanya. Encerkan sampai 60 ml
dan tambahkan 10 ml larutan Alizarin S 0,1 %. Disini larutan bisa ber--
warna kuning. Tambahkan 4 ml. larutan NH_4OH , campurkan. Disini warna--
berubah orange. Diamkan 10 menit dan tambahkan 10 ml larutan asetat --
1 : 2 campurkan dan encerkan sampai tanda, bandingkan dengan standar -
sesudah 20 menit; atau baca % T-nya pada landa : 470, 500, 530, 580,
atau 603 m μ

CO DENGAN AM. THIOCYANAT.

Prinsip :

Larutan yang mengandung Co bila ditambahkan Am.Thiocyanat akan mengha-
silkan komplek Co-Thiocyanat yang berwarna biru.

Ion2 Pengganggu:

Ion Hg II sangat mengganggu penetapan, bila ada ion besi dan Nikel da-
pat digunakan pyrsphosphat untuk mengikatnya; Na-Asetat mengeliminir --
warna yang ditimbulkan oleh Fe-Thiocyanit. Ion2 Cr, Mn, Ni, Zn, Ti, Mo,
dan Ur tidak akan menghasilkan warna yang laru' .. dalam ekstrak ether-
atau amyl alkohol. Sedangkan ion Vanidium menghasilkan warna yang la--
rut dalam ether, tetapi dapat diikat dengan menambahkan Am. asetat dan
asam Nitrat.

Deteksi minimum : 0,01 gr.

Pereaksi :

1. Pereaksi buffer phosphat Am. Thiocyanat : Larutkan 125 gr. Na-
Thiosulfat dan 31,25 gr. Na-phosphat kedalam 1000 ml.
2. Ether dan Phenyl alkohol.
3. Larutan. Am. Thiocyanat 60 % dalam air.

Cara kerja :

Kedalam 8 ml lart. buffer phosphat 1m. Thiolyanat ditambahkan 10 ml-lart. 60 % 1m. Thoicyanat, campurkan rata-rata. Tambahkan 5 ml lart. contoh yang mempunyai pH 1 dan mengandung 0,01 - 0,1 mgr Co/ml. Campurkan dan tambahkan 7,5 ml ether dan 2,5 ml amyl alkohol. Kocok --- baik2 m sesudah pemisahan kemudian larutkan dalam air. Baca % T-nya pada 600 μ atau bandingkan dengan standar.

CO DENGAN $K_3Fe(CN)_6$ DALAM LARUTAN AMONIA.

Prinsip : Garam Cobalt memberikan warna merah tua dengan Kalium Feri cyanida dalam larutan amonia intensitas warnanya sesuai dengan kandungan Co.

Ion2- Pengganggu:

Na sulfat tidak mendorong pembentukan warna, tetapi anion lain dari amonium bisa. Ion Fe dapat diendapkan sebagai Feri oksalat basa dalam larutan amonium.

Deteksi minimum : 0,4 mgr. Co.

P e r a k s i :

1. Asam sulfat 1 : 3 / 1 : 2
2. Larutan NaOH 25 %.
3. Larutan 1 % $K_3Fe(CN)_6$
4. Larutan NH_4OH pekat.

Cara kerja:

Kedalam larutan contoh yang mengandung 0,5 - 4,0 mgr Co yang bebas-kation dan anion lain kecuali sulfat. Tambahkan 6 ml H_2SO_4 1 : 3, uapkan sampai keluar asap SO_3 . Didihkan, encerkan dan tambah larutan NaOH sampai terbentuk endapan $Co(OH)_2$. Asamkan larutan dengan H_2SO_4 1 : 9. Encerkan sampai 50 - 60 ml, dan pindahkan ke dalam labu takar 100 ml (Nessler). Tambahkan 10 ml larutan 1 % $K_3Fe(CN)_6$ dan 20 ml NH_4OH pekat. Encerkan sampai 100 ml, kocok dan baca % T nya atau bandingkan dengan standart.

Ti DENGAN H_2O_2

Prinsip : Warna kuning yang ditimbulkan oleh reaksi Ti sulfat dengan H_2O_2 dapat digunakan untuk menduga jumlah Ti secara kolorimetris.

Ion2 pengganggu:

Perlakuan mula dengan Cup-ferron (garam amonium dari nitro sophenyl - hydropylanine) dapat memisahkan Ti dari Ni, Cr dan ion pengganggu lain. Zn, Cu dan vanadium diendapkan juga oleh Cup ferron, tetapi Cu akan larut lagi jika dicuci dengan amonia. Alkali sulfat dalam jumlah besar mengurangi intensitas warna, juga ion F dan asam Citrat mencuci warna yang timbul, sedangkan asam tartrat tidak.

Deteksi minimum : 10 - 50 ppm Ti.

Cara kerja:

Kedalam larutan contoh yang mengandung 10 - 50 mgr. Ti ditambahkan larutan H_2SO_4 1 : 1 sampai 10 ml. Buat blanko yang mengandung sejumlah garam asam yang sama contoh, tanpa Ti. Tambahkan 3 ml larutan H_2O_2 5 %, encerkan sampai 100 ml, bandingkan dengan standart, atau baca % T-nya pada 410 mμ.

Mo DENGAN H_2O_2

Prinsip: Garam dari asam molibdat dalam larutan alkali dapat dioksidasi oleh H_2O_2 menjadi permolibdat yang berwarna coklat merah-muda. Intensitas warna ini juga sesuai dengan kandungan H_2O_2 .

Ion2 Pengganggu:

Sejumlah besar alkali bebas tidak mengganggu penetapan, dalam larutan asam, H_2O_2 membentuk warna kuning pale dengan ion molibdinum, dimana dapat didorong oleh asam phosphat. Bila dalam contoh mengandung Cr dan tungsten, prosedur ini tidak dapat digunakan--garam ammonium harus didekomposisi dengan jalan mendidihkan dengan NaOH.

Deteksi minimum : 0,025 mgr. MoO

P e r e a k s i - 2

Larutan NaOH 10 %.

Larutan H_2O_2 3 %/30 %.

Cara kerja: Netralkan larutan contoh yang mengandung 1 - 3 mgr. Mo dengan larutan NaOH 10 % dan 5 ml kelebihan. Encerkan atau pekatkan sampai 40 ml. Tambahkan 2 ml larutan H_2O_2 jika warna yang timbul kurang jelas, gunakan 2 ml larutan H_2O_2 30%. Encerkan sampai 50 ml dan bandingkan dengan standart atau baca % T-nya pada 330 mμ.

URANIUM DENGAN H_2O_2

Prinsip : Reaksi antara U IV dengan H_2O_2 dalam larutan alkali karbonat menghasilkan warna kuning.

Ion2 Pengganggu:

Ion Flourida dan Phospat dalam jumlah besar mengganggu penetapan.

Deteksi minimum: 0,2 mgr Uranium.

P e r e a k s i :

1. Larutan 10 % $NaCO_3$.
2. Larutan H_2O_2 30 %.

Cara kerja :

Netralkan larutan contoh yang mengandung 0,2 - 0,8 mgr Uranium oksida U_3O_8 , encerkan sampai 15 ml. Tambahkan 5 ml lart. Na_2CO_3 , tambahkan 0,2 ml larutan H_2O_2 , campurkan baik-baik. Encerkan sampai 25 ml, bandingkan dengan standart atau baca % T-nya pada 450 m μ

URANIUM DENGAN THIOCYANAT.

Prinsip : Uranium dalam jumlah yang kecil menghasilkan warna kuning dengan Thiocyanat.

Ion2 Pengganggu:

Ion thorium sampai 10.000 kali jumlah Uranium tidak mengganggu penetapan, ion besi tidak usah dipisahkan jika ditambahkan $SnCl_2$. Asam - sampai pH = 1,0 tidak mengganggu. Ion Cu akan menghasilkan kekeruhan atau endapan, tetapi dapat dipisahkan, Ion Mo mengganggu penetapan .

Deteksi minimum: 0,05 mgr U.

Pereaksi2:

1. Larutan HCl 1 : 3 .
2. Larutan 10 % $SnCl_2$ dalam HCl 1 : 10
3. Larutan asam thiocyanat 50 %.

Cara kerja :

Netralkan larutan contoh yang mengandung 0,05 - 1 mgr uranium. Pekatkan sampai kurang dari 25 ml bila perlu, pindahkan kedalam labu takar 25 ml. Tambahkan 1 ml HCl 1 : 3 dan 2 ml larutan $SnCl_2$ dan 7 ml larutan asam thiocyanat dan encerkan sampai tanda. Baca % T-nya pada 500 m μ atau bandingkan dengan standart.

EMAS (Au) DENGAN MERCURO CHLORIDA.

Prinsip : Bila tidak ada ion2 pengganggu, reduksi oleh $HgCl_2$ atas ion Au sesuai dengan jumlah ion Au yang ada.

Ion2 Pengganggu:

Ion2 Arsenat, Pt, Pd, Sc, Te, dan J_2 , biasanya ikut terendapkan tetapi dengan kontrol kondisi dapat dihindarkan. Ion2 NO_3 , garam2 per oksida, alkali bebas hipo phospat, dan sejumlah besar Cu II dan Fe III mengganggu penetapan karena sifat oksidatornya.

Deteksi minimum: 0,00005 mgr Au.

Pereaksi ; 1. Larutan HCl 1 : 50
2. Kristal $HgCl_2$.

Cara kerja :

Jika ada Poladium, Pt, Sc, Te, dan As dalam contoh, tambahkan - 1 % asam oksalat kedalam larutan contoh, rendam dalam HCl 1:50 sampai pengendapan sempurna. Saring, saringan dapat dipergunakan sebagai contoh penetapan ; Pd, Pt, Sc, Te dan As. Endapan dilarutkan kembali kedalam (dengan) HCl 1: 50 yang telah dijonuhkan dengan Cl_2 . Didihkan untuk menghilangkan kelebihan Cl_2 . Bila dalam contoh tidak mengandung logam2 diatas maka perlakuan dengan asam oksalat tidak perlu. Atur suhu larutan $45^{\circ}C$ dan pindahkan 5 ml contoh kedalam tabung Nessler, tambahkan 0,1 gr. $HgCl_2$, campurkan baik2, biarkan mengendap, bandingkan dengan standrt. Warna yang diperoleh adalah sebagai berikut :

Au dalam mgr.	Warna $HgCl_2$.
0,20	Ungu gelap.
0,10	" merah muda.
0,05	Merah muda ungu muda.
0,02	Merah tegas.
0,002	Merah muda lemah.
0,0002	" Syrt lemah.
0,00005	Hampir tak berwarna.

PLATINA DENGAN REDUKSI OLEH $SnCl_2$

Prinsip : Platina dalam larutan dapat ditetapkan dengan reduksi atas larutan asam Platina chlorida berubah warna kuning sampai orange dari ion chroplatina.

Ion2 Pengganggu:

Pladium memberikan reaksi yang sama, tetapi dengan membuat lart. contoh basa dengan amonia, kemudian diasamkan dengan HCl 1 : 12, dapat dihindarkan. Pereaksi akan mengendapkan Emas (Au) bila jumlahnya -- besar.

Deteksi minimum: 0,01 mgr. per ml.

P e r e a k s i :

1. Larutan SnCl_2 : larutkan 5 gr kristal SnCl_2 dalam 10 ml --
lart. HCl yang mengandung 33 ml HCl pekat /l.
2. Larutan HCl 1 : 1.

Cara kerja:

Pindahkan larutan contoh yang mengandung 0,005 - 0,05 mgr Pt kedalam labu takar 25 ml, netralkan kemudian tambahkan 1 ml. HCl 1 : 1. Buat pula standarnya. Encerkan masing-masing 2 sampai 22 ml, dan tambahkan 1 ml larutan SnCl_2 . Encerkan sampai tanda. Bandingkan dengan standart atau baca % T-nya sesudah 15 menit pada filter biru.

CU DENGAN ASAM RUBIANAT

Prinsip : Asam Rubianat, dithio Oxamida menghasilkan warna hijau --
olive dari pada Cu dalam larutan asam asetat.

Ion2 Pengganggu:

Dalam larutan ammonia Cu, Ni dan Co akan terendapkan. Kestabilan warna koloido dapat ditingkatkan dengan menambahkan larutan gelatin atau gum arabic. Bismuth tidak mengganggu penetapan tetapi Pb, Sn, Sb, Fe harus diikat, sebagai kompleks, misal dengan asam Nitrat.

Deteksi minimum : 0,1 mgr. Cu

P e r e a k s i :

1. Indikator methyl orange.
2. Buffer asetat : 40 ml asam asetat glasial dan 40 gr.
Am. Asetat dilarutkan menjadi 100 ml.
3. Larutan asam Rubianat 0,1 % dalam alkohol absolut.

Cara kerja:

Pindahkan larutan contoh yang mengandung 0,05 - 0,4 mgr Cu atas indikator MO. Encerkan sampai 90 ml. dan tambahkan 5 ml larutan buffer dan 1 ml larutan Rubianat, Encerkan sampai tanda, campurkan baik Baca % T-nya dalam 2 - 3 menit pada lambda 550 m μ , bila banyak ion2 mengganggu dan pada 400 m μ bila sedikit ion pengganggu, atau bandingkan dengan standrt.

Pb DENGAN SULFIDA.

Prinsip : Ion Pb dalam jumlahnya yang kecil tidak membentuk endapan dengan sulfida, tetapi membentuk koloidal yang berwarna -- coklat.

Ion2 Pengganggu:

Penambahan bahan stabilisator koloid seperti gelatine tidak hanya menstabilkan koloid, tetapi juga meningkatkan intensitas warnanya. Ion-2 lain yang membentuk endapan dengan sulfida harus tidak ada dalam contoh, atau dengan mengikat sebagai kompleks. Misalnya Cu dan Fe dapat diikat dengan Cyanida.

Deteksi minimum : 0,005 mgr Pb.

Pereaksi : 1. Larutan NH_4OH 1 : 1
2. Larutan KCN 10 %
3. Larutan tak berwarna sulfida.

Cara kerja:

Kedalam masing2 standar dan contoh dalam labu takar 50 ml ditam-
bahkan larutan NH_4OH 1 : 1 sampai netral berlebihan 3 ml kemudian
1 ml larutan KCN. Campur baik2 dan encerkan sampai 45 ml dan tam-
bah 1 ml lart. Na_2S , encerkan sampai tanda, bandingkan dengan --
standar atau baca % T-nya.

B E S IA. Dengan O-Penantrolin.

Prinsip: Besi dalam bentuk Fe II akan bereaksi dengan O-Penantrolin.
pada pH 3,2 - 3,3 membentuk kompleks penantrolin yang berwarna
merah orange.

Ion2 Pengganggu:

Dengan menggunakan pereaksi berlebihan, pengaruh ion2 Cd dan Hg (sampai
2 ppm) dapat diabaikan, ion2 asetat, Cl, ClO, Br, S, NO_3 , SO_4 , SO_3 , CuS,
Nitrit, As, Arsenat, Al, Ca, Ba, Sb, Mn, Pb, Mg, NH_4^+ , K, Na, dan Li
tidak mengganggu pereaksi. Jika contoh berwarna atau mengandung bahan --
organik perlu diasamkan dan diabukan kemudian dilarutkan kembali dengan
HCl 1 : 1.

Deteksi minimal:

Presedur ini bisa memeriksa ant. 0,02 -.4 ppm.

Bahan2 pereaksi:

1. HCl pekat.
2. Larutan Hydroxylamin hidroklorida larutan 10 gr. $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$
kedalam 100 ml air suling.
3. Larutan O Penantrolin; larutan 0,25 gr. 1.10 penantrolin

mononitrat $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ kedalam 100 ml, kemudian tetesi dengan HCl pekat sebagai pengawet.

4. Larutan asam Sitrat 25 %. Larutan 25 gr asitrat kedalam 100 ml air.

Cara kerja:

Pindahkan larutan yang mengandung 0,02 - 0,25 mgr Fe kedalam labu takar 50 ml, tambahkan 1 ml larutan Hydroxylamin hidrochlorida. Biarkan 10 menit, tambahkan 5 ml larutan as.sitrat dan 2 ml larutan 0 - Penantrolin, encerkan sampai tanda dengan air. Kocok rata, baca % T-nya . atau bandingkan dengan standrt setelah 15 menit.

B. DENGAN 8-HIDROXYQUINOLINAT.

Prinsip : Senyawaan besi dari 8-Hidroquinlinat berwarna hijau gelap-- yang intensitasnya sesuai dengan konsentrasi besinya.

Ion2 Pengganggu:

Ion2 Mn, Al, Cu, dan Zn bereaksi pula dengan pereaksi tetapi pada kondisi pengendapan besi (pH - 5) tidak ikut terendapkan.

Deteksi minimum : 0,005 mgr.

- Bahan pereaksi :
1. As. Asetat Glasial
 2. Larutan indikator Metil merah; larutan 0,2 gr. kristal M kedalam 100 ml atanol.
 3. Larutan Na oksalat 2 %; larutan 2 gr Na oksalat kedalam 100 ml air.
 4. Larutan 8 Hydroxyquinoline ; larutan 2,5 gr. 8-Hydro quinoline kedalam As. Asetat Glasial.
 5. Larutan NaOH 5 %; larutan 5 Gr. NaOH (kristal) kedalam 100 ml air.
 6. Etanol 95 %.

Cara kerja:

Pindahkan larutan contoh yang mengandung 0,005 mgr - 0,1 mgr besi kedalam tabung pemusing, tambahkan 3 tetes As.Asetat Glasial dan larutan-- 3 tetes indikator, dan 1 ml larutan Na-Oksalat. Kemudian tambahkan larutan NaOH 5 % sampai perubahan warna indikator. Kemudian tambahkan 2 ml larutan 8-Hydroxyquinoline, dan tetes demi tetes larutan NaOH 1 % sampai warna indikator berubah lagi. Kemudian panaskan atas penangas air selama 10 menit, pusingkan panas-2, dekantasi dan cuci dengan air 2(dua) kali. Larutan endapan dengan etanol 95 % sambil ditambahkan 1-2 tetes NaOH 1 % encerkan sampai 50 ml. Bandingkan dengan standr atau Baca % T-nya pada = 470 mμ atau 570 mμ

M A N G A N.

Prinsip : Larutan Mn akan dioksidasi menjadi MnO_4 dalam larutan asam Nitrat oleh KJO_3 atau NaJO_3 berlebihan. Warna yang dihasilkan stabil untuk beberapa waktu.

Ion-2 Pengganggu:

Adanya ion Cu dalam contoh sampai 5 % tidak mengganggu, diantaranya juga Ni dan CO. Banyak - bahan2 yang bisa digunakan untuk mengoksidasi Mn menjadi MnO_2 . Untuk contoh2 rumput2an, biji2an, kapas, dianjurkan menggunakan Pb Oksida dalam as. Nitrat, dimana kelebihan PbO harus dipisahkan dengan sedimentasi. Contoh yang mengandung CuSO_4 tinggi dianjurkan menggunakan Na-hipochlorid untuk mengoksidasi. Tetapi ada gangguan warna dari ion besi dianjurkan untuk mengoksidasi pada suasana basa.

Deteksi minimum : 5 grM

Bahan Pereaksi :

1. Kristal Na peryodat
2. H_2SO_4 , HNO_3 , dan H_3PO_4 pekat
3. Kristal AgNO_3
4. Hidrogen peroksida.
5. Ammonium persulfat kristal.
6. Pereaksi Spesial : Larutkan 75 gr HgSO_4 didalam 400 ml HNO_3 pekat dan 200 ml air. Tambahkan 200 ml H_3PO_4 pekat (85%) dan 0,035 gr AgNO_3 encerkan dan dinginkan sampai 1 Liter.

A. Oksidasi dengan persulfat:
Kedalam 100 ml larutan contoh ditambah 5 ml pereaksi special, dididihkan sampai 90 ml tambahkan 1 gr. Am.persulfat, dididihkan lagi - selama 1 - 2 menit (jangan panaskan diatas penangas air). Pindah dari pemanas, dinginkan dan encerkan sampai tanda (100 ml). Bandingkan dengan standar atau baca % T-nya pada lambda 525 mμ

B. Oksidasi dengan peryodat:

Perlarutan mula dalam contoh:

Untuk menghilangkan Cl^- atau lain2 pereduksi seperti bahan2 organik, kedalam catch larutan ditambah 5 ml H_2SO_4 pekat dan 5 ml HNO_3 pekat sambil diaduk uapkan sampai timbul uap SO_3 . Dinginkan dan tambah 85 ml air dan dinginkan lagi. Tambahkan 5 ml HNO_3 pekat dan 5 ml H_3PO_4 pekat dan campurkan. Selanjutnya lihat bab Oksidasi;... tambah 0,3 gr KJO_4 .

Oksidasi; Kedalam larutan contoh ditambah 5 ml H_2SO_4 pekat, campurkan rata2 dan dinginkan. Tambah 5 ml HNO_3 dan 5 ml H_3PO_4 dan campurkan. Dididihkan sampai 90 ml. Dinginkan tambahkan 0,3 gr KJO_4 atau 0,5 gr. $\text{Na}_2\text{H}_2\text{JO}_6$.
Jika jumlah Mn kurang dari 0,01 mgr. juga ditambah 20 mgr

AgNO_3 . Panaskan sampai mendidih dengan mengaduk 10 menit (1 jam bila perlu). Dinginkan, encerkan 100 ml air bebas bahan - pereduksi. Bandingkan dengan standar atau baca % T-nya pada --
lanta : 525 m μ

Koreksi bila ada gangguan larutan atau warna:

Tidak dianjurkan penyaringan, karena ditakutkan sebagai Per manganat tertinggal dalam kertas saring, jika cuma dilakukan perbandingan secara virsuil, efek keseluruhan bisa diperkirakan, dan tidak ada koreksi untuk gangguan warna.

Bila digunakan spektrophotometer, sebelumnya harus ditambahkan 0,05 - ml larutan H_2O_2 kedalam larutan yang dipakai, baru dibaca % T nya.

Zn (Zinkum).

A. Dengan dithizon:

Prinsip : Hampir 20 macam logam bereaksi dengan diphenylthio karbozon (dithizon) menghasilkan senyawaan kompleks yang berwarna (dithizonat), dan dithrizonat ini mudah diekstrak dalam pelarut2 organik seperti CHCl_3 atau CCl_4 .

Ion $^{+}$ Pengganggu:

Pada reaksi Zn - dithizon pada pH 4,0 - 5,5 dan perambahan sedikit larutan TiO atau KCN logam2 lain akan tersisih. Bila logam2 Cu, Pb, Hg, Bi, Ca Sn, Mn berjumlah sampai 10 kali lipat jumlah Zn dan Cd sampai 5 kali maka pemeriksaan dapat menggunakan Na diethyl dithio karbomat dalam larutan NH_4OH 0,07 % untuk mengikat logam2 tersebut. Sedangkan gangguan dari logam2 Fe, Ca dan Phosphat dapat dieliminir dengan penambahan buffer Sitrat.

Bahan Pereaksi:

1. Larutan standar Zn : larutkan 0,1000 gr. logam Zn (30 mesh) dalam 1 ml larutan HCl 1 : 1 encerkan menjadi 1 ltr. dengan air bebas Zn, larutan ini mengandung 0,100 mgr. Zn per 1,00 ml larutan. Untuk larutan standr, diencerkan 100 kali, dimana 1 ml larutan mengandung 1,00 μgr Zn.
2. Buffer asetat pH 4,0 - 4,5 ; 50 larutan Na asetat 2 N ditambah 50 ml As.Asetat 1 : 1 ekstrak dengan 10 ml larutan dithizon - sampai ekstrak terakhir tetap berwarna hijau.
3. Larutan 25 gr. tio kedalam 100 ml air bebas Zn, ekstrak dengan ditizion.
4. Larutan ditizion (1); Larutkan 0,1 gr. ditizon kedalam 1 l tetra simpah dalam lemari es.

Catatan: Untuk memeriksa apakah larutan masih baik, bila telah disimpan lama; kocok 10 ml. dengan 10 ml larutan NH_4OH 1 : 9 gr. Jika lapisan CCl_4 berwarna kuning muda, berarti pereaksi masih baik kondisinya.

5. Larutan ditizon (II): Encerkan larutan dithison I sepuluh kali
6. Karbon tetrachlorida.

Cara kerja :

Kedalam 10 ml. contoh dalam labu pemisah ditambahkan 5,0 buffer asetat dan 1 ml lart. tio dan campurkan. Tambahkan 10 lart. dithizion (II) - ditutup, dikocok 2 menit. Biarkan sampai lapisan tetra memisah. Pindah kan lapisan tetra kedalam kuvet untuk kemudian dibaca % T-nya pada panjang gelombang 535 $\text{m}\mu$, bila sisa dithizion yang dipakai blanko 10 % T, pada panjang gelombang 620 $\text{m}\mu$. Bila perbandingan secara visual .

Kandungan Zn mgr.	Warna :
0 (blanko)	hijau.
1	biru.
2	ungu biru.
3	ungu
4	ungu merah
5	ungu merah.

B. Dengan $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$

Prinsip : Intensitas warna opal yang dihasilkan reaksi Zn dengan larutan $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ sesuai dengan konsentrasi garam, asam dan perbandingan $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ dengan Zn.

Ion2 Pengganggu:

Besi dan Cu harus tidak ada dalam contoh, tingkat Keasaman contoh harus tepat.

Deteksi minimum : 0,02 mgr.

- Bahan pereaksi :
1. Larutan HCl pekat.
 2. Larutan $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$: 3,5 %: larutkan 3,5 gr $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ kedalam 100 ml air.
 3. Larutan NaOH 1N.

Cara kerja :

Kedalam 10 - 25 ml larutan contoh yang mengandung 0,02 - 0,2 mgr. Zn dipindahkan kedalam tabung Nessler atau labu takar 50 ml, netralkan dengan larutan NaOH, kemudian ditambahkan 1/3 volumenya HCl pekat. Tambahkan air sampai 45 ml, dan tambahkan 5 ml larutan K_4FeCN_6 campurkan rata2, bandingkan dengan standar atau dibaca % T nya pada lamda : 400 $\text{m}\mu$

CHROMIUM DENGAN DIPHENIL CARBAZIDA .

Prinsip : Pada larutan asam S-diphenil karbosid membentuk senyawaan yang berwarna ungu merah, dengan Cr IV yang mempunyai absorpsi maksimum pada lambda : $540 \mu\text{m}$.

Ion2 Pengganggu:

Ion Mn akan mengganggu penetapan karena membentuk koloid yang berwarna ungu dengan pereaksi, tetapi bila jumlahnya kurang dari 1 gr/100 ml dan perbandingannya dengan Cr VI kurang dari 10, bisa diabaikan. Ion-2: Hg, Ag, Cu, Pb dan Zn pada jumlah yang besar akan mengganggu - juga ion2 Co dan Ni terutama bila pH tinggi. Bila ion2 Vanadium sampai 10 kali lebih besar dari pada Cr VI, dapat dipisahkan dengan pengendapan dengan 8-hidroxyquinolin.

Deteksi minimal : 0,0005 mgr. Cr VI (0,5 μgr)

Bahan pereaksi :

1. Larutan standar Cr VI.
2. Larutan NaOH 8% : larutan 8 grm kristal NaOH kedalam 100 ml air bebas Cr. VI.
3. Larutan 2,5 % 8-hidroxyquinolin : larutan 2,5 gr-8 hidroxyquinolin dalam larutan as.asetat 1:8.
4. Chloroform.
5. Larutan pereaksi S-diphenyloribazid : larutan -- 4 gr as.aksalat bebas air dan 0,25 gr-S-diphenyl-kribazid dalam 100 ml etanol 95 %.
6. Larutan H_2SO_4 1 : 5.

Cara kerja :

Pindahkan larutan contoh yang mengandung ion Cr antara 0,0005 - 0,015 mgr. kedalam labu takar 100 ml, encerkan menjadi kira2 60 ml, netralkan atas indikator Mo dengan larutan NaOH, tanpa menambahkan larutan indikatornya (pH meter). Bila contoh mengandung ion V, tambahkan 0,1 larutan Hidroxyquinolin. Kemudian ekstrak dengan 2 ml Chloroform sampai ekstrak tak berwarna. Saring untuk menghilangkan sisa CHCl_3 . Kedalam larutan contoh yang netral tambahkan 3,3 ml. larutan H_2SO_4 1 : 5 dan pindahkan kedalam labu takar, tambahkan 1 ml. pereaksi diphenil karbosid, encerkan sampai tanda. Bandingkan dengan standar atau % T-nya pada lambda : $540 \mu\text{m}$ setelah 15 menit.

B. Cr Sebagai Chromat atau dichromat.

Prinsip.: Oksidasi ion Cr menjadi Chromat atau di chromat, dapat mengis-
timat jumlah ion Cr dalam contoh.

Ion2 Pengganggu:

Ion2 Mn, Wf, V, tidak mengganggu penetapan, begitu juga warna kuning --
dari Uranium atau Cerium. Warna biru dari Cu dapat dieliminir dengan --
pembacaan % T nya dalam larutan asam perchlorat, dimana ion Fe III ti-
dak mengganggu karena Fe-perchlorat tidak berwarna. Bila larutan contoh
mengandung larutan Mn, sebagai pemanganat, dianjurkan untuk membaca % -
T nya pada panjang gelombang 450 $m\mu$

Bahan pereaksi :

1. Etanol 95 %
2. Larutan H_2O_2 30 %
3. Larutan NaOH 4 %; larutan 4 gr. NaOH kristal
kedalam 100 ml air.

Cara kerja :

A. Sebagai Chromat:

Umumnya dipergunakan untuk larutan contoh yang basa yang mengandung
ion Cr antara 1 - 10 mgr. Bila ion Mn positif, tambahkan beberapa--
tetes etanol 95 % untuk mereduksi $MnO_4 \cdot H_2O_2$ dapat juga diperguna--
kan untuk maksud itu dalam larutan asam. Tempatkan larutan contoh--
kedalam labu takar atau tabung Nessler, buat basa dengan larutan --
NaOH dan encerkan sampai tanda, kemudian baca % T-nya pada Lambda :
370 $m\mu$

B. Sebagai di-Chromat.

Larutan contoh yang mengandung Cr 0,002 - 0,05 gr, jika basa, ne--
tralkan. Encerkan sampai 50 ml, Bila tak mengandung ion Ni dan Co--
langsung pindahkan kedalam tabung pambanding atau labu takar 100 ml.
Buat larutan blanko yang mengandung pereaksi yang sama. Masing2 ke-
dalamnya ditambahkan 20 ml H_2SO_4 1 : 3. Kosentrasi yang bagus ada-
lah 0,1 % larutan yang mengandung 0,00353 gr. Cr per ml. Jika ada
ion2 Ni atau Co pindahkan contoh kedalam labu, panaskan hingga men-
didih dan tambahkan larutan NaOH 4 % sampai endapan memisah, tam-
bahkan berlebihan. Dinginkan, tuangkan kedalam labu pemisah, dan -
diteruskan seperti diatas,.... Masing2 kedalamnya ditambahkan 20 -
ml dst.

Pb. (P l u m b u m).

Prinsip : Larutan dithizon dalam tetra (CCl_4) mengekstrak ion Pb dalam larutan basa, membentuk kompleks Pb dithizonat yang berwarna merah, dimana intensitasnya sesuai dengan konsentrasi Pb dalam larutan.

Ion2 Pengganggu:

Ion2 Ferri cenderung untuk mengoksidasi pereaksi dan adanya ion Al -- mengganggu penetapan, sedang ion Ti menghambat pengembangan warna, ion2. Dengan ekstraksi Pb pada pH 9 - 10 dan adanya ion Cu, menghindarkan -- gangguan-2 dari ber-macam2 ion kecuali ion Bismuth. Efek oksidasi ion ferri dapat ditahan dengan reduksi dengan hidroxylamine hidroklorida. Gas SO_2 sekali gus mencegah oksidasi pereaksi dan mereduksi ion2 ferri dan mengoksidasi ion-2 S. Kadang2 bila Sn terlalu banyak perlu dihilangkan dengan pengabuan dengan HNO_3 untuk mengubah menjadi asam irotostanat.

Deteksi minimum : 0,001 mgr.

Bahan Pereaksi :

1. Larutan Ammonium sitrat 50 % pH = 8,5 - 9,0 : ekstrak larutan ini dengan 10 ml larutan dithion - sampai bebas Pb.
2. Larutan Hydroxylamin hidroklorida : Larutan 20 gr. Hydroxylamine hidroklorida kedalam 65 ml air bebas Pb. buat basa atas indikator Thymol-blue dengan larutan NH_4OH , ekstrak dengan pereaksi dithion hingga bebas Pb kemudian encerkan -- hingga 100 ml.
3. Larutan indikator Thymol blue : larutkan 0,1 gr. kristal indikator kedalam 100 ml air bebas Pb.
4. Larutan NH_4OH pekat.
5. Larutan 10 % KCN : larutkan 10 gr. kristal KCN kedalam 100 ml air bebas Pb.
6. Larutan HNO_3 1 : 99.
7. Pereaksi amonicyanda sitrat larutkan dalam 500 ml NH_4OH pekat, tambahkan 10 gr. as. sitrat dan encerkan menjadi 1 liter dengan air bebas Pb.
8. Larutan dithizon : larutkan 0,05 gr dithizon kedalam 1 liter tetra (CCl_4) dan disimpan kedalam botol yang gelap dan -- lemari es. ⁴

Cara kerja :

Pindahkan larutan contoh yang mengandung 0,001 - 0,005 mgr. Pb, asamkan atas indikator M.O. dengan HNO_3 pekat berlebihan 1 ml. encerkan atau dipekatkan menjadi 25 ml didalam labu pemisah, tambahkan 10 ml. Ammonium Sitrat 2 ml larutan Hydroxylamin Hidrokloroda, dan teteskan

5 tetes larutan indikator Tmol blue, buat basa dengan NH_4OH pekat, kemudian dengan hati-hati ditambahkan 4 ml larutan KCN dan atur $\text{pH} = 8,5 - 9,0$ (warna hijau muda) dengan larutan HNO_3 1 : 99, kemudian ekstrak dengan 5 ml pereaksi dithizon, sampai larutan ekstrak terakhir tetap hijau. Kedalam gabungan ekstrak-ekstrak itu ditambahkan 20 ml larutan HNO_3 1 : 99 kocok 1 menit kemudian ambil lapisan ekstrak asam, encerkan dengan HNO_3 1 : 99 sampai 50 ml kemudian tambahkan 4 ml pereaksi amoniumcyanidisitat, dan 5 ml larutan dithizon, kocok 1 menit, ambil lapisan tetraanya kedalam sel pembanding atau baca % T-nya pada panjang gelombang 510 m. Untuk blanko penggunaan air bebas Pb dengan perlakuan yang sama.

B. SECARA TURBIDIMETRIS DENGAN Na-BISULFIT.

Prinsip: Didalam larutan contoh yang mengandung ion2 Cu, Fe, Al, Ag, Ca, dan Mg ion2 Pb dapat diperkirakan jumlahnya secara turbidimetris yang dihasilkan dengan reaksi dengan NaHSO_3 .

Ion-2 pengganggu:

Ion Ba mengganggu penetapan karena membentuk endapan BaSO_4 dengan pereaksi. Ion Ba dapat dipisahkan dengan pengendapan dengan H_2SO_4 dan dipusingkan.

Deteksi minimum: 1 mgr/liter larutan contoh.

Bahan-2 Pereaksi:

- Larutan Na bisulfit 2 % ; larutan 2 gr. NaHSO_3 kedalam 100 gr. air.
- Larutan standar Pb.

Cara kerja:

Kedalam 50 ml larutan contoh ditambahkan 50 ml larutan Na bisulfit yang baru saja dibuat. Kocok 2 - 3 menit dan bandingkan kekeruhannya dengan standar, atau dibaca % T-nya dengan panjang gelombang : 400 m μ

B A R I U M :

A. Sebagai Ba Chromat:

Prinsip: Dengan pengendapan ion2 Ba dengan Ammonium atau kalium chromat kemudian melarutkan lagi endapan dalam asam, akan dapat diperkirakan jumlah ion Ba dalam contoh.

Ion2 Pengganggu: Adanya ion2 : Na, K, Ca, Mg, tidak mengganggu penetapan.

Deteksi minimum: 0,01 mgr. Ba.

Bahan-2 Pereaksi :

1. Larutan NaOH 20 %
2. Asam Asetat glasial.
3. Ammonium Asetat 30 %
4. Larutan Ammonium atau K-dichromat 10 %.
5. Larutan HCl 1 : 1
6. Larutan standar Ba : larutan 1,778 gr $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ kedalam 1 liter air, dimana larutan ini mengandung 1,000 mgr Ba^{++} .

Cara kerja :

Netralkan larutan contoh yang mengandung $\frac{1}{2}$ 0,01 mgr. Ba dengan larutan NaOH 20 % Tambahkan 3 tetes As. Asetat glasial dan 10 ml larutan Ammonium asetat 30 %. Panaskan sampai mendidih dan tambahkan tetes demi tetes larutan Ammonium/Kalium dichromat 10 % hingga tak terbentuk endapan lagi, tambahkan kelebihan 10 tetes. Panaskan atas penangas air selama 30 detik, dekantasi dan cuci dengan air panas. Endapan disaring dan dilarutkan dengan 10 ml HCl 1 : 1 dan encerkan sampai 100 ml. Bandingkan dengan standar, atau bacalah % T nya pada filter biru .

B. Secara Turbidimetris.

Prinsip dan cara kerja : Lihat penetapan SO_4 secara turbidimetris.

CU (CUPRUM) / TELAGA.

A. Dengan Pereaksi Dithizon:

Prinsip : Ion² Cu dalam suasana asam akan bereaksi dengan dithizon membentuk senyawaan kompleks Cu dithizonat yang berwarna ungu- merah.

Ion2 Pengganggu:

Ion besi mengganggu pada konsentrasi 50 mgr/liter, tetapi dapat dieliminir dengan ekstraksi dengan ether. Larutan dithizon dalam CCl_4 atau CHCl_3 pada pH kurang dari 3(tiga) tidak akan mengekstrak logam² : Au, Pb, Tn, Ag, Bi, Sn dan Cu, juga logam² Zn, Ca, dan Bi sedangkannya berlebihan. Dengan oksidasi Sn menjadi ion stanat, gangguan yang mungkin timbul bisa dihilangkan, demikian juga gangguan dari Bi yang mungkin timbul dapat dihilangkan bila ekstrak CCl_4 diekstraksi dengan KJ asam. Juga gangguan dari besi bisa dicegah bila direduksi menjadi Fe II dengan Hidrozone Sulfat.

Deteksi minimum: 0,001 mgr.

Bahan-2 Pereaksi :

1. Larutan H_2SO_4 1 : 10
2. Larutan dithizon 6 mgr/100 ml CCl_4
3. Larutan Tio : 0,7 % dalam air.
4. Larutan standar Cu : Larutan 1,9645 gr. $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ dalam 500 ml air bebas Cu, dimana 1 ml. larutan mengandung 1 mgr. Cu.

Cara kerja :

Pindahkan larutan contoh yang mengandung 0,001 - 0,005 mgr. Cu kedalam cawan penguap, tambahkan 10 ml H_2SO_4 1 : 10. Panaskan hingga keluar uap (gas) SO_3 , didinginkan dan tambahkan air sampai 20 ml. Pindahkan kedalam labu pemisah. Kocok dengan 5 ml larutan dithizon 2 menit sampai ekstrak terakhir tetap berwarna hijau. Gabungan (kumpulan) ekstrak Cu dithizonat ditambah 20 ml. CCl_4 , ekstrak dengan 5 - 10 ml larutan tio 0,7 % untuk mereduksi ion Feri yang ada. Bandingkan lapisan CCl_4 atau baca % T-nya pada panjang gelombang : 510 atau 625 m μ .

B. Dengan $K_4Fe(CN)_6$

Prinsip: Jumlah Cu dalam larutan encer As. Asetat dapat diperkirakan berdasarkan intensitas warna yang ditimbulkan oleh reaksi dengan $K_4Fe(CN)_6$.

Ion-2 Pengganggu:

Bila pH larutan terlalu rendah, warna menjadi coklat, dan bila terlalu tinggi warnanya menjadi pucat. Variasi jumlah as.asetat, suhu sampai 10 - 50°C tidak mempengaruhi reaksi; meningkatkan jumlah garam : $AsNO_3$, KNO_3 , dan $NaCl$ meningkatkan sensitivitas reaksi hingga 0,4 ppm. Bila ada ion Pb dalam contoh maka sulfat harus negatif dan ammonium asetat harus kurang dari 10 kali. Ion Zn masih bisa diabaikan -- sampai jumlah 1000 kali jumlah Cu dalam contoh.

Deteksi minimum : 0,4 ppm.

Bahan-2 pereaksi :

1. Larutan NH_4OH 1 : 1
2. Larutan As. Asetat 2 %; Encerkan 3 kali larutan as,asetat
3. Larutan Ammonium Asetat 10 %.
4. Pereaksi $K_4Fe(CN)_6$: satu bagian larutan 0,2 % $K_4Fe(CN)_6$ tambah 99 bagian larutan $NaOH$ 0,04 %
5. Larutan gelatin 1 %.

Cara kerja:

Bila contoh larutan asam, netralkan atas lakmus dengan larutan NH_4OH encerkan atau pekatkan hingga 20 ml. tambahkan 5 ml larutan As. Asetat dan 5 ml larutan ammonium asetat 10 % dan 10 ml larutan pereaksi $K_4Fe(CN)_6$. Reaksi harus dilaksanakan dalam gelap (bebas sinar).

NH₄ (NESSLERISASI LANGSUNG).

Ion2 pengganggu:

Deteksi minimum :

Bahan Perekaksi :

- Pereaksi:
1. Zn sulfat 10 %: larutan 100 gr. $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dalam 1 liter - air bebas ammonia.
 2. Larutan NaOH 6 N: larutan 240 gr. NaOH dalam 500 ml air bebas ammonia, encerkan jadi 1 liter.
 3. Pereaksi stabilisator:
 - Larutan EDTA: larutkan 50 EDTA dalam 60 ml air bebas ammonia yang mengandung 10 gr. NaOH encerkan menjadi 100 ml
 - Larutan garam Rochelo: larutkan 50 gr Kalium Natrium tartrat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dalam 100 ml air bebas ammonia. Larutan ini biasanya mengandung ammonia (dari garamnya) untuk itu 30 ml larutan dididihkan setelah dingin, encerkan sampai 100 ml.
 4. Pereaksi Nessler: Larutkan 50 gr KJ dalam 35 ml air bebas ammonia terbentuk endapan merah. Tambahkan 400 ml larutan jeram 36 % NaOH atau 50 % KOH. Encerkan menjadi 1 liter, diamkan sebentar, dekantasi. Penggunaannya biasanya 1 ml. - tiap 2 ml larutan contoh akhir. /-ammonia, pelan2 tambahkan larutan jenuh HgCl_2 sampai ...
 5. Air bebas ammonia.
 - a. Cara destilasi: tambahkan 2-5 mgr/ltr air brom atau Chlor, kedalam air suling, disuling kembali. dimana 100 ml sulungan pertama harus dibuang.

- b. Ion Exchanger : kocok baik-2 $4\frac{1}{2}$ ltr. air suling dengan 10 gr. "Strong kation Exchanger" atau secara kolom.

Cara kerja:

Kedalam 100 ml contoh ditambah 1 ml larutan Zn sulfat, campur tambah 0,4 sampai 0,5 ml. larutan NaOH untuk membuat pH 10,5 diaman beberapa menit sehingga endapan mengendap. Pusingkan atau diklarifikasikan kemudian disaring, buang 25 ml saringan pertama. Kedalam 50 ml saringan, ditambah 1 tetes larutan EDTA atau 2 tetes larutan garam Rochelle campurkan baik-2. Tambahkan 2,0 ml pereaksi. Nessler (bila menggunakan EDTA), atau 1,0 ml pereaksi Nessler (bila menggunakan larutan garam Rochelle), campur baik-2. Kemudian bandingkan dengan standar atau baca % T-nya pada panjang gelombang 400 atau 425 m μ .

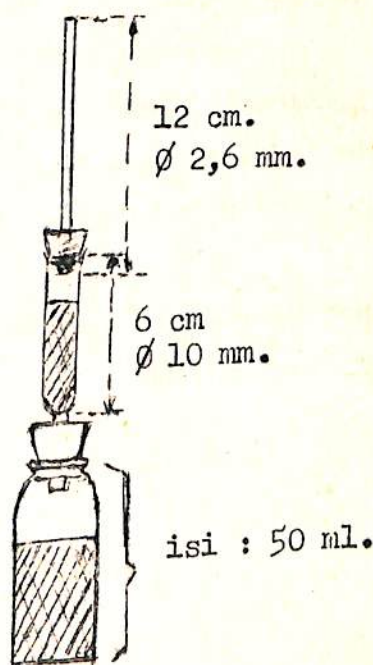
A R S E N A T.

Cara Mercuri Bromida/Chlorida :

Prinsip: Arsen dapat dibebaskan sebagai AsH_3 oleh logam Zn dalam larutan asam dalam alat generator Gut-Zeit. Arsen bebas akan membentuk warna kuning sampai coklat pada kertas test (saring) yang telah dicelup dalam larutan $HgBr_2$ atau $HgCl_2$ dalam etanol.

GAMBAR :

Generator Gutzeit untuk penetapan Arsen.



Ion2 Pengganggu:

Logam antimon memberikan reaksi yang sama bila jumlahnya lebih besar dari 0,10 mgr.

Deteksi minimum : 1 μ gr As.

Bahan2 pereaksi :

1. Larutan asam sulfat 1 : 1
2. Larutan asam nitrat pekat.
3. Larutan timbal asetat 10 % : larutan 10 gr. Pb. Asetat $3H_2O$ kedalam 100 ml air suling.
4. Kertas Mercuri Bromida. Kertas ukuran 2,5 mm/12 cm dicelup kedalam larutan Mercuri Bromida atau Chlorida selama 1 jam, keringkan dalam udara.
5. Larutan $HgBr_2$: larutkan 3 - 6 gr. $HgBr_2$ dalam 100 ml. etanol 95 %. Larutan $HgCl_2$: buat larutan 0,35 % dalam etanol 95 %.
6. Larutan KJ : 15 %
7. Larutan $SnCl_2$: larutkan 40 gr. $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ bebas arsen - kedalam 100 ml larutan HCl pekat.
8. Logam Zn : ukuran 20 - 30 mesh.

Cara kerja:

1. Pemekatan contoh dari oksidasi bahan2 organik :
Kedalam contoh yang mengandung 2 - 30 gr As, ditambah 7 ml larutan H_2SO_4 1 : 1 dan 5 ml HNO_3 pekat, uapkan sampai keluar uap SO_3 dinginkan, tambah 25 ml air suling, uapkan lagi untuk melepaskan Nitrogen oksida.
2. Pembuatan kolom reaksi :
Celupkan satu ujung gulungan kapas (2,5 cm) kedalam larutan -- Timbal Asetat kemudian masukkan dalam kolom reaksi A. Masukkan kertas test yang telah dicelup dalam larutan $HgBr_2/HgCl_2$ kedalam kolom B. (Usahakan supaya lurus).
3. Perlakuan terhadap contoh dimasukkan kedalam generator, tambah kan H_2SO_4 7 ml. 1 : 1 dinginkan. Tambah 5 ml KJ 4 tetes larutan $SnCl_2$ dan terakhir 2 - 5 gr logam Zn diamkan selama $1\frac{1}{2}$ jam pada suhu $20^\circ - 25^\circ C$.
4. Cocokan warna yang timbul dengan standar yang dibuat, atau dengan standar warna dalam (St. Method Chem. Analisis, hal.118-124)

P H O S P H A T.

Sebagai Birumolibdenum :

Prinsip : Jumlah kecil dari phospat (PO_4) dapat diperiksa dengan reduksi kompleks phospomolibdat kuning menjadi biru molibdenum, dengan menggunakan bahan2 pereduksi $SnCl_2$, $NaSO_3$, Na-hidrosulfit, Na tio, Ferro sulfat, Ammonium oksalat-Glukosa, Galaktosa, tetapi yang banyak dipakai adalah - Na-sulfit dan $SnCl_2$.

Ion2- Pengganggu:

Ion-2 : Mn, S, Si, Mo, Gr, V, dan karbon dalam jumlah besar tidak mengganggu. Adanya ion ferri lebih dari 1 ppm mengurangi intensitas warna biru, untuk ini cukup dengan pengenceran larutan contoh. Bila jumlah ion ferri lebih dari 30 ppm, dianjurkan menggunakan $SnCl_2$ sebagai bahan reduktant dengan berlebihan, dan bila ion ferri lebih dari 100 ppm, dapat dieliminasi dengan jalan memanaskan larutan contoh dengan larutan asam atas penangas air selama 1 jam pada suhu $100^\circ C$, setelah ditambahkan 5 ml larutan Na metabisulfit 10 %. Gangguan oleh adanya NaCl yang tinggi dalam contoh dapat dieliminasi dengan penambahan asam perchlorat berlebihan (2-4 ml. asam-perchlorat 60 %).

Deteksi Minimum : 0,01 ppm.

Bahan-2 Pereaksi :

1. Larutan asam kuat : Pelan2 tambahkan 300 ml H_2SO_4 pekat kedalam 600 air suling. Bila telah dingin tambah 4,0 ml larutan HNO_3 pekat, kemudian encerkan sampai 1000 ml.
2. Larutan Ammonium molibdat : Larutan 25 gr $(NH_4)_6MO_7O_{24} \cdot 4H_2O$ dalam 175 ml air suling dengan hati-2 tambahkan 280 ml H_2SO_4 pekat kedalam 400-ml air suling, dinginkan kemudian tambahkan larutan Ammonium molibdat kedalamnya, encerkan sampai 1000 ml.
3. Pereaksi Stanochlorida : Larutan 2,5 gr $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ dalam 100 ml glycerol. Panaskan penangas air dan diaduk dengan gelas pengaduk untuk mendorong kelarutannya. Pereaksi ini cukup stabil tanpa pengawetan khusus.
4. Larutan indikator pp. Larutkan 5 gr penolphthalein kedalam 500 ml etanol 95 % dan tambah 500 ml air suling. Kemudian tambahkan larutan NaOH 0,02 N sampai warna merah muda hilang.
5. Larutan standar : Larutkan 0,7165 gr. Kaliumhidrogenphospat (KH_2PO_4) ke-

dalam 1000 ml. air suling; 1 ml larutan ini mengandung -
0,500 mgr. PO_4 .

Cara kerja :

Tetesi 1 tetes larutan indikator pp kedalam 100 ml. contoh yang mengandung tidak lebih dari 0,6 mgr. PO_4 . Bila timbul warna merah muda, tetesi dengan larutan asam kuat, hingga warna merah muda hilang.

Tambahkan sambil dicampurkan setiap penambahan, 4,0 ml. pereaksi molibdat dan 0,5 ml. (10 tetes) pereaksi SnCl_2 .

Kecepatan pengembangan warna, tergantung dari temperatur.

Bandingkan warna yang terbentuk dengan standar atau baca % T_{nya} pada lamda 690 m μ setelah 10 menit dan sebelum 12 menit.

MAGNESIUM DENGAN KUNING TITAN.

Prinsip : Bila Magnesium hidroksida diendapkan dengan Natrium hidroksida dalam larutan yang mengandung garam dari asam dehydrothio p-toluidine sulfonat (Titan yellow) akan terbentuk -- warna orange merah sampai merah.

Ion2 Pengganggu:

Ion2 besi, Mn, Al, Si dan senyawaan organik seperti protein harus tidak ada, Sn dan Zn dapat diendapkan dengan Ammonium sulfida. Al dan Sn pada konsentrasi 4 ppm dan phosphat lebih 100 ppm akan mereduksi intensitas warna. Ion Kalsium diatas 500 ppm tidak mengganggu penetapan. Penambahan bahan-2 stabilisator koloid seperti agar-2, kanji, gum arab atau dektrin meningkatkan stabilitas warna dan reproduksibilitas.

Deteksi minimum : 0,015 mgr. Mg.

P e r e a k s i-2:

1. Larutan H_2SO_4 1 : 35
2. Larutan pekat CaSO_4 .
3. Larutan 0,05 % Titan Yellow dalam alkohol.
4. Larutan 8 % NaOH yang mengandung 10 % gum arabic: larutan 8 gr. NaOH + 10 gr. gum arabic kedalam 100 ml. air aduk rata-2.

Cara kerja:

A). Contoh tak mengandung oksidator:

Ukur larutan contoh yang mengandung antara 0,1 - 1,0 mgr.

DAFTAR PUSTAKA.

1. BOLTZ.D.F (1958) :
" Colorimetric Determination of Nonmetal "
Interscience Publisher, Inc. New York.
2. SNELL.F.D. and CORNELIA E. SNELL (1961) :
" Colorimetric Methods of Analysis "
3th.Ed. II.
D. Van Nostrand Company, Inc. Princeton,
New Yersey, New York.
3. STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTE WATER
(1967) 12th.Ed. :
" American Public Health Association, Inc.
New York.
4. BURNAN. N.H. (1968) :
" Standard Methods of Chemical Analysis "
6th.Ed. I. D.Van Nostrand Company, Inc.
New Yersey, London.
5. THE TESTING OF WATER, 5th.Ed.
E. Merek, Darmstadt Germany.
6. FATORI M.M. (1973) :
" Peetapan Ammonia dalam air pendingin kon-
densite dan Urea secara Spektro-photometer "
Karya Sarjana Muda, Akademi Kimia Analisis.
Departemen Perindustrian Bogor.
7. " BUKU CARA2 ANALISIS KIMIA (1973) :.
Balai Penelitian Kimia, Departemen Perindustrian
L.P.P.I. Jakarta.
8. SAMUELSON. O, (1963) :
" Ion Exchange Separation in Analytical
Chemistry "
John Willy & Sons, New York, London.
9. BUSSER, HIRRIAN (1951) :.
" Analisa Kuantitatif. "
Balai Penelitian Kimia Bogor.