

NN31545.1863

BIBLIOTHEEK
STARINGGEBOUW

ICW note 1863
April 1988

I



nota

— instituut voor cultuurtechniek en waterhuishouding, wageningen —

METHODS FOR THE DETERMINATION OF CHEMICAL COMPOSITION
OF WATER SAMPLES FROM COLUMN EXPERIMENTS

English and Indonesian version

A. v.d. Toorn, ir. K. Nugroho, drs. J. Harmsen



0000 0335 6355

Nota's (Notes) of the Institute are a means of internal communication and not a publication. As such their contents vary strongly, from a simple presentation of data to a discussion of preliminary research results with tentative conclusions. Some notes are confidential and not available to third parties if indicated as such

1912-291699* 20 JULI 1988

C O N T E N T S

	page
1. INTRODUCTION	1
2. MAINTENANCE OF INSTRUMENTATION	3
2.1. General	3
2.2. Daily	3
2.3. Weekly	3
2.4. Monthly	3
2.5. Maintenance of electrodes	4
3. DISSOLVED OXYGEN AND PH DETERMINATION	5
3.1. OXI 91 Oxygenmeter	5
3.2. Measuring of pH (pH 535 multical)	6
4. CONDUCTIVITY	9
4.1. WTW Laboratory meter	9
4.2. Field equipment	10
4.3. Chemicals	12
5. DETERMINATION OF CHLORIDE CONTENT USING ELECTRODE	13
5.1. Water samples	13
5.2. Calculation	13
5.3. Chemicals	13
6. DETERMINATION OF BICARBONATE AND CARBONATE CONTENT	14
6.1. Water samples	14
6.2. Calculation	14
6.3. Chemicals	14
7. PHOTOMETRIC DETERMINATION ON NITRATE CONTENT	15
7.1. Apparatus	15
7.2. Sample	15
7.3. Procedure	15
7.4. Calculations	16
7.5. Chemicals	16
7.6. References	17

	page
8. PHOTOMETRIC DETERMINATION OF SULPHATE CONTENT	18
8.1. Instrumentation	18
8.2. Reagents	18
8.3. Procedure	18
8.4. Calculation	19
8.5. Chemicals/reagents	20
9. DETERMINATION OF SODIUM AND POTASSIUM WITH FLAMEPHOTOMETER	21
9.1. Calibration of the meter (monthly)	21
9.2. Measurements	21
9.3. Aspirate	21
9.4. Calculation	22
9.5. Chemicals	22
10. DETERMINATION OF NA, K, CA, MG, FE AND MN WITH THE ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER	23
11. PHOTOMETRIC DETERMINATION OF ALUMINIUM CONTENT	27
11.1. Apparatus	27
11.2. Samples	27
11.3. Procedure	27
11.4. Calculation	28
11.5. Chemicals	29
12. ADJUSTING NORMALITIES	30
12.1. Normality of AgNO_3	30
12.2. Normality of HCl	30
13. CHLORIDE DETERMINATION USING INDICATOR	32
13.1. Watersamples	32
13.2. Calculation	32
13.3. Chemicals	32
14. BICARBONATE AND CARBONATE DETERMINATION USING TITRATION METHODS WITH INDICATOR	33
14.1. Watersamples	33
14.2. Calculation	33
14.3. Chemicals	33
15. CALCIUM AND MAGNESIUM DETERMINATION USING TITRATION	34
15.1. Calcium and magnesium (total hardness)	34
15.2. Calcium determination	35
15.3. Magnesium determination	35
15.4. Chemicals	36
LITERATURE	39

1. INTRODUCTION

In the chemical laboratory, water samples from column experiments have to be analysed for several parameters as presented in table 1.

Modern equipment like spectrophotometers, flamephotometer, atomic absorption spectrophotometers, digital pH and mv meters, conductivity meters will be used. Also digital burets, an analytical balance, a freeze dryer, and two apparatus to supply distilled water will be available. The instruments used for a certain determination are also given in table 1. The last column in the table gives the principle of the method used. Some parameters can be analysed with different methods, which is important when one fails.

Table 1. Methods of the chemical laboratory

Parameter	Instrument	Principle	Related chapter
pH	pH meter	electrode	3
Conductivity	conductivity meter	electrode	4
Chloride	mV meter	titration/electrode	5
Carbonate	pH meter	titration/electrode	6
Bicarbonate	pH-meter	titration/electrode	6
Nitrate	spectrophotometer	color development	7
Sulphate	spectrophotometer	color development	8
Sodium	flamephotometer	atomic emission	9
Potassium	flamephotometer	atomic emission	9
Magnesium	AAS	atomic absorbtion	10
Calcium	AAS	atomic absorbtion	10
Iron	AAS	atomic absorbtion	10
Manganese	AAS	atomic absorbtion	10
Aluminium	spectrophotometer	color development	11

Parameter	Alternative way	Principle	Related chapter
pH	pH paper	color development	-
Chloride	digital buret	titration/color	13
Carbonate	digital buret	titration/color	14
Bicarbonate	digital buret	titration/color	14
Sodium	AAS	atomic absorbtion	10
Potassium	AAS	atomic absorbtion	10
Calcium	digital buret	titration/color	15
Magnesium	digital buret	titration/color	15
Nitrate	colorimetric*	color development	-
Sulphate	colorimetric*	color development	-
Aluminium	colorimetric*	color development	-

* Visual comparison with the standard series.

This is a less accurate method.

2. MAINTENANCE OF INSTRUMENTATION

2.1. General

To work in a proper way with laboratory instrumentation, equipment needs maintenance. This can be a simple cleaning, but it can also be necessary to disassemble an instrument. Especially because of the problem of dust maintenance is very important. Without this every instrument will fail after a short period. Maintenance can be done daily to yearly.

2.2. Daily

- Place electrodes in distilled water or in another solution which is recommended.
- Clean all tubes, beakers, pipettes etc which has been used.
- Check if all gas bottles are closed.
- If there are samples, calibrate the conductivity and the pH-meter.

2.3. Weekly

- Check level of reference electrodes and if necessary refill with the proper solution.
- Renew the solution in which the electrodes are stored.
- Clean balances.
- Check air filter of the atomic absorption and remove condensed water. If necessary replace the filter.
- Suck some distilled water through the flowcell of the Spectronic 20.

2.4. Monthly

- Adjust normalities of all titration solutions and compare with previous ones.

2.5. Maintenance of electrodes

2.5.1. Silverelectrode

When AgCl has precipitated on the electrode, it slowly reacts. Remove this AgCl with a tissue.

2.5.2. Saturated K_2SO_4 reference electrode

This electrode must always be filled with saturated K_2SO_4 up to 1 cm under the filling hole. If the electrode is not in use, it has to be stored in a saturated K_2SO_4 solution. If the signal to the mV meter is not stable it is possible that the membrane is clogged with AgCl. This can be removed with a piece of fine abrasive sandpaper.

3. DISSOLVED OXYGEN AND PH DETERMINATION

3.1. OXI 91 Oxygen-meter

- Plug in Oxy-genelectrode at the back side of the instrument (figure 1).

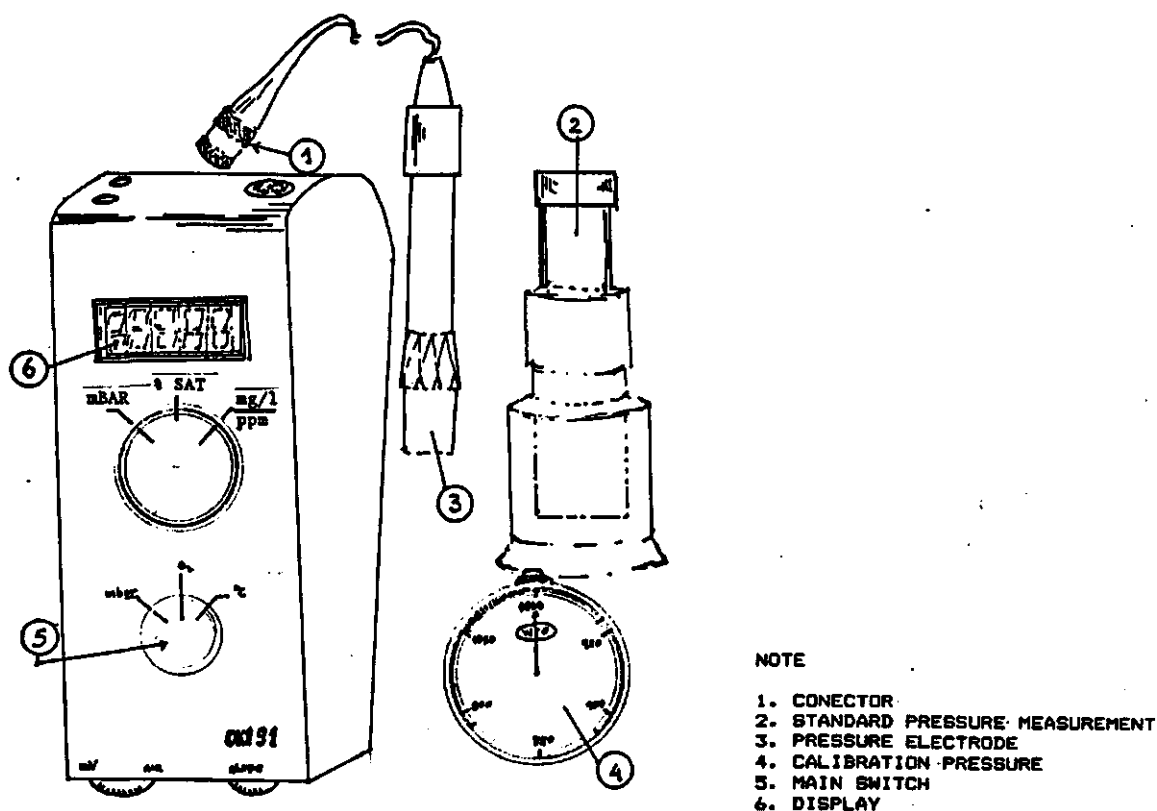


Fig. 1. OXI 91 oxygen-meter

- Main switch at ' O_2 ' and the upper switch at 'MBAR'.
- Read airpressure at the airpressure meter and set the display of the oxygen-meter at the right value, with the left knob at the front side of the instrument.
- Upper switch to '% SAT'.
- Pull the black stick out of the Oxical calibration cell and put the oxygen-electrode in (take care that the electrode is dry).
- Wait a few minutes.

- Set the oxygen-meter with the right knob at the front to 102%.
- Take the electrode out of the calibration cell and put the black stick in the cell again.
- The instrument is ready now for measurements.
- Measure possibilities '% SAT' and mg/l.

3.2. Measuring of pH (pH 535 multical)

3.2.1. General

- Stir all solutions with a magnetic stirrer.
- Rinse the electrodes with distilled water before use in another solution.

If not in use keep the electrodes in a 3 m KCl solution.

3.2.2. Calibration of the pH meter

- Turn on the instrument with 'MAINS' at backside of the instrument.

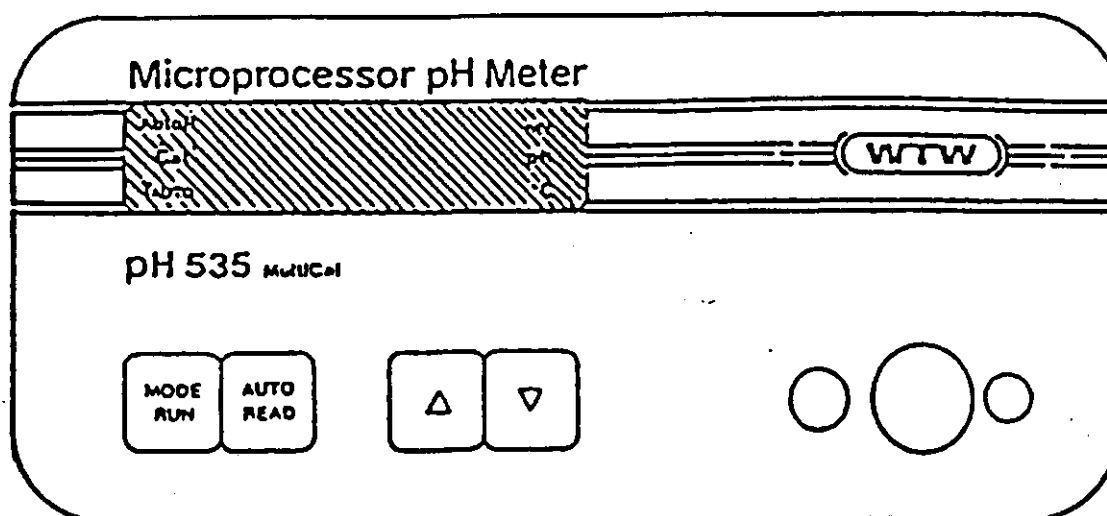


Fig. 2. Front figure of pH meter 535 multical

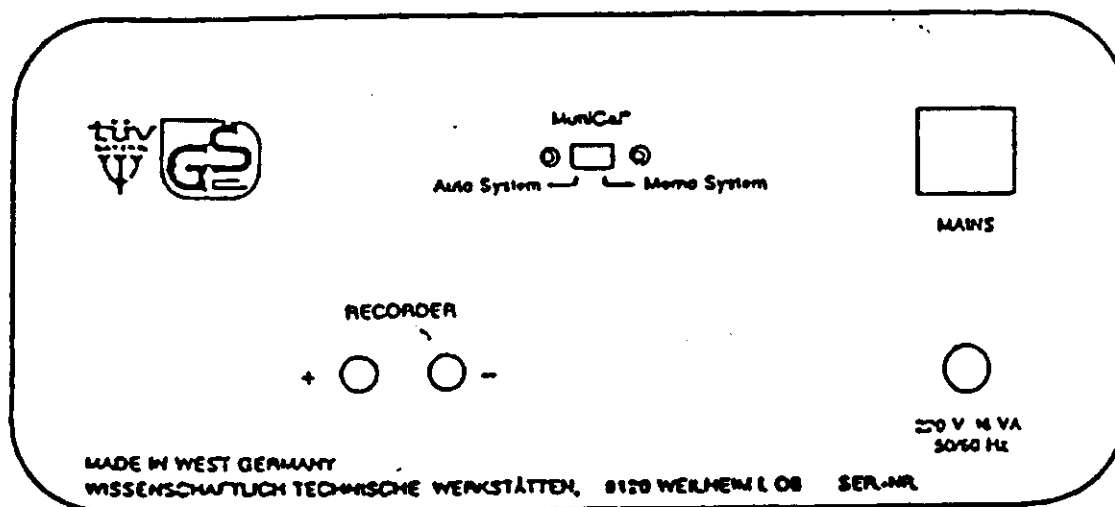


Fig. 3. Back side of pH meter 535 multical

- Press button 'MODE/RUN' till function 'CAL PH' appears on the display.
 - The pH value of the first buffer appears on the display.
 - Place the electrodes in the first buffer.
 - Press short 'MODE/RUN'.
 - On the display the pH value of the second buffer appear.
 - Place the electrodes in the second buffer.
 - Press short 'MODE/RUN'.
 - On the display appears CAL^{pH}----mV.
 - Wait till on the display the slope of the calibration curve appears and write it down in the appropriate list.
 - Press short 'MODE/RUN'.
 - The asymmetric potential of the calibration curve appears on the display.
 - Write it down in the appropriate graph.
 - Press long on 'MODE/RUN'.
- On the display 'pH' appears.
- The pH measurements can start now.
- Measure a pH 2 standard and check the value.

3.2.3. pH measurement

- Place the electrodes in the sample.

- Press 'AUTOREAD'.

On the display 'AUTO.R' appears.

- Press shortly 'MODE/RUN'.

On the display ----- appears. and when the value is stable. the pH value of the sample will appear.



Postbus 36
2600 AA Delft
Schoemakerstraat 97
2628 VK Delft

Telefax 015 - 56 08 25
Telex 38071 zptno nl
Telefoon 015 - 69 68 00

CHO-SAMWAT Bibliotheek

Postbus 241

6700 AA Wageningen

Doorkiesnummer

015 - 696840

Datum

9-3-90

Ons nummer

90 dL 50

Uw brief

Onderwerp

leenaanvraag

De bibliotheek van het CID-TNO, Postbus 36, 2600 AA Delft,
vraagt u hierbij te leen:

1281 x

1863 apr. '88 A. v.d. Toorn/
ir. K. Nugroho/
drs. J. Harmsen

Methods for the determination of chemical
composition of water samples from column
experiments
(English and Indonesian version)

Deze leenaanvraag niet laten circuleren,

Met dank voor uw medewerking,

W. Th. Mollé

Bijlagen



4. CONDUCTIVITY

4.1. WTW laboratory meter

4.1.1. Calibration

- Take the 0.05 m KCl solution.
- Measure the temperature of the solution.
Adjust the temperature on the meter.
- Rinse the cell with some KCl solution.
- Measure the conductivity. Adjust with CONST ADJ to read 6.66.
- Note the value of CONST ADJ in the control table.
- Measure the conductivity of the 0.01 m KCl solution.
The reading must be 1.41 ± 0.05 .
If not, make new solutions.
Note the value in the control table.

4.1.2. Measurement of samples

- Rinse the electrode.
- Measure the temperature of the samples.
- Adjust this value on the instrument with TEMP COMP.
- Measure the conductivity of the samples. Note the values and also the name of the instrument.
There is no need to correct the values after temperature adjustment.
This is done automatically by the instrument.

4.2. Field equipment

4.2.1. Calibration

- Take the 0.05 m KCl solution.
- Measure the temperature of the solution.
- Rinse the cell with some KCl solution.
- Measure the conductivity. Adjust with CELL to read the value presented in Table 2.
- Measure the conductivity of the 0.01 m KCl solution.

The reading must be the value given in Table 2 with deviation of ± 0.05 .

If not make new solutions.

Note the value in the control table.

Example of Control table for Analytical Control instrument

name	date	const adj	0.01 m KCl	remarks
Antoni	6/4/88	1.10	1.39	new inst new sol

Table 2. Specific conductance of KCl solutions (mS/cm=mho/cm) as a function of temperature (°C)

temperature (°C)	0.01 m KCl	0.05 m KCl
15	1.147	5.404
16	1.173	5.527
17	1.199	5.651
18	1.225	5.775
19	1.251	5.889
20	1.278	6.024
21	1.305	6.149
22	1.332	6.275
23	1.359	6.402
24	1.386	6.529
25	1.413	6.656
26	1.440	6.784
27	1.468	6.912
28	1.496	7.041
29	1.524	7.170
30	1.552	7.300
31	1.580	7.430
32	1.609	7.561
33	1.637	7.692
34	1.666	7.824
35	1.695	7.956

4.2.2. Field equipment measurement

- Rinse the electrode.
- Measure the temperature of the samples and note this on the report.
- Measure the conductivity of the samples. Note the values and also the name of the instrument.

- Correct the values for the temperature as follows:

Conductivity (mS/cm 25°C) = factor x reading.

The correction factors for the temperature is given in Table 3.

Table 3. Temperature correction factors for conductivity

Temperature (°C)	Factor	Temperature (°C)	Factor
15	1.246	26	0.979
16	1.211	27	0.958
17	1.189	28	0.938
18	1.161	29	0.919
19	1.135	30	0.899
20	1.110	31	0.88
21	1.084	32	0.86
22	1.063	33	0.84
23	1.041	34	0.81
24	1.020		
25	1.000		

Use the Analytical Control instrument results as a reference. Every month measure on this meter as well as on all other meters 5 samples. Calculate the relative difference (%) as (reading meter/reading reference -1)x100%. Take the average of the 5 samples. Note this result in a control table. The absolute difference must be smaller then 3%. Unless cleaning of the electrode with HCl can improve the results.

4.3. Chemicals

KCl solution 0.05 m:

KCl solution 0.01 m.

5. DETERMINATION OF CLORIDE CONTENT USING ELECTRODE

5.1. Water samples

- Pipette 20 ml sample in a beaker of 100 ml.
- Add 1.25 ml 1 n HNO_3 .
- Add a magnetic stirrer.
- Dilute to ca 60 ml with distilled water.
- Titrate with 0.05 n AgNO_3 till a potential of -120 mV is read on the mV-meter.
- Note the amount of AgNO_3 used (a ml).
- Note the normality of the solution.

5.2. Calculation

$$[\text{Cl}^-] = 50 \times n \times a \text{ (meq/l)} = [\text{Cl}^-] = a \times n \times 35.5 \times 50 \text{ (mg/l)}$$

n = normality of AgNO_3 solution

a = amount of AgNO_3 used for sample

If another sample volume then 20 ml is used. multiply with; 20/sample volume (ml).

5.3. Chemicals

- 1.0 n HNO_3 : Dilute 7 ml HNO_3 (65%) to 1 liter
- 0.05 n AgNO_3 : Dissolve 8.4935 g AgNO_3 in 1 liter of distilled water (measuring flask).

6. DETERMINATION OF BICARBONATE AND CARBONATE CONTENT

6.1. Water samples

- Pipette 50 ml sample in a beaker of 100 ml.
- Add a magnetic stirrer.
- Measure the pH with a calibrated pH-meter and note the value on the report.
- If the pH is more the 8.3, titrate with 0.1 HCL till this pH is reached.
- Note the amount of HCl used (a ml).
- Titrate with 0.1 n HCl till a pH of 4.1 is reached.
- Note also this amount used (b ml).
- Note the normality of the solution.

6.2. Calculation

$$\begin{aligned} -[\text{CO}_3^-] &= 40 \times n \times a \quad (\text{meq/l}) \quad \text{or} \quad 40 \times n \times a \times 30 \quad (\text{mg/l}) \\ -[\text{HCO}_3^-] &= 20 \times n \times (b-2a) \quad (\text{meq/l}) \quad \text{or} \quad 20 \times n \times (b-2a) \times 61 \quad (\text{mg/l}) \end{aligned}$$

n = normality of HCl solution

a = amount of HCl used to reach pH 8.3

b = amount of HCL used to reach pH 4.1

If another sample volume then 50 ml is used, multiply with; 50/sample volume (ml).

6.3. Chemicals

0,1 n HCl: dilute 8.3 ml of concentrated HCl till 1 liter with distilled water (measuring flask).

7. PHOTOMETRIC DETERMINATION ON NITRATE CONTENT

Salicylic acid is nitrated in a sulphuric acid medium by nitrate. The produced nitro-compound has a intensive yellow colour in a alkalic medium. The absorbance at 415 nm is a measure for the amount of nitrate.

7.1. Apparatus

A spectrophotometer suiteable for measurements at 415 nm. Measuring cells with a pathway of 10 mm.

7.2. Sample

Samples for nitrate can be stored on a cool place (4°C) for one week. If biological activity will occur, the sample must be acidified with H_2SO_4 till pH 2.

7.3. Procedure

- Pipet v ml of sample containing not more than 0.5 mg NO_3 in a beaker of 50 ml.
- Add 1 drop of fenolftaleine and add as much as 0.1 M NaOH till the red colour appears.
- Add 2 ml of sodium-salicylaat reagents.
- Dry on a waterbath (100°C) till the sample is completely dry.
- Add 2 ml of sulphuric acid (18 mol/l) and be sure that all the salt crystals are wetted by the H_2SO_4 .
- Leave it for 10 minutes.
- Add some water and transfer it to a volumetric flask of 100 ml.
(on this moment the solution must be clear. If there is a yellow colour it is necessary to do a blanc of the sample to correct for this colour. This sample blanc has to contain the same amount of sample and all the reagents except sodium-salicylate. The absorbance must be substrated from Ax.).

- Dilute till 70 ml and add carefully 15 ml 10 M NaOH and mix.
- Leave it to cool and dilute till 100 ml.
- After 30 minutes measure the absorbance (Ax) at a wavelenght of 415 μ m against distilled water.
- Measure also the absorbance of the blanc (A bl).
- Calculate the corrected absorbance $A_x = A_x - A_{bl}$.
- Pipette from the stock nitrate solution 0, 1, 2, 3, 4 and 5 ml in a beaker of 50 ml. Treat this as a sample and measure the absorbance against distilled water. Make a calibration curve with the amount of ml's on the horizontal and the corrected absorbance on the vertical axes. The curve has to be lineair.

7.4. Calculations

- Read from the calibration curve the slope (absorbance/ml).
- Calculate the calibration factor $f = \frac{20}{\text{slope}}$
- Calculate the concentration according:

$$[\text{NO}_3\text{-N}] = \frac{f \cdot A_x}{V_o}$$

$[\text{NO}_3\text{-N}]$ = nitrate concentration (mg/L $\text{NO}_3\text{-N}$)

V_o = volume sample in ml's

f = calibration factor

A_x = corrected absorbance

$[\text{NO}_3]$ = 4.429 p $\text{NO}_3\text{-N}$

7.5. Chemicals

- Sulphuric acid 18 mol/L (p=1.84 g/L)
- Sodium-hydroxide 10 mol/L. Dissolve carefully 400 g NaOH in 600 ml water. Dilute till 1000 ml.
- Sodium-salicylatesolution. Dissolve 0.5 g sodium-salicylate in 100 ml water. This solution must be prepared dayly.

- Stock nitrate solution 0.1 mg/ml $\text{NO}_3\text{-N}$. Dry potassium-nitrate KNO_3 for 1 hour at 120°C . Weight 722 mg and dissolve in water in a measuring flask (1000 ml).
- Standard nitrate solution. Dilute 20 ml of the stock-solution till 100 ml in a measuring flask. This solution contains 0.02 mg/ml $\text{NO}_3\text{-N}$.

7.6. References

NEN 6440 (1981). Water photometric determination of nitrate content.
Nederlands Normalisatie Instituut Delft.

8. PHOTOMETRIC DETERMINATION OF SULPHATE CONTENT

Sulphate is precipitated in hydrochloric acid medium with bariumchloride to form bariumsulphate. This is kept in suspension with a conditioning reagent. The absorbance of light by the suspension is measured with a spectrophotometer. The sulphate concentration is established by comparison of the reading with those of standard solutions (standard curve).

8.1. Instrumentation

- Spectrophotometer for use at a wavelength of 420 nm. Cell length 1 cm.
- Magnetic stirrer.
- Stopwatch.
- Erlenmeyer flasks of 100 ml.

8.2. Reagents

- Conditioning reagent.
- Barium-chloride crystals.
- Standard sulphate solution 1000 mg/l.

8.3. Procedure

This procedure is valid for the standard solutions as well as for the samples.

- Pipette 20 ml of the sample in a erlenmeyer flask of 100 ml.
- Add 2 ml of conditioning reagent.
- Add a magnetic rod and place the flask on a stirrer. Place a funnel on the flask.
- Add 0.10 g barium-chloride.
- Stir exactly during 1 minute. Adjust during this period the spectrophotometer on 0.000 using distilled water.

- Measure the absorbance on the spectrophotometer at 420 nm. Read the during 4 minutes. Take the highest reading obtained during this period. If the absorbance is still getting higher, take the absorbance after 4 minutes (this is 5 minutes after adding the barium-chloride). If the reading is more then the reading of the highest standard, dilute the sample.
- Measure a blanc, using 20 ml of the sample, add all the reagents except barium-chloride. Read the absorbance at 420 nm. Depending on the color of the sample the reading will be 0.000 or more.

8.4. Calculation

Calculate the absorbance caused by sulphate;

$$A = A_s - A_b$$

A = Absorption caused by sulphate

A_s = Absorption of sample with BaSO_4

A_b = absorption without BaSO_4 (blanc)

Make a calibration curve as shown (figure 4).

Absorbance

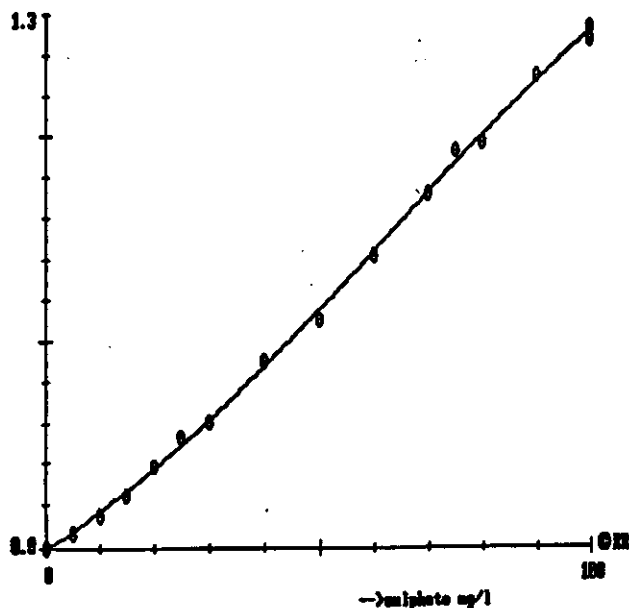


Fig. 4. Calibration curve of sulphate

Read the amount of sulphate from the curve. Multiply it with the dilution used.

8.5. Chemicals/reagents

- Conditioning reagent.

Dissolve in 800 ml distilled water: 75 g NaCl. Add 30 ml concentrated hydrochloric acid. 100 ml 95% ethanol and 50 ml glycerine (glycerol) mix well.

- Barium-chloride crystals.

- Standard sulphate solution 1000 mg/l. Weight 1.479 Na_2SO_4 and dissolve in 1 liter water (measuring flask). The Na_2SO_4 must be dried at 300°C for 4 hours. Pipette from this solution 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 and 10 ml in measuring flasks of 100 ml. This gives solutions of 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 and 100 mg/l.

9. DETERMINATION OF SODIUM AND POTASSIUM WITH FLAMEPHOTOMETER

9.1. Calibration of the meter (monthly)

- Prepare standard solutions with 10, 20, 30, 40 and 50 mg Na^+ and K^+ per litre. For this purpose, dilute 5, 10, 20, 30, 40 and 50 ml of the 1000 mg $\text{NaCl} + \text{KCl}$ solution to 1 liter with distilled water.
- Turn on the meter and light the flame. The flame has to be blue.
- Install the sodium or potassium filter.
- Allow a warm-up period.
- Aspirate alternatively distilled water and the 50 mg/l solution. Operate the sensitivity controls untill the reading of the distilled water is zero and the reading of the standard solution is 100.
- Aspirate all the standard solution and note the readings.
- Make a calibration curve. X-axis = concentration, Y-axis = reading.

9.2. Measurements

- Use the standard solutions with 20 and 50 mg/l.
- Turn on the meter and light the flame. The flame has to be blue.
- Install the sodium or potassium filter.
- Allow a warm-up period of 10 minutes.

9.3. Aspirate

- Alternativily distilled water and the 50 mg/l solution and operate the sensitivity controls untill the reading of the distilled water is zero and the reading of the standard solution is 100.
- Aspirate the 20 mg/l solution. Compare the reading of the standard with the value in the calibration curve. A deviation of 3% is allowed. If the deviation is more then 3%, check the solutions used. If no mistake is found, prepare new solutions. If necessary a new calibration curve.

- Aspirate the samples. Note the reading. If the reading is more than 100, dilute the sample 10 times. Note the dilution which is made.
- Check the performance of the photometer every 5 samples by aspirating the blank and the 50 mg/l solution. Adjust the sensitivity as necessary. If the reading of the highest standard has changed considerably inspect the nebuliser and tubing for clogging and clean it if necessary.

9.4. Calculation

- Read the concentration from the calibration curve. It is also allowed to use a mathematical function describing this curve.
- Multiply the value from this curve with the dilutionfactor.
- If only low concentrations < 10 mg/l are measured, make a calibration curve in this concentration region. An advantage of this low range is, that the calibration curve is almost linear.
- If a mathematical description of the calibration curve is used, be sure that this function is also changed when the calibration curve is changed.

9.5. Chemicals

- Stock solution of 1000 mg Na⁺ and 1000 mg K⁺ per liter.
 - Solute 2106.5 mg NaCl and 1782.6 mg KCl in a measuring flask of 1 liter and dilute to the mark.
- NaCl and KCl have to be dried at 105°C during 3 hours.

10. DETERMINATION OF NA, K, CA, MG, FE AND MN WITH THE ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER

1. Empty the bottle on the ground.

2. Set the lamp that you want to use in the right position.

If there have to be another lamp in the lamp-holder, loose the lamp-holder with lamp, by pulling it to the left.

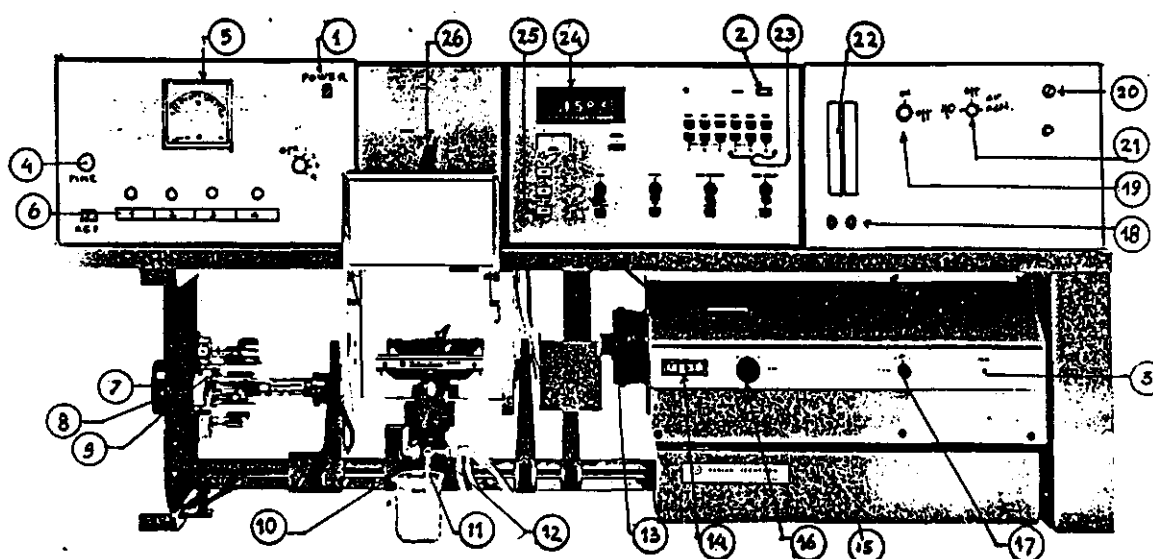
Remove the lamp by pressing the white knob at the backside of the lamp-holder and pull out the lamp.

Place the desirable lamp in the holder by pressing the white knob at the back of the lamp-holder and push the new lamp in the lamp-holder.

Replace the lamp-holder and lamp.

3. Turn on the instrument, 3 knobs power.

4. Press from 'operating lamp' (red knobs) the knob with the number of the lamp that you want to use (see figure 5).



NOTE

1. FIRST POWER SWITCH
2. SECOND POWER SWITCH
3. THIRD POWER SWITCH
4. FINE ADJUSTMENT SWITCH
5. CURRENT ADJUSTMENT DISPLAY
6. CURRENT ADJUSTING SWITCH
7. LAMP STATIC
8. SWITCH TO OPEN THE LAMP CLAMP
9. LAMP NUMBER INDICATOR
10. BURNING ADJUSTMENT
11. ASPIRATOR
12. NEBULIZER
13. BLIT

14. WAVE LENGTH DISPLAY
15. MONOCHROMATOR
16. A-SET. FINE ADJUSTMENT
17. A-SCAN.
18. ACETYLENE AND AIR SUPPLY
19. ACETYLENE AND AIR SYSTEM
20. ACETYLENE AND AIR ADJUSTMENT
21. ACETYLENE AND AIR AMOUNT USED
22. ACETYLENE AND AIR DISPLAY
23. 'READ' AND 'INT' DISPLAY
24. READING DISPLAY
25. READ SELECTION SWITCH
26. EXHAUST SWITCH

Fig. 5. Atomic Absorption Spectrophotometer scheme

5. Set lamp current switch on 'OPR' and adjust with 'FINE OPR' switch the desired current (see table 4).
6. Exhaust on 'MAX'.
7. Adjust the slit (left of the monochromator) (see table 4).
8. Adjust wavelength with 'A scan' (coarse) and 'A set' (fine).
9. Press knobs 'Abs' and 'Damp A'.
10. With 'A set' adjust the wave-length precisely (minimum absorbance).
If necessary adjust the reading to 0.000 absorbance by pressing knob 'zero' till the light goes out.
11. Adjust the lamp to minimum signal with the knobs left on the lamp-holder.
12. If necessary readjust the wave-length with 'A set'.
13. Open the acetylene cylinder (pressure 0.7 atm).
14. Turn on the compressor and adjust the pressure (pressure 3 atm).
15. Support on 'Air' ('Support Press' on 25).
16. Fuel on 'A cet' and ignite the flame.
17. Fuel on desired value (see table 4).
18. Aspirate distilled water.
19. Wait for 15 minutes.
20. Aspirate a blanc and set on zero by pressing 'ZERO' till the light goes out.
21. Aspirate the alignement solution.
Adjust the burner (maximum absorbance).
Right knob, turning the burner.
Left knob, burner forewards or backwards.
Middle knob, height of the burner.
22. Adjust the flame. Fuel lowest knob (not more than 3.3 and not less than 1.5) (maximum absorbance).
23. If necessary readjust the burner.
24. Press knob 'INT' 3. The instrument is intergrating the signal then for 3 seconds.
25. Set blank on zero.
26. Measure the standard series.
For each measurement press knob 'READ'. After the desireable intergration time the redding appears at the display.
27. Measure the samples. After every 4 samples measure the blank and adjust if necessary.

28. Measure after 4 samples also a standard. The reading must be the same as the previous reading (within 3%). If not check on clogging and start again.
29. After the last sample, aspirate distilled water for about 2 minutes.
30. Turn off the instrument.
 1. 'FINE OPR' to the left.
 2. 'POWER' off 3 times.
 3. 'FUEL' off and wait till the flame goes out.
 4. 'SUPPORT' off. Turn of the compressor.
 5. If the instrument is not used anymore that day, close the acetyline cylinder and cover the instrument with a dustcover.

Table 4. Wave-length, slit width, lamp current, acetyline pressure, working area, for the measurement of Na, K, Ca, Mg, Fe and Mn with the atomic absorbance spectrophotometer

element	Na	K	Na	Mg	Fe	Mn
wavelength (n.m.)	589.0	766.5	422.7	285.2	248.3	279.5
slit width	50	300	150	25	50	50
lampcurrent (mA)	10	10	5	3	5	5
acetylene (ml/min)	1.8	2.5	2.2	1.8	2.0	2.3
working area (mg/l)	0-2	0-2	0-10	0-4	0-20	0-5
alignement solution (mg/l)	2	2	10	4	10	5
addition	Ce	Ce	La	La	HNO ₃	HNO ₃ . (65%)

Remarks: Normal working area for Mg is 0-0.4 mg/l. By turning the flame it is possible to work in the range 0-4 p.p.m. Turn the burner head on such a way that the alignment solution gives a reading of about 0.8 absorbance.

Additions:

Ce = 2 ml cesium solution in 100 ml diluting water

cesium solution = 63.4 gr CeCl m 1 liter distilled water

La = 5 ml lanthanum solution in 100 ml diluting water

lanthanum solution = 115 gr LaCl₃ m 1 liter in HCl

SrCl₂ can also be used (180 g instead of 115 g lanthanum chloride).

HNO₃ = 1 ml 65% HNO₃ m 100 ml diluting water.

If the sample has not to be diluted, add one drop 65% HNO₃ in each sample tube from 10 ml.

11. PHOTOMETRIC DETERMINATION OF ALUMINIUM CONTENT

Aluminium produces with pyrocatechol-violet a red/violet coloured solution. The absorbance of the solution measured at 580 nm is a measure for the amount of aluminium.

11.1. Apparatus

A spectrophotometer suitable for measurements at 580 nm. Measuring cells with a pathway of 10 mm.

11.2. Samples

Samples for the determination of aluminium must be clear. If not clear it has to be filtrated. Use in that case a membrane filter 0.45 μ m. Do not use the first part of the filtrate. The noncontent is not allowed to exceed 70 μ g m in the pipetted amount of sample.

11.3. Procedure

- Pipet V_0 ml of sample in a polythene measuring flask of 50 ml.
- Add $0.01 \times V_0$ ml HCl 5 m.
- Add one by one:
 - 1 ml 1.10 fenantroline solution;
 - 2 ml pyrocatecholviolet solution;
 - 10 ml hexamethylenetetramine solution.
- Mix ater every addition. Dilute till 50 ml (the mark) and mix three times.
- Set the wavelength of the spectrophotometer at 580 nm and adjust on zero with distilled water.
- Be sure that the pH is 6.2.
- Measure between 30 and 40 minutes after the addition of the reagents, the absorbance at 580 nm.

- Measure a blank, using V_0 ml distilled water and treat this as a sample.
- Calculate the corrected absorbance using:

$$A_x' = A_x - A_0$$

A_x = absorbance of the sample

A_0 = absorbance measured in distilled water.

Note: If the sample is coloured or it is not quite clear, measure the absorbance A_y , on the same way, as the sample, without using pyrocatecholviolet solution.

The final absorbance is:

$$A_x' = A_x - A_y - A_0$$

- Prepare simultaneously a standard serie of 0, 5, 10, 25 μg aluminium in the analysesample.
- Take for this 0, 5, 10 and 25 ml from the standardsolution II and draw up a calibration curve.

11.4. Calculation

Calculate the aluminium content with:

$$[\text{Al}] = \frac{1000 \cdot b}{V_0}$$

In which: $[\text{Al}]$ = the aluminium content in $\mu\text{g/l}$

b = the amount Al, which is corresponding with the corrected A_x according to the calibration curve

V_0 = the amount of water in ml

11.4. Chemicals

- Hydrochloric acid 5 mol/l.
- Hydrochloric acid 0.1 mol/l.
- 1.10 fenantroline/hydroxylammonium solution. Solute 50 ± 0.5 g hydroxyl-ammonium in about 400 ml water. Add to the solution 0.5 ± 0.005 g 1.10 fenantrolinehydrochlorine. Solute in a measuring flask of 1 liter, fill it to the mark and mix. The solution is allowed to be light/pink. The solution is fenable for two months in a polythene fask.
- Chemicals.
Haxamethylene buffer solution.
Solute 150 ± 0.5 g hexamethiline-tetramine in about 350 ml water. If there are crystals left behind, filter it through fibreglass filtering paper (Whatman GF/C or comparable quality). Bring the solution in a measuring flask of 500 ml and add 6 ml 25% ammonia. The solution is fenable for two months, provided that it is kept in a polythene flask. After use close it immediately.
- Aluminium stock solution 0.5 g/l.
Solute 8.79 g potassium aluminium sulphate ($\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) in distilled water. Add 20 ml hydrochloric acid (12 mol/l). Put this in a measuring flask of 1 liter. Dilute with distilled water to the mark and mix.
- Aluminium standard solution I (5 mg/l).
Pipette 10 ml from the aluminium stock solution in a measuring flask of 1 liter and add 20 ml hydrochloric acid (5 mol/l), dilute with distilled water to the mark and mix.
- Aluminium standard solution II (0.1 mg/l).
Pipette 10 ml of the aluminium standard solution I (5 mg/l) in a measuring flask of 500 ml. Add 10 ml hydrochloric acid (5 mol/l) and dilute to the mark with distilled water and mix.
- Both aluminium standard solutions have to be made fresh every day.

12. ADJUSTING NORMALITIES

12.1. Normality of AgNO_3 12.1.1. Normality of 0.005 n AgNO_3

- Pipette 1 ml of 0.05 n NaCl standard solution.

Treat this as a normal sample. Note the amount necessary to reach the end point.

The normality is:
$$\frac{0.05}{\text{Amount titrated (ml)}}$$

12.1.2. Normality of 0.05 n AgNO_3

- Pipette 10 ml of 0.05 n NaCl standard solution.

Treat this as a normal sample. Note the amount necessary to reach the end point.

The normality is:
$$\frac{0.05}{\text{Amount titrated (ml)}}$$

12.2. Normality of HCl

12.2.1. Normality of 0.01 n HCl

- Pipette 2 ml of 0.05 n Na_2CO_3 standard solution.

Treat this as a normal sample. Note the amount necessary to reach the endpoint.

The normality is:
$$\frac{0.1}{\text{Amount titrated (ml)}}$$

or

- Titrate 20.00 ml HCl in a beaker of 100 ml.

Titrate this solution with 0.05 n AgNO_3 to measure the chloride.

Note the volume necessary to reach the end point.

The normality is:

$$\frac{\text{Volume AgNO}_3 \times \text{normality AgNO}_3}{20.00}$$

12.2.2. Normality of 0.1 n HCl

- Pipette 20 ml of 0.05 n Na_2CO_3 standard solution.

Treat this as a normal sample. Note the amount necessary to reach the endpoint.

The normality is: $\frac{1.0}{\text{Amount titrated (ml)}}$

or

- Titrate 5.00 ml HCl in a beaker of 100 ml.

Titrate this solution with 0.05 n AgNO_3 to measure the chloride.

Note the volume necessary to reach the endpoint.

The normality is:

$$\frac{\text{Volume AgNO}_3 \times \text{normality AgNO}_3}{5.00}$$

13. CHLORIDE DETERMINATION USING INDICATOR

13.1. Watersamples

- Pipette 20 ml sample in an erlenmeyer flask of 100 ml.
- Add 10 drops (about 0.2 ml) indicator solution.
- Titrate with 0.05 n AgNO_3 to a pinkish/yellow endpoint.
- Note the amount of AgNO_3 used (a ml).
- Do a blank titration using 20 ml distilled water.
- Note also this amount used (b ml).
- Note the normality of the solution.

13.2. Calculation

- $[\text{Cl}] = 50 \times n \times 35.4 \times (a-b) \text{ (mg/l)}$

n = normality of AgNO_3 solution

a = amount of AgNO_3 used for sample

b = amount of AgNO_3 used for blank

- If another sample volume than 20 ml is used, multiply with;
20/sample volume (ml).

13.3. Chemicals

- Indicator potassium-chromate: dissolve 5 g potassium-chromate in 50 ml distilled water.

14. BICARBONATE AND CARBONATE DETERMINATION USING TITRATION METHODS WITH INDICATOR

14.1. Watersamples

- Pipet 50 ml sample in an erlenmeyer flask of 100 ml.
- Add 1 drop phenolphateline indicator solution.
- If the solution has a red color titrate with 0.1 n HCl till the color dissapears.
- Note the amount of HCl used (a ml).
- Add 2 drops methyl-orange indicator solution.
- Titrate with 0.1 n HCl till the color changes from yellow to orange.
- Note also this amount used (b ml).
- Nota the normality of the solution.

14.2. Calculation

- $[\text{CO}_3^{2-}] = 40 \times n \times a \text{ (meq/l)}$
 $= 40 \times n \times a \times 30 \text{ (mg/l)}$
- $[\text{HCO}_3^{-}] = 20 \times n \text{ (b-2a) (meq/l)}$
 $= 20 \times n \text{ (b-2a) } \times 61 \text{ (mg/l)}$

n = normality of HCl solution

a = amount of HCl used till changing red color

b = amount of HCl used till changing yellow color

14.3. Chemicals

- Phenolphateline
- Methyl-red

15. CALCIUM AND MAGNESIUM DETERMINATION USING TITRATION

This method is suitable to determine calcium and magnesium with a minimum concentration of 1 mg/l.

15.1. Calcium and magnesium (total hardness)

15.1.1. Procedure

Pipet W_1 ml in a conical flask and dilute with distilled water to ± 100 ml. Add one by one : 5 ml buffer solution; 5 ml triethanolamine solution; 5 ml magnesium EDTA solution; 10 drops (± 0.5 ml) potassium-cyanide and as much as indicator that the solution is coloured. Mix after every addition. Titrate with the Na_2 EDTA solution, till the green colour just does not change anymore (use V_1 ml).

15.1.2. Calculation

$$H_t = \frac{1000 V_1 c}{W_1}$$

H_t = total hardness in mmol/liter

V_1 = used amount of Na_2 EDTA (ml)

c = molarity Na_2 EDTA solution (mol/liter)

W_1 = pipetted amount of water used with calcium determination

15.2. Calcium determination

15.2.1. Procedure

Pipette ml (W_1) in a conical flask and dilute with distilled water to ± 100 ml. Add one by one : 5 ml triethanolamine solution; 4 ml potassiumhydroxide solution, ten drops (about 0.5 ml) potassium-cyanidesolution. and as much as indicator that the solution is coloured red. Mix after every addition. Titrate with the Na_2 EDTA solution, till the blue colour just does not change anymore (use V_2 ml).

15.2.2. Calculation

$$C \text{ Ca}^{2+} = \frac{1000 V_2 c \times 40.08}{W_2}$$

In which: $C \text{ Ca}^{2+}$ = content of calcium in mg/l

V_2 = amount of Na_2 EDTA used with calcium determination (ml)

c = molarity Na_2 EDTA solution (mol/l)

W_2 = pipetted amount of water used with calcium determination

15.3. Magnesium determination

Magnesium content is determined after total hardness and calcium content determination.

$$C \text{ Mg}^{2+} = (H_t - \frac{C \text{ Ca}^{2+}}{40.08}) \times 24.32$$

$C \text{ Mg}^{2+}$ = magnesium content in mg/liter

H_t = total hardness

$C \text{ Ca}^{2+}$ = calcium content in mg/liter

Remarks

If the water contents more than 10 meq carbonate and/or hydrogencarbonate a liter, add some nitric acid (till pH 2), soil short, and neutralize on methylred.

If the pipetted sample contents more than 1.5 mg iron, the added triethanolamine solution is not sufficient to neutralize the disturbance. In that case add 5 ml triethanolamine solution for every 2 mg iron.

15.4. Chemicals

- Na_2EDTA solution 0.025 mol/l (molarity c)

Solute 10 g $\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in a measuring flask and dilute with distilled water till 1 liter. Keep this solution in a polythene bottle.

- Standard calcium solution

Solute 1000 mg (= a) calcium-carbonate in 50 ml hydrochloric acid 5 m, boil the solution for some minutes and dilute after cooling in a measuring flask of 500 ml. Before diluting dry the calcium-carbonate for 2 hours at 400°C.

- Indicators

For hardness determination.

Mix 0.1 g eriochrom-black -T and 0.04 g methylred with 30 g potassium-chloride in a mortar.

For calcium determination.

[2 hydroxy-1-(2 hydroxy-4-sulfo-1-naftylazo)-3 naftalene carbonacid with 30 g potassiumchloride in a mortar.

- Potassium-hydroxide solution

Solute 50 g potassium-hydroxide in 100 ml distilled water.

- Magnesium EDTA solution (3 g/l)

Solute 3 g $\text{MgEDTA} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in 1 liter distilled water.

- Buffersolution pH 10.3-10.5

Solute 75 g glycine ($\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COOH}$) in 500 ml distilled water. Add as much as potassium-hydroxide solution till the pH is 10.3-10.5. Keep this solution in a polythene bottle.

- Potassium-cyanide solution (toxic)

Solute 10 g potassium-cyanide in 100 ml distilled water.

- Titration Na_2 EDTA solution 0.025 mol/l

1 Pipet 50 ml of the calcium solution in a conical flask of 250 ml. dilute with distilled water to 100 ml, add 5 ml buffer solution, 5 ml triethanol solution, 5 ml Mg.EDTA solution, 10 drops (about 0.5 ml) potassiumcyanide solution, and as much as indicator that the solution is coloured. Titrate slowly with the Na_2 EDTA solution till the green colour just is not changing anymore.

Molarity $c =$

$$c = \frac{a}{10 M_{\text{CaCO}_2} \cdot V}$$

in which: M_{CaCO_2} = molar mass of calciumcarbonate (100.1 g/mol)

c = molarity of Na_2 EDTA solution

a = weight amount of calciumcarbonate (mg)

V = volume used of Na_2 EDTA solution (ml)

- Pipet 50 ml of the calcium solution in a conical flask of 250 ml. dilute till 100 ml with distilled water, add 5 ml triethanolamine-solution, 4 ml potassium-hydroxide solution, 10 drops (about 0.5 ml) potassium-cyanide solution and as much as indicator that the solution is coloured. Titrate with Na_2 EDTA solution, till the green colour just is not changing anymore.

Calculation

$$c_1 = \frac{a}{10 M_{\text{CaCO}_2} \cdot V}$$

in which: M_{CaCO_2} = molar mass of calciumcarbonate (100.1 g/mol)

c_1 = molarity of Na_2 EDTA solution (mol/l)

a = weight amount of calciumcarbonate (mg)

V = volume used of Na_2 EDTA solution (ml)

c and c_1 must give results within the limits of duplicate measurements.
If not check the chemicals used.

Chemicals:

Phenolphthaline indicator: dissolve 1 g phenolphthaline in 100 ml ethanol 96%.

Methylorange indicator: dissolve 100 mg methylorange in 1 liter distilled water.

0.1 n HCl Dilute 8.3 ml of concentrated HCl till 1 liter with distilled water (measuring flask).

LITERATURE

AMERICAN PUBLISHING. Health association standard methods for the examination of water and waste water 14th edition. American Publ. Health Assn. Washington D.C.

NEN, 1979. Determination of total hardness and calcium and magnesium content NEN 6441.

NEN, 1981. Photometric determination of nitrate content NEN 6640.

NEN, 1983. Photometric determination of aluminium content NEN 6478.

D A F T A R I S I / C O N T E N T S

	Halaman/Page
1. PENDAHULUAN INTRODUCTION	1
2. PERAWATAN PERALATAN ANALISA MAINTENANCE OF INSTRUMENTATION	3
3. PENETAPAN OKSIGEN TERLARUT DAN PH DISSOLVED OXYGEN AND pH DETERMINATION	5
4. PENETAPAN DAYA HANTAR LISTRIK (EC) ELECTRIC CONDUCTIVITY MEASUREMENTS	9
5. PENETAPAN KHLORIDA DENGAN MENGGUNAKAN ELEKTRODA CHLORIDE DETERMINATION USING ELECTRODE	12
6. PENETAPAN BIKARONAT DAN KARBONAT DENGAN TITRASI/ELEKTRODA BICARBONATE AND CARBONATE DETERMINATION USING TITRATION METHODS WITH ELECTRODE	13
7. PENETAPAN NITRAT DENGAN SPEKTROPHOTOMETRI NITRATE DETERMINATION USING SPECTROPHOTOMETER	14
8. PENTAPAN SULFAT DENGAN SPEKTROPHOTOMETRI SULPHATE DETERMINATION USING SPECTROPHOTOMETER	17
9. PENTAPAN NATRIUM DAN KALIUM DENGAN FLAMEPHOTOMETRI SODIUM AND POTASSIUM DETERMINATION USING FLAMEPHOTOMETER	20
10. PENETAPAN Na, K, Ca, Mg, Fe, Mn DENGAN AAS SODIUM, POTASSIUM, CALCIUM, MAGNESIUM, IRON, MANGANESE DETERMINATION USING AAS	22
11. PENETAPAN ALUMINIUM ALUMINIUM DETERMINATION	27
12. CARA PENENTUAN NORMALITAS BAHAN NORMALITY ADJUSTMENTS	30
13. PENETAPAN KHLORIDA DENGAN MENGGUNAKAN INDIKATOR CHLORIDE DETERMINATION USING INDICATOR	32
14. PENETAPAN BIKARBONAT DAN KARBONAT DENGAN TITRASI/INDIKATOR BICARBONATE AND CARBONATE DETERMINATION USING TITRATION METHOD WITH INDICATOR	33
15. PENETAPAN KALSIMUM DAN MAGNESIUM DENGAN TITRASI CALCIUM AND MAGNESIUM DETERMINATION USING TITRATION	34
DAFTAR PUSTAKA	38

1. PENDAHULUAN

Percobaan kolom merupakan salah satu bagian penelitian di daerah tanah sulfat masam. Percobaan ini menggunakan suatu kolom tanah atau profil tanah utuh. Kedalam profil ini dimasukkan beberapa tabung penghisap larutan. Larutan tanah yang dihisap akan dianalisa untuk mendapatkan karakteristik kimia dari profil tanah tersebut. Oleh karena itu analisa yang dilakukan, merupakan analisa larutan atau cairan, bukan hasil ekstraksi.

Dalam laboratorium kimia, contoh-contoh ini dianalisa menurut cara dan peralatan tertentu. Ditinjau dari cara dan peralatan yang digunakan secara garis besar cara analisa ini dapat dibagi dua, pertama dengan menggunakan peralatan analisa otomatis, sedangkan cara lain menggunakan peralatan sederhana seperti buret (titrasi).

Dalam penelitian yang dilakukan ini, akan digunakan peralatan-peralatan untuk analisa yang cukup modern seperti Spektro-photometer, Flame-photometer, Atomic Absorbtion Spectrophotometer (AAS), digital pH dan mV meter, conductivity-meter. Maksud penggunaan alat-alat tersebut, agar pekerjaan analisa menjadi lebih praktis dan efisien.

Selain itu peralatan lain seperti Buret digital, neraca analitik, freeze dryer, dua alat untuk membuat air destilasi, juga akan digunakan sebagai pembantu dari analisa utama. Peralatan tersebut digunakan menetapkan unsur tertentu sesuai dengan kemampuan dan prinsip kerja analisisnya. Tabel 1. memberikan nama peralatan dan prinsip kerja dari beberapa penetapan yang dilakukan, serta alat yang digunakan. Beberapa parameter/unsur akan ditetapkan dengan lebih satu cara. Alternatif dalam cara analisa ini penting terutama bila salah satu cara penetapan tidak dapat dilakukan, maka dapat dilakukan cara lain sebagai pengganti. Hambatan dapat terjadi karena listrik padam atau hal lain. Cara pengganti diharapkan dapat memberikan hasil yang sama.

Dalam tulisan berikut, diberikan secara lebih terperinci petunjuk analisa unsur-unsur yang akan dianalisa, dan beberapa petunjuk tentang penggunaan alat yang dipakai pada penelitian ini.

Tabel 1. Beberapa parameter, Bab yang menerangkan cara analisa bersangkutan, alat dan prinsip kerja penetapan beberapa senyawa kimia berasal dari larutan tanah

parameter yang diteliti	Bab	peralatan	prinsip
I. Analisa dengan menggunakan peralatan			
pH	3	pH meter	Elektroda
Daya Hantar Listrik	4	Conductivity-meter	Elektroda (EC METER)
Khlorida (Cl^-)	5	mV meter	Titration/elektroda
Karbonat (CO_3^{2-})	6	pH meter	Titration/elektroda
Bikarbonat (HCO_3^-)	6	pH meter	Titration/elektroda
Nitrat (NO_3^-)	7	Spektrophotometer	Pembentukan warna
Sulfat (SO_4^{2-})	8	Spektrophotometer	Pembentukan warna
Natrium (Na^+)	9	Flamephotometer	Pengukuran Emisi atom Na
Kalium (K^+)	9	Flamephotometer	Pengukuran Emisi atom K
Magnesium (Mg^{2+})	10	AAS	Pengukuran Absorbsi atom
Kalsium (Ca^{2+})	10	AAS	Pengukuran Absorbsi atom
Besi (Fe^{2+})	10	AAS	Pengukuran Absorbsi atom
Mangan (Mn^{2+})	10	AAS	Pengukuran Absorbsi atom
Aluminium (Al^{3+})	11	Spektrophotometer	Pembentukan warna

II. Cara alternatif (dengan cara yang lebih sederhana)

pH	-	kertas pH	Pembentukan warna
Khlorida (Cl^-)	13	Buret digital	Titration dan warna
Karbonat (CO_3^{2-})	14	Buret digital	Titration dan warna
Bikarbonat (HCO_3^-)	14	Buret digital	Titration dan warna
Natrium (Na^+)	10	AAS	Pengukuran absorpsi atom
Kalium (K^+)	10	AAS	Pengukuran absorpsi atom
Kalsium (Ca^{2+})	15	Buret digital	Titration dan warna
Magnesium (Mg^{2+})	15	Buret digital	Titration dan warna
Nitrat (NO_3^-)	-	Kolorimetri*)	Pembentukan warna
Sulfat (SO_4^{2-})	-	Kolorimetri*)	Pembentukan warna
Aluminium (Al^{3+})	-	Kolorimetri*)	Pembentukan warna

*penggunaan mata untuk membedakan dua kepekatan warna, bukan merupakan cara yang teliti untuk mendapat nilai dari suatu penetapan; tetapi pada keadaan yang terdesak, data analisa dapat diperoleh dengan cara ini. Cara ini memerlukan cara latihan yang rutin.

2. PERAWATAN PERALATAN ANALISA

2.1. Umum

Untuk bekerja secara baik, dengan peralatan laboratorium, diperlukan cara penanganan yang baik. Hal ini dapat dilakukan dengan melakukan pembersihan, tetapi juga dapat dilakukan dengan membongkar peralatan. Hal yang khusus, untuk daerah yang berdebu, penanganan peralatan yang baik sangat perlu. Tanpa penanganan peralatan yang baik, setiap peralatan akan rusak dalam waktu yang singkat.

2.2. Penanganan harian

- Taruh elektroda dalam air destilasi atau larutan lain yang dianjurkan.
- Bersihkan semua tabung, gelas piala, pipet dsb. setelah digunakan.
- Periksa semua tabung gas, agar tetap tertutup jika tidak digunakan.
- Jika ada contoh, kalibrasi selalu konduktivitas dan pH meter.

2.3. Penanganan mingguan

- Periksa semua bahan untuk penggunaan elektroda, kalau perlu tambahkan agar selalu tetap penuh.
- Larutan yang digunakan untuk menyimpan elektroda harus selalu baru.
- Bersihkan timbangan.
- Periksa filter udara dari AAS dan pindahkan air yang mengembun. Jika perlu ganti filternya.
- Flowcell pada spectronic 20, diisi oleh air destilasi.

2.4. Penanganan bulanan

- Selalu lakukan pemeriksaan normalitas semua bahan yang digunakan untuk titrasi dan bandingkan dengan hasil sebelumnya.

2.5. Penggunaan elektroda

2.5.1. Elektroda perak

Jika AgCl mengendap pada elektroda, akan menjadikan reaksi yang terjadi menjadi perlahan. Hilangkan AgCl dengan menggunakan bahan pembersih.

2.5.2. Elektroda baku untuk K_2SO_4 jenuh

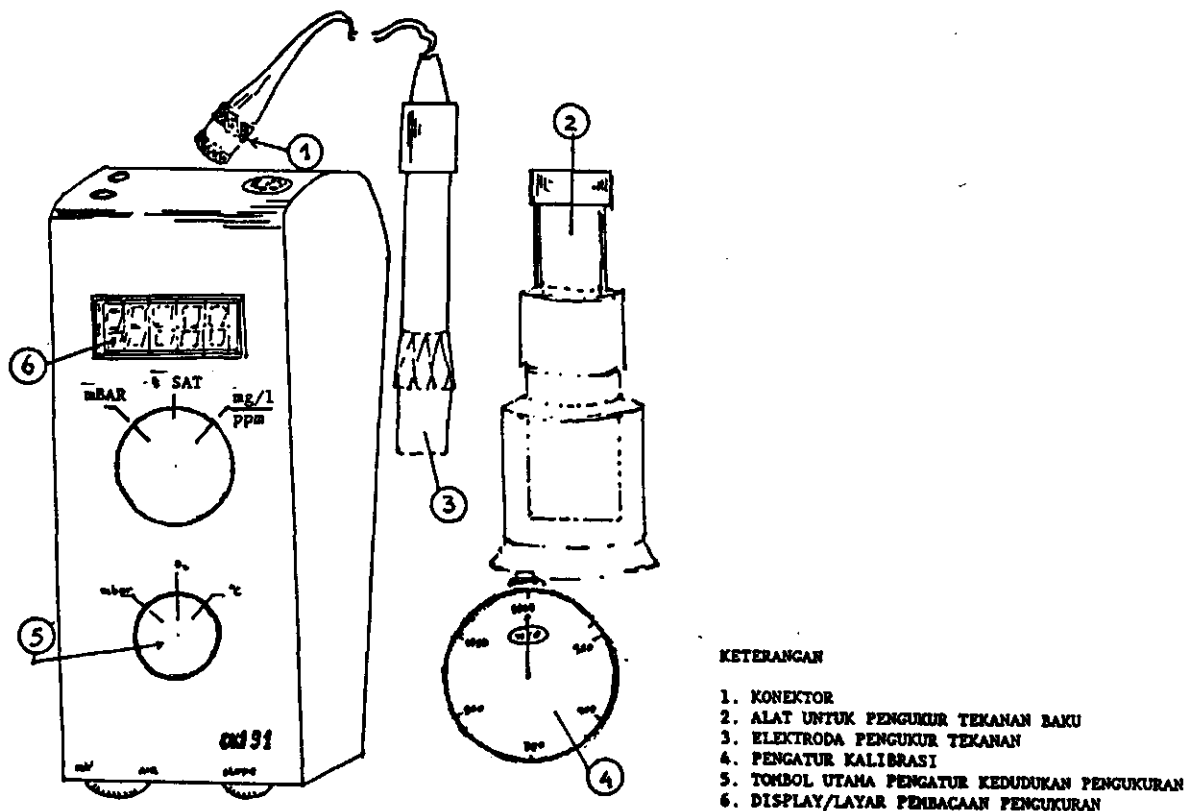
- Elektroda harus diisi dengan K_2SO_4 jenuh sampai 1 cm dibawah lubang pengisian.
- Jika elektroda tidak digunakan, harus disimpan di larutan K_2SO_4 jenuh.
- Jika tanda mV-meter tidak stabil, mungkin membran tertutup oleh AgCl. Penutupan ini dapat dihilangkan dengan menggunakan kertas gosok yang halus.

3. PENETAPAN OKSIGEN TERLARUT DAN pH

Oksigen terlarut ditetapkan dengan menggunakan alat Dissolved Oxygen meter (Oxygen-meter atau OXI 91). Sedangkan pH diukur dengan digital pH meter.

3.1. Cara penggunaan OXI 91

- Pasangkan elektroda oxygen-meter OXI 91, yang berada di belakang alat ini (lihat Gambar 1).
- Atur tombol utama pada kedudukan " O_2 " dan tombol atas pada kedudukan "mbar".
- Baca tekanan pada saat itu dibagian yang menunjukkan tekanan udara dan atur angka yang ditunjukkan pada display alat itu, sampai pada angka yang benar, dengan menggunakan tombol yang berada di bagian muka bawah alat itu.
- Atur tombol atas ke kedudukan "% sat".
- Tarik batang cell pengukur dari tempatnya, dan taruh elektrodanya (harus diperhatikan, agar elektroda tetap kering).
- Tunggu beberapa menit.
- Atur pengukuran ini dengan menggunakan tombol di sebelah kanan muka ke kedudukan 102%.
- Angkat elektroda dari cell kalibrasi, dan taruh batang hitam di sel itu kembali.
- Alat siap untuk dipergunakan untuk mengukur bahan cair yang disediakan.



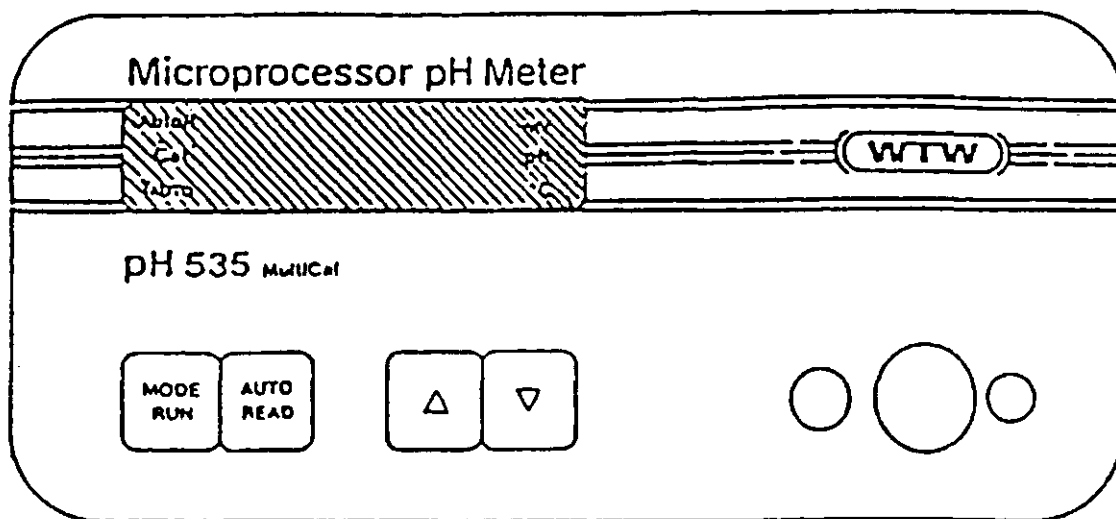
Gambar 1. Alat pengukur Oksigen terlarut OXI 91

3.2. Penggunaan pH meter (pH 535 MULTICAL)

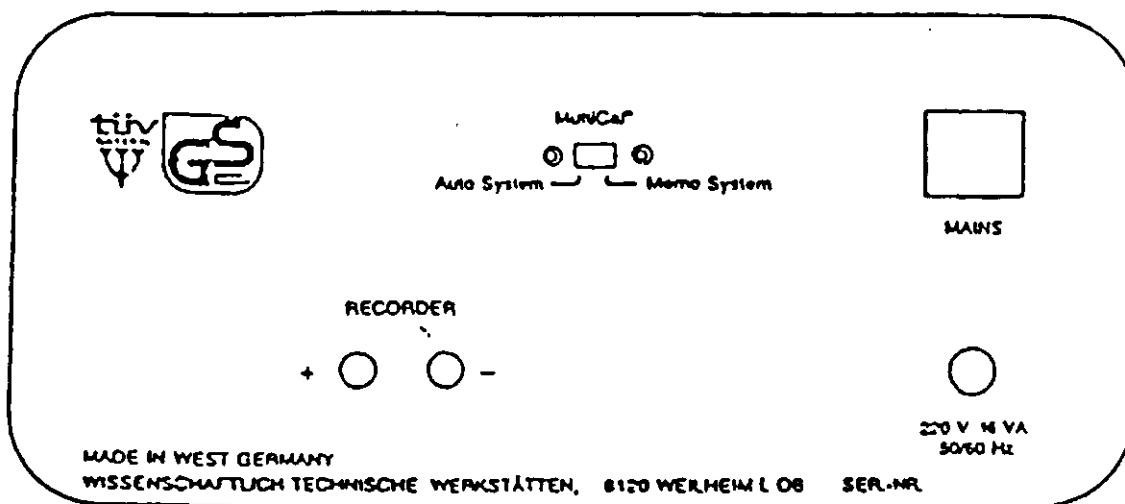
- pH meter ini perlu dilengkapi dengan magnetic stirrer (pengaduk magnetik). Semua larutan pertama-tama diaduk rata dengan cara pengadukan ini. Elektroda harus selalu dicuci/bilas dengan air destilasi sebelum digunakan lagi. Jika tidak digunakan maka elektroda perlu ditaruh pada larutan KCL 3 m

3.2.1. Kalibrasi pH meter.

- Nyalakan alat dengan menggunakan "MAINS" di bagian belakang alat (lihat Gambar 2 dan 3).
- Tekan tombol "MODE/RUN" sampai tulisan "CAL pH" muncul di layar
- Pada layar/display nilai pH dari larutan penyangga pertama muncul. Taruh elektroda ke larutan penyangga pertama. Tekan sebentar "MODE/RUN". Di layar muncul nilai larutan penyangga kedua. Taruh elektroda ke penyangga kedua. Tekan lagi "MODE/RUN".



Gambar 2. Gambar dari muka alat pengukur pH



Gambar 3. Bagian belakang alat pengukur pH

- Di layar muncul CALL pH
mV
- Tunggu sampai layar menunjukkan kurva kalibrasi muncul dan menuliskan nya pada alur yang benar.
- Tekan lagi "MODE/RUN".
- Di layar muncul kurva kalibrasi yang tidak simetrik. Catat gambar itu pada kertas grafik.
- Tekan agak lama "MODE/RUN".
- pada layar nampak "pH".
- Pengukuran pH dapat dimulai.
- Ukur pH standard dan tetapkan nilainya.

3.2.2. Pengukuran contoh

- Taruh elektroda di dalam contoh yang akan diukur.
- Tekan "AUTOREAD"
- Di layar muncul "AUTO R"
- Tekan perlahan "MODE/RUN"
- Di layar muncul -----, dan jika nilai sudah tetap maka nilai pH akan muncul sendiri.

4. PENETAPAN DAYA HANTAR LISTRIK (EC)

4.1. Peralatan

Peralatan untuk mengukur daya hantar listrik dapat dibedakan atas dua macam, a. peralatan yang digunakan Laboratorium, b. peralatan yang digunakan di lapang.

4.2. Cara Kerja

4.2.1. Alat di laboratorium

- Kalibrasi harus dilakukan paling lama 2 minggu sekali. Kalibrasi dilakukan dengan cara sbb:
- Ambil larutan KCl 0.05 M.
- Ukur suhu larutan. Atur suhu pengukuran dengan mengatur tombol pada alat, sesuai dengan suhu larutan. Bilas terlebih dahulu cell dengan larutan KCl. Ukur Daya Hantar Listrik (EC).
- Atur angka pembacaan, dengan tombol CONST ADJ, agar nilainya sesuai dengan Tabel 2 berikut.
- Hasil pencatatan nilai dengan menggunakan larutan standard di laboratorium, digunakan untuk pemeriksaan EC di lapang.
- Pengukuran contoh dilakukan setelah kalibrasi dilakukan.
- Angkat elektroda, dan bilas.
- Ukur suhu larutan.
- Atur tombol pengatur suhu sesuai dengan suhu yang ditunjukkan termometer.
- Ukur EC contoh.
- catat hasil pengukuran, dan juga alat, serta suhu.
- Koreksi terhadap perubahan suhu langsung dilakukan oleh alat.

Tabel 2. Nilai EC pada berbagai suhu pada larutan KCl

Suhu °C	0.01 m KCl	0.05 m KCl
15	1.147	5.404
16	1.173	5.527
17	1.199	5.651
18	1.225	5.775
19	1.251	5.889
20	1.278	6.024
21	1.305	6.149
22	1.332	6.275
23	1.359	6.402
24	1.386	6.529
25	1.413	6.656
26	1.440	6.784
27	1.468	6.912
28	1.496	7.041
29	1.524	7.170
30	1.552	7.300
31	1.580	7.430
32	1.609	7.561
33	1.637	7.692
34	1.666	7.824
35	1.695	7.956

- catatan: nilai kesalahan ± 0.05

Bila dalam kalibrasi angka yang ditunjukkan tidak sama dengan angka pada tabel, maka perlu diperiksa kembali larutan standard KCl yang digunakan.

4.2.2. Peralatan di lapang

- Kalibrasi untuk peralatan di lapang menggunakan larutan yang sama dengan kalibrasi di laboratorium. Kalibrasi selalu dilakukan terhadap larutan standard, setelah 5 contoh. Baca perbedaan nilai dari contoh yang sama. Perbedaan absolut tidak boleh lebih dari 3% (simpangan tidak boleh terlalu besar). Jika terdapat perbedaan yang cukup besar, maka bersihkan elektroda dengan HCl dan perbaiki nilai yang didapatkan.

- Angkat elektroda dan bilas.
- Ukur suhu contoh, dan catat.
- Ukur EC dan catat alat yang digunakan.
- Koreksi nilai dengan Tabel berikut (Tabel 3).

Nilai EC (mS/cm 25°C) = faktor x pembacaan

Faktor untuk mengkoreksi pengaruh suhu pada Tabel 3.

Tabel 3. Faktor Koreksi terhadap pengaruh suhu terhadap EC

Suhu (°C)	Faktor	Suhu (°C)	Faktor
15	1.246	25	1.000
16	1.211	26	0.979
17	1.189	27	0.958
18	1.161	28	0.938
19	1.135	29	0.919
20	1.110	30	0.899
21	1.084	31	0.88
22	1.063	32	0.86
23	1.041	33	0.84
24	1.020	34	0.81

4.3. Bahan kimia

- larutan KCl 0.05 m.
- larutan KCl 0.01 m.

5. PENETAPAN KHLORIDA DENGAN MENGGUNAKAN ELEKTRODA

5.1. Contoh air

- Pipet 20 ml contoh ke dalam gelas piala 100 ml.
- Tambahkan 1.25 ml HNO_3 1 n.
- Aduk dengan pengaduk magnetic (magnetic stirrer).
- Encerkan sampai 60 ml dengan air destilasi.
- Titrasi dengan AgNO_3 0.05 n sampai mV-meter atau Galvanometer menunjukkan 120 mV.
- Catat jumlah AgNO_3 yang digunakan (a ml).
- Catat normalitas larutan.

5.2. Perhitungan

$$[\text{Cl}] = 50 \times n \times a \text{ (meq/l)} = a \times n \times 35.5 \times 50 \text{ (mg/l)}$$

n = normalitas larutan AgNO_3

a = jumlah AgNO_3 yang digunakan untuk contoh tersebut

Jika contoh yang digunakan tidak 20 ml tetapi q ml, maka hasilnya harus dikalikan dengan faktor koreksi $20/q$.

5.3. Bahan kimia

- 0.1 n HNO_3 . Encerkan 7 ml HNO_3 pekat ke dalam 1 liter.
- 0.05 n AgNO_3 . Larutkan 8.4935 g AgNO_3 ke dalam labu ukur 1 liter, dengan menggunakan air destilasi sebagai pelarut.

6. PENETAPAN BIKARBONAT DAN KARBONAT DENGAN TITRASI/ELEKTRODA

6.1. Contoh air

- Pipet 50 ml contoh kedalam gelas piala 100 ml.
- Gunakan pengaduk magnetik (magnetic stirrer).
- Ukur pH dengan pH meter yang telah dikalibrasi, catat nilainya.
- Jika pH lebih dari 8.3, titrasi dengan 0.1 n HCl sampai pH dapat mencapai pH 8.3. Catat HCl yang digunakan (a ml)
- Titrasi dengan 0.1 n HCl sampai pH 4.1 tercapai.
- Catat jumlah yang digunakan (b ml).
- Catat normalitas dari larutan.

6.2. Perhitungan

$$[\text{CO}_3^{=}] = 40 \times n \times a \text{ (meq/l) atau } 40 \times n \times a \times 30 \text{ mg/l}$$

$$[\text{HCO}_3^{-}] = 20 \times n \times (b - 2a) \text{ (meq/l) atau } 20 \times n \times (b - 2a) \times 6 \text{ mg/l}$$

n = normalitas larutan HCl

a = jumlah HCl yang diberikan untuk mencapai pH 8.3

b = jumlah HCl yang diberikan untuk mencapai pH 4.1

Jika contoh lain, yang mempunyai volume berbeda (tidak 50 ml misalnya p ml), maka hasilnya mesti dikalikan dengan faktor koreksi: 50/p

6.3. Bahan Kimia

- Asam Klorida 0.1 N

7. PENETAPAN NITRAT DENGAN SPEKTROPHOTOMETRI

Asam salisiklik dinitratkan dalam medium asam sulfat oleh nitrat. Senyawa nitro yang dihasilkan mempunyai warna kuning pekat dalam medium alkalis. Absorbance pada 415 nm menunjukkan jumlah nitrat.

7.1. Peralatan

Spektrophotometer yang digunakan untuk pengukuran mempunyai panjang gelombang 415 nm. Kuvet berukuran 10 mm.

7.2. Contoh

Contoh untuk penetapan nitrat disimpan pada tempat yang dingin (4°C) untuk seminggu. Jika aktivitas biologi muncul pada contoh, maka perlu diasamkan dengan asam sulfat (H_2SO_4) sampai pH 2.

7.3. Cara Kerja

- Pipet v ml contoh yang mengandung kurang dari 0.5 mg NO_3 didalam gelas piala 50 ml.
- Tambahkan 1 tetes fenolftalein dan tambahkan sebanyak 0.1 M NaOH sampai muncul warna merah.
- Tambahkan 2 ml pereaksi natrium salisilat.
- Keringkan pada penangas air (100°C) sampai contoh kering betul.
- Tambahkan asam sulfat (H_2SO_4 18 mol/liter). dan harus dipastikan bahwa kristal garam semuanya dibasahi oleh H_2SO_4 .
- Diamkan untuk 10 menit dan pastikan bahwa kristal putih sudah terlarut.
- Tambahkan sejumlah air dan pindahkan ke labu ukur 100 ml (pada saat itu, larutan harus jernih). Jika ada warna kuning perlu dilakukan penetapan blanko untuk mengkoreksi warna tersebut.

Contoh blanko harus mengandung bahan dalam jumlah yang sama dan semua pereaksi kecuali natrium salisilat. Absorbance harus dibuat substrat dari A_x .

- Tambahkan air sampai 70 ml dan tambahkan dengan hati-hati 15 ml NaOH dan aduk sampai rata.
- Diamkan sampai dingin dan larutkan sampai 100 ml.
- Sesudah 30 menit ukur absorbance (A_x) pada panjang gelombang 415 μm bandingkan dengan air destilasi.
- Ukur pula absorbance dari blanko (A_{bl}).
- Hitung absorbance terkoreksi $A_x' = A_x - A_{bl}$
- Pipet dari larutan bahan nitrat 0, 1, 2; 3, 4 dan 5 ml kedalam gelas piala 50 ml. Perlakukan seperti contoh dan ukur absorbance dibandingkan dengan air destilasi. Buat kurva kalibrasi dengan mililiter pada sumbu horisontal dan absorbance terkoreksi pada sumbu vertikal. Kurva harus linier.

7.4. Perhitungan

- Baca kecuraman kurva kalibrasi (absorbance/ml)
- Hitung faktor kalibrasi $f = 20/\text{lereng}$
- Hitung konsentrasi menurut persamaan berikut:

$$[\text{NO}_3\text{-N}] = f \cdot A_x / V_0$$

$[\text{NO}_3\text{-N}]$: Konsentrasi nitrat (mg/L $\text{NO}_3\text{-N}$)

V_0 : volume contoh dalam mililiter

f : faktor kalibrasi

A_x : absorbance terkoreksi

$[\text{NO}_3]$: 4.429 p $\text{NO}_3\text{-N}$.

7.5. Bahan Kimia

- Asam sulfat (H_2SO_4) 18 mol/L ($\rho = 1.84 \text{ g/L}$).
- NaOH 10 mol/L. Larutkan hati-hati 400 g NaOH dalam 600 ml air. tambahkan sampai 1000 ml.
- Larutan Natrium salisilat. Larutkan 0.5 g Na-salisilat dalam 100 ml air. Larutan ini harus dipersiapkan tiap hari.
- Larutan bahan nitrat 0.1 mg/ml $\text{NO}_3\text{-N}$. Keringkan K-NO_3 sejam pada suhu 120°C . Timbang 722 mg dan larutkan dalam air pada labu ukur 1000 ml.

- Larutan baku nitrat. Larutkan 20 ml larutan bahan sampai 100 ml pada labu ukur. Larutan ini mengandung 0.02 mg/ml $\text{NO}_3\text{-N}$.

7.6. Pustaka

NEN 6440 (19181). Water photometric determination of Nitrate contents.
Netherlands Normalisatie Instituut Delft.

8. PENETAPAN SULFAT DENGAN SPEKTROPHOTOMETRI

Sulfat akan diendapkan oleh asam klorida dan bariumklorida, dalam bentuk bariumsulfat. Bariumsulfat terbentuk dalam bentuk suspensi dengan penambahan pereaksi penyangga tertentu. Absorbance cahaya suspensi diukur dengan spectrophotometer. Konsentrasi sulfat dicari dengan perbandingan pembacaan larutan baku (dilihat pada kurva baku).

8.1. Peralatan

- Spektrophotometer dengan panjang gelombang 420 nm, dan panjang cell 1 cm.
- Pengaduk magnetik.
- Stopwatch.
- Labu erlenmeyer 100 ml.

8.2. Bahan Kimia/Pereaksi

- Pereaksi penyangga.
- Kristal bariumklorida.
- Larutan baku sulfat 1000 mg/l.

8.3. Cara kerja

- Cara kerja ini berlaku untuk larutan baku dan contoh yang akan diperiksa.
- Pipet 20 ml contoh kedalam labu Erlenmeyer 100 ml.
- Tambahkan 2 ml pereaksi penyangga.
- Tambahkan pengaduk magnetik, dan taruh labu erlenmeyer pada alat pengaduknya, lalu taruh corong pada labu tersebut.
- Tambahkan 0.10 g barium klorida.
- Aduk tepat 1 menit. Atur selama waktu ini, agar spektrophotometer menunjukkan angka 0.000 dengan menggunakan air.

- Ukur absorbance pada 420 nm. Baca selama 4 menit. Ambil angka pembacaan tertinggi selama itu. Jika absorbance masih naik, ambil pembacaan setelah 4 menit. Hal ini berarti pembacaan setelah 5 menit penambahan BaCl_2 . Jika pembacaan lebih dari angka yang ditunjukkan oleh larutan baku, encerkan contohnya (lihat faktor pengenceran).
- Ukur blanko, dengan menggunakan 20 ml contoh, tambahkan semua pereaksi, kecuali BaCl_2 . Baca absorbance pada panjang gelombang 420 nm. Hasil pembacaan bisa nol atau lebih, tergantung warna contoh.

8.4. Perhitungan

- Hitung absorbance sulfat dengan persamaan:

$$A = A_s - A_b$$

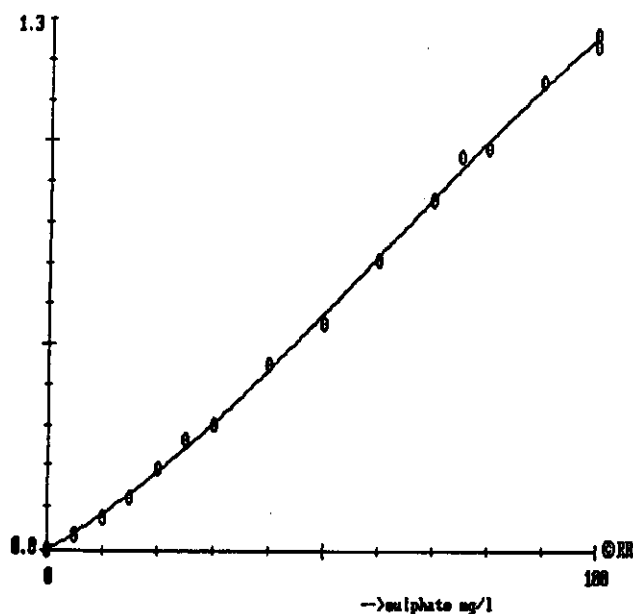
A = Absorpsi disebabkan sulfat

A_s = Absorpsi contoh karena BaSO_4

A_b = Absorpsi tanpa BaSO_4 (Blanko)

- Buat kurva kalibrasi seperti contoh berikut (Gambar 4)

Absorbance



Gambar 4. Kurva kalibrasi untuk penetapan sulfat

- Baca jumlah sulfat dari kurva tersebut diatas. Kalikan dengan faktor pengenceran.

8.5. Bahan kimia

- Pereaksi penyangga. Larutkan dalam 800 ml air: 75 g NaCl, tambahkan 30 ml HCl pekat, 100 ml ethanol 95%, dan 50 ml glycerin.
Aduk dengan baik.
- Kristal BaCl₂.
- Larutan baku 1000 mg/l. Timbang 1.479 g Na₂SO₄ dan larutkan dalam 1 liter air (gunakan labu ukur). Na₂SO₄ harus kering dalam 4 jam dalam suhu 300 C. Pipet dari larutan ini 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 dan 10 ml kedalam labu ukur 100 ml. Larutan ini memberikan larutan dengan konsentrasi 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mg/l.

9. PENETAPAN NATRIUM DAN KALIUM DENGAN FLAMEPHOTOMETRI

Penggunaan emisi dari Natrium dan Kalium yang dibakar dan memperhitungkannya dengan larutan baku. Kalibrasi baku untuk pengukuran dilakukan setiap bulan.

9.1. Cara Kerja

- Siapkan larutan baku dengan 10, 20, 30, 40 dan 50 mg Na(+) dan K(+) per liter. Untuk maksud ini, encerkan 5, 10, 20, 30, 40 dan 50 ml dari larutan 1000 mg NaCl + KCl sampai satu liter dengan air destilasi.
- Nyalakan pengukur dan nyalakan pembakar. Api harus berwarna biru.
- Pasangkan filter untuk Natrium dan Kalium.
- Panaskan terlebih dahulu sebelum digunakan.
- Hisap sedikit demi sedikit air destilasi dan larutan berkonsentrasi 50 mg/l, bergantian dan jalankan alat yang memberikan angka kepekaan sampai pembacaan dari air destilasi menunjukkan nol, dan pembacaan untuk larutan standard 100.
- Hisap kemudian larutan baku dan baca angkanya.
- Buat kurva kalibrasi, dengan sumbu X=konsentrasi bahan yang diukur, sedangkan sumbu Y = pembacaan dari flame photometer.

9.2. Pengukuran

- Gunakan larutan baku 20 dan 50 mg/l.
- Nyalakan pengukur flamephotometer. Api harus biru.
- Pasang filter natrium dan kalium.
- Biarkan, untuk pemanasan selama 10 menit.

9.3. Penghisapan contoh yang akan diukur

- Secara bergantian air dan larutan berkonsentrasi 50 mg/l dihisap untuk diukur, jalankan penunjuk kepekaan sampai menunjukkan angka nol untuk air destilasi dan 100 untuk larutan standard.

- Hisap larutan yang berkonsentrasi 20 mg/l. Bandingkan pembacaan dari larutan baku dengan nilai dari kurva kalibrasi. Simpangan sebesar 3%, masih dapat digunakan. Jika simpangan lebih 3%, periksa larutan yang digunakan. Jika tidak terdapat kesalahan, siapkan larutan baru. Jika perlu buat kurva kalibrasi baru.
- Hisap contoh yang sudah dipersiapkan. Baca hasilnya. Jika pembacaan melebihi 100, encerkan sampai 10 kali. Catat pengenceran yang dilakukan.
- Periksa hasil penunjukkan photometer setiap lima contoh, dengan menggantikannya dengan menghisap blanko, dan larutan berkonsentrasi 50 mg/l. Atur tombol kepekaan/sensitivitas. Jika pembacaan untuk larutan baku berkonsentrasi tertinggi berubah sangat banyak, periksa pengatur gas/nebulizer dan saluran gas atau udara, dan jika perlu dibersihkan.

9.4. Perhitungan

- Baca konsentrasi dengan menggunakan kurva kalibrasi. Jika hal tersebut, agak menyulitkan dapat digunakan persamaan matematis yang diturunkan dari kurva kalibrasi.
- Kalikan nilai dari kurva atau persamaan tersebut dengan faktor pengenceran.
- Jika hanya konsentrasi yang rendah (< 10 mg/l) yang diukur, buat kurva kalibrasi pada daerah yang mempunyai konsentrasi pada ukuran ini. Penggunaan selang yang rendah membuat kurva kalibrasi lebih agak linier.
- Jika fungsi matematis yang digunakan, pastikan bahwa fungsi ini juga berubah bila kurva kalibrasi yang digunakan diganti/berubah.

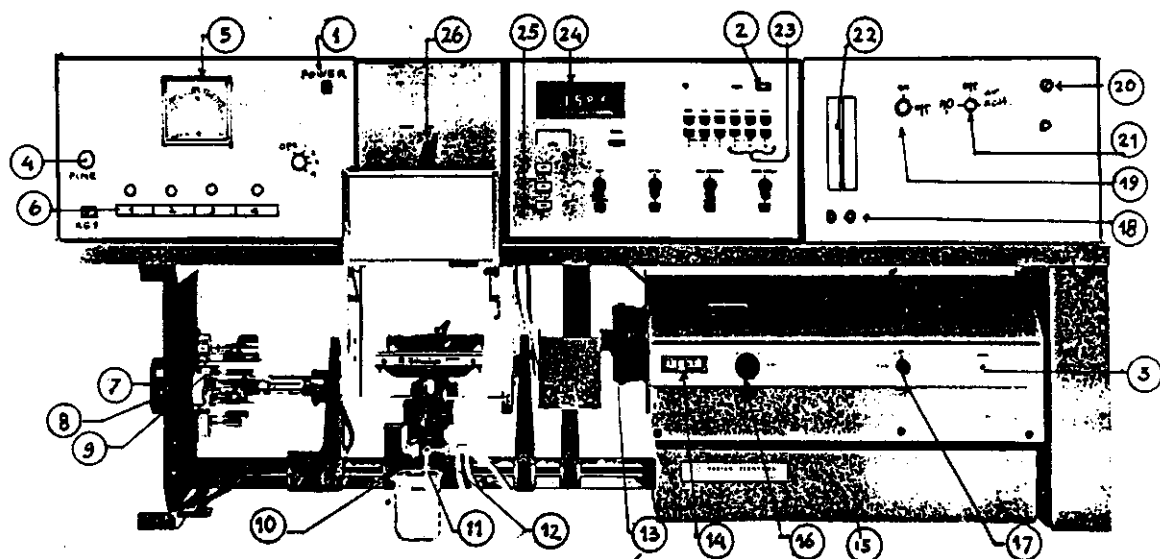
9.5. Bahan kimia

- Larutan bahan terdiri dari 1000 mg Na^+ dan 1000 mg K^+ per liter.
- Encerkan 2106.5 mg NaCl dan 1782.6 mg KCl kedalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda tera.
- NaCl dan KCl harus dikeringkan pada 105°C selama 3 jam.

10. PENETAPAN Na, K, Ca, Mg, Fe, Mn DENGAN AAS

10.1. Cara Penggunaan AAS

1. Kosongkan botol pengukur di tanah (jangan di meja).
2. Pasang lampu yang akan digunakan, dan letakkan pada tempat yang benar. Bila terdapat lampu lain, pindahkan dengan menarik kearah kiri. Pindahkan lampu dengan menekan tombol putih dibagian belakang dari tempat lampu dan tarik. Tempatkan lampu yang diinginkan di tempat lampu, dan dorong lampu yang ingin digunakan ketempatnya. Pindahkan tempat lampu dan lampu-lampu tersebut ketempatnya.
3. Nyalakan alat tersebut, ada 3 tombol untuk menyalakan alat tsb.
4. Tekan tombol merah "operating lamp", sesuai dengan nomer lampu yang mau dipakai.
5. Arus listrik lampu diatur mula-mula dengan "opr" dan kemudian "fine opr" untuk menentukan arus listrik yang sesuai (lihat tabel)
6. Buangan taruh pada keadaan "max"



KETERANGAN

- | | |
|---|--|
| 1. POWER SWITCH/TOMBOL PENGHIDUP ALAT 1 | 14. LAYAR/DISPLAY PENUNJUK PANJANG GELOMBANG |
| 2. POWER SWITCH/TOMBOL PENGHIDUP ALAT 2 | 15. MONOCHROMATOR |
| 3. POWER SWITCH/TOMBOL PENGHIDUP ALAT 3 | 16. A-SET. PENGATUR HALUS |
| 4. PENGATUR HALUS/FINE ADJ. FINE. | 17. A-SCAN PENGATUR KASAR |
| 5. PANEL/LAYAR PENUNJUK KUAT ARUS | 18. TOMBOL PENGATUR GAS DAN UDARA |
| 6. TOMBOL PENGATUR KUAT ARUS (TOMBOL MERAH) | 19. TOMBOL PEMBUKA SISTIM GAS/UDARA |
| 7. TEMPAT DUDUKAN LAMPU | 20. TOMBOL PENGATUR PENGGUNAAN GAS/UDARA |
| 8. TOMBOL PEMBUKA LAMPU | 21. TOMBOL PENGATUR JUMLAH GAS/UDARA |
| 9. NOMOR LAMPU YANG AKAN DIPAKAI | 22. PANEL GELEMBUNG PENUNJUK GAS/UDARA |
| 10. PENGATUR PEMBAKAR | 23. PANEL "READ" DAN "INT" |
| 11. PIPA PENGHISAP | 24. DISPLAY/LAYAR PENUNJUK ANGKA PEMBACAAN |
| 12. NEBULIZER/PENGATUR NYALA | 25. TOMBOL UNTUK MEMILIH PEMBACAAN |
| 13. KISI | 26. TOMBOL PEMBUANG "EXHAUST" |

Gambar 5. Skema Atomic Absorbtion Spectrophotometer

7. Atur kisi (di sebelah dari monokhromator) pengaturannya lihat tabel.
8. Atur panjang gelombang dengan "A scan" (secara kasar) dan "A set" untuk pengaturan yang lebih halus.
9. Tekan tombol "Abs" dan "Damp A".
10. Dengan menggunakan tombol "A set" panjang gelombang diatur secara tepat (absorbance minimum).
Jika perlu diatur pembacaan absorbance menjadi 0.000, dengan menekan tombol "zero" sampai lampunya padam.
11. Atur lampu pada tanda minimum dengan tombol sebelah kiri tempat lampu.
12. Jika perlu atur kembali panjang gelombang dengan "A set".
13. Buka tabung acetylene (tekanan diatur 0.7 atmosfir).
14. Nyalakan pompa/compressor dan atur tekanan sampai 3 atmosfir.
15. Nyalakan pengaturan udara dengan mengatur "AIR" pada angka 25.
16. Bahan bakar disalurkan dengan memasukkan Acetylene "Acet" dan nyalakan.
17. Atur aliran bahan bakar sesuai dengan nilai yang diinginkan (lihat tabel).
18. Hisap dengan memasukkan pipa, ke air destilasi.
19. Tunggu 15 menit.
20. Hisap dulu blanko dan atur ke angka nol dengan menekan tombol "zero" sampai lampu padam.
21. Hisap larutan yang disediakan. Atur pembakar (burner) agar didapatkan absorbance maksimum. Tombol kanan memutar pembakar. Tombol kiri mengatur pembakar kedepan dan ke belakang. Tombol di tengah mengatur tinggi pembakar.
22. Atur nyala. Tombol terbawah bahan bakar (tidak lebih dari 3.3 dan tidak kurang dari 1.5) memberikan absorbance maksimum.
23. Jika perlu diatur kembali pembakarnya.
24. Tekan tombol "Int" 3. Alat menggabungkan semua perintah dalam 3 detik.
25. Tentukan blanko, pada kedudukan nol.
26. Ukur larutan baku. Untuk setiap pengukuran tekan tombol "READ" Sesudah waktu penggabungan, hasilnya muncul pada 'display'/layar
27. Ukur contoh. Sesudah setiap pengukuran 4 contoh, ukur kembali blanko dan atur kembali jika perlu.

28. Ukur sesudah 4 contoh, larutan baku. Pembacaan harus sama dengan pembacaan sebelumnya (dalam 3%). Jika tidak periksa kembali semuanya dan mulai kembali.
29. Sesudah contoh yang terakhir, gunakan air destilasi untuk dihisap selama 2 menit.
30. Padamkan alat tsb. dengan cara:
 1. "FINE OPR" letakkan ke kiri.
 2. "POWER" matikan tiga kali.
 3. "FUEL" matikan dan tunggu sampai api padam.
 4. "SUPPORT" dimatikan dan matikan juga pompa/compressor.
 5. Jika alat ini tidak digunakan lagi pada hari itu, tutup tabung acetylene, dan tutup alat tersebut dengan penutup yang melindungi dari debu.

10.2. Unsur yang dianalisa

AAS dapat digunakan untuk menganalisa berbagai unsur. Unsur yang diperiksa sesuai dengan panjang gelombang cahaya yang diemisikan, tergantung besar kisi (slit), arus lampu, dan tekanan gas. Selain itu selang nilai, serta persiapan larutan standard/baku perlu diperhatikan. Analisa unsur dengan menggunakan AAS, juga memerlukan penambahan unsur lain, dalam reaksi untuk memunculkan unsur yang akan diukur. Tabel 4 memberikan daftar dari beberapa unsur, serta ketentuan dalam mengatur hal-hal yang berkaitan dengan analisa yang menggunakan AAS.

Tabel 4. Pengaturan Panjang gelombang, Lebar kisi, Arus Lampu, Tekanan Gas, Selang nilai, Larutan standard analisa (Alignment), dan bahan yang harus ditambahkan beberapa unsur yang ditetapkan dengan AAS

Unsur yang diperiksa	Na	K	Ca	Mg	Fe	Mn
Panjang gelombang (nm)	589.0	766.5	422.7	285.2	248.3	279.5
Lebar kisi	50	300	150	25	50	50
Arus lampu (miliAmpere)	10	10	5	3	5	5
Acetylene (ml/mm)	1.8	2.5	2.2	1.8	2.0	2.3
Selang nilai (mg/l)	0-2	0-2	0-10	0-4	0-20	0-5
larutan alignment (mg/l)	2	2	10	4	10	5
Bahan Tambahan	Ce	Ce	La	La	HNO ₃	HNO ₃

Catatan: Arus lampu perlu diperhatikan. Seperti pada pengukuran Mg, bila pembacaan dengan arus sebesar 3 mA, tidak memberikan hasil yang memuaskan, maka harus diatur sedemikian rupa sehingga arus listrik lebih kecil sedikit dan lebar kisi juga diatur. Dengan perkataan lain arus listrik dan lebar kisi dapat berubah dari ketentuan pada Tabel, tetapi masih dalam selang dan memberikan hasil yang paling baik. Selang yang paling baik untuk pengukuran tersebut harus diperiksa terlebih dahulu. Tergantung pada sumber listrik ditempat tersebut. Selang nilai: Selang nilai untuk Mg adalah 0-0.4 mg/l. Dengan memutar nyala, maka dapat dimungkinkan dikerjakan pada selang 0-4 ppm. Pemutaran kepala pembakar sedemikian rupa sehingga larutan "alignment" dapat memberikan pembacaan kira-kira 0.8 nilai absorbance.

10.3. Bahan tambahan

- Ce: 2 ml larutan cesium di dalam 100 ml air pengencer.
Larutan Cesium: 63.4 gram CeCL didalam 1 liter air destilasi.
- La: 5 ml Larutan Lanthanium di dalam 100 ml air pengencer.
Larutan Lanthanium: 115 gram LaCl₂ didalam 1 liter HCL 1N.
SrCL₂ juga dapat digunakan (180 g).

- HNO_3 : 1 ml HNO_3 65% didalam 100 ml air pengencer.

Jika contoh tidak perlu diencerkan, tambahkan satu tetes 65% HNO_3 di setiap tabung berisi 10 ml contoh.

11. PENETAPAN ALUMINIUM

Aluminium dapat bereaksi dan terekspresikan dalam suatu warna tertentu dengan penambahan Pyrocatechol-ungu, suatu larutan berwarna merahungu. Nilai absorbance larutan digunakan untuk menghitung kandungan Aluminium dihitung pada panjang gelombang 580 nm.

11.1. Peralatan

- Peralatan yang tepat untuk pengukuran ini adalah spectrophotometer.
- Cell untuk pengukuran ini mempunyai ukuran kisi 10 nm.

11.2. Contoh

- Contoh untuk penetapan Aluminium harus jernih. Jika tidak bersih harus dilakukan filtrasi. Untuk maksud tersebut gunakan filter membran ukuran 0.45 nm.
- Jangan gunakan filtrat pertama (hasil filtrasi pertama). Kandungan contoh blanko tidak diperbolehkan melebihi 70 µg dalam contoh-contoh yang dipipet.

11.3. Cara kerja

- Pipet V_0 ml contoh pada labu ukur plastik 50 ml.
- Tambahkan $0.01 \times V_0$ ml HCl 5 N
- Tambahkan satu persatu:
 - 1 ml larutan 1.10 fenantroline
 - 2 ml larutan pyrocatechol-ungu
 - 10 ml larutan hexamethylenetetramine
- Aduk setiap dilakukan penambahan. Tambahkan sampai tanda 50 ml, dan aduk sebanyak tiga kali.
- Atur panjang gelombang spektrophotometer pada 580 nm dan aturlah pada kedudukan nol dengan menggunakan air terdistilasi.
- Ukur antara 30 dan 40 menit sesudah penambahan bahan pereaksi, dengan penggunaan absorbance panjang gelombang 580 nm.

- Ukur blanko dengan menggunakan air terdistilasi sebanyak V_0 ml per-lakukan seperti contoh.
- Hitung absorbance terkoreksi dengan persamaan berikut:

$$A_X' = A_X - A_0$$

A_X : absorbance contoh

A_0 : absorbance terukur dalam air terdestilasi

Catatan: jika contoh berwarna atau tidak begitu jernih, ukur absorbance A_y , dengan cara yang sama seperti contoh tanpa menggunakan larutan pyrocatechol-ungu.

Absorbance akhir adalah $A_X' = A_X - A_y - A_0$

- Persiapkan secara simultan atau bersamaan satu seri larutan baku dari 0, 5, 10, 25 μg Aluminium dalam contoh analisa ini.
- Ambil untuk penetapan ini 0, 5, 10, 25 ml dari larutan baku II dan gambar kurva kalibrasi.
- Hitung kandungan Aluminium dengan persamaan:

$$[\text{Al}] = 1000 * b/V_0$$

$[\text{Al}]$ = adalah kandungan Al dalam $\mu\text{g/liter}$

b = adalah jumlah Al, yang sesuai dengan nilai A_X' terkoreksi menurut kurva kalibrasi yang dibuat.

V_0 = adalah jumlah air dalam ml.

11.4. Bahan kimia

- Asam Khlorida (HCl) 5 mol/liter.
- Asam Khlorida (HCl) 0.1 mol/liter.
- Larutan 1.10 Fenantrolin/hydroxylammonium.

Larutkan 50 ± 0.5 g larutan hydroxylammonium ke dalam kira-kira 400 ml air, tambahkan larutan 1.10 fenantrolin hydrochlorine sebanyak 0.5 ± 0.005 g. Larutkan kedalam labu ukur 1 liter, penuhkan sampai tanda, dan aduk sampai rata. Larutan akan menjadi terang atau merah muda. Larutan akan dapat dipakai dalam waktu 2 bulan bila menggunakan labu plastik sebagai tempatnya.

- Larutan sangga/buffer hexamethylene.

Larutkan 150 ± 0.5 g hexamethylenetetramine dalam kira-kira 350 ml air. Jika terdapat kristal yang tertinggal, lakukan penyaringan dengan kertas saring fiberglas (Whatman GF/C atau kertas saring yang mempunyai mutu hampir sama). Masukkan larutan tersebut kedalam labu ukur 500 ml dan tambahkan 6 ml ammonia 25%. Larutan ini dapat bertahan untuk dua bulan, dengan anggapan bahwa larutan ini disimpan dalam labu polythene, dan sesudah digunakan, ditutup lagi segera.

- Larutan bahan untuk pembuatan larutan baku Aluminium 0.5 g/l larutkan 8.79 g Kalium Aluminium sulfat ($\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$) kedalam air terdestilasi. Tambahkan 20 ml HCl (12 mol/l). Masukkan kedalam labu ukur 1 liter. Tambahkan air destilasi sampai tanda dan aduk sampai rata.

- Larutan baku Aluminium I (5 mg/l).

Pipet 10 ml dari larutan bahan Al, masukkan kedalam labu ukur 1 liter dan tambahkan 20 ml HCl (5 mol/l), tambahkan air destilasi sampai tanda dan aduk sampai rata.

- Larutan baku Aluminium II (0.1 mg/l)

pipet 10 ml larutan baku I (5 mg/l) kedalam labu ukur 500 ml. Tambahkan 10 ml HCl (5 mol/l) dan tambahkan sampai tanda dengan air destilasi dan aduk sampai rata. Kedua larutan baku dibuat selalu baru setiap hari.

12. CARA PENENTUAN NORMALITAS BAHAN

12.1. Normalitas AgNO_3

12.1.1. Normalitas AgNO_3 0.005 n

- Pipet 1 ml 0.05 n NaCl , larutan baku. Perlakukan seperti contoh yang biasa. Catat jumlah yang diperlukan untuk mencapai titik akhir.

$$\text{Normalitas} = 0.05 / \text{jumlah titran (ml)}$$

12.1.2. Normalitas AgNO_3 0.05 n

- Pipet 10 ml NaCl 0.05 n larutan baku. Perlakukan seperti contoh yang biasa. Catat jumlah yang diperlukan mencapai titik akhir.

$$\text{Normalitas} = 0.5 / \text{jumlah titran (ml)}$$

12.2. Normalitas HCl

12.2.1. Normalitas HCl 0.01 n

- Pipet 2 ml Na_2CO_3 0.05 n larutan baku. Perlakukan seperti contoh biasa. Catat jumlah yang diperlukan untuk mencapai titik akhir.

$$\text{Normalitas} = 0.1 / \text{jumlah titran (ml)}$$

atau

- Titrasi 20.00 ml HCl dalam gelas piala 100 ml, dengan larutan AgNO_3 0.05 n untuk menghitung kloridanya. Catat volume yang diperlukan mencapai titik akhir.

$$\text{Normalitas} = (\text{Volume } \text{AgNO}_3 \times \text{normalitas } \text{AgNO}_3) / 20.00$$

12.2.2. Normalitas HCl 0.1 n

- Pipet 20 ml 0.05 n Na_2CO_3 larutan baku. Perlakukan seperti contoh biasa. Catat jumlah yang diperlukan untuk mencapai titik akhir.
Normalitas = $1.0/\text{jumlah titran (ml)}$

atau

- Titrasi 5.00 ml HCl kedalam gelas piala 100 ml, titrasi dengan larutan AgNO_3 0.05 n untuk mengukur khlorida. Catat volume untuk mencapai titik akhir.

$$\text{Normalitas} = \text{Volume AgNO}_3 \times \text{normalitas AgNO}_3 / 5.00$$

13. PENETAPAN KHLORIDA DENGAN MENGGUNAKAN INDIKATOR

13.1. Contoh air

- Pipet 20 ml contoh kedalam labu erlenmeyer 100 ml.
- Tambahkan 10 tetes (kira-kira 0.2 ml) larutan indikator.
- Titrasi dengan 0.05 n AgNO_3 sampai titik akhirnya menunjukkan warna merah muda/kuning.
- Catat jumlah AgNO_3 yang digunakan (a ml).
- Lakukan titrasi terhadap blanko, gunakan 20 ml air destilasi.
- Catat jumlah yang digunakan (b ml).
- Catat normalitas larutan.

13.2. Perhitungan

$$\begin{aligned} [\text{Cl}^-] &= 50 \times n \times (a-b) && (\text{meq/l}) \\ &= 50 \times n \times 35.4 \times (a-b) && (\text{mg/l}) \end{aligned}$$

n = normalitas larutan AgNO_3

a = jumlah AgNO_3 yang digunakan untuk contoh

b = jumlah AgNO_3 yang digunakan untuk blanko

Jika contoh yang digunakan tidak 20 ml, misalnya r ml, maka kalikan hasilnya dengan faktor koreksi 20/r.

13.3. Bahan kimia

- Indikator Kalium Khromat: larutkan 5 gram Kalium Khromat dalam 50 ml air destilasi.
- 1 N HNO_3 : encerkan 7 ml HNO_3 pekat kedalam 1 Liter.
- 0.05 n AgNO_3 : larutkan 8.4935 g AgNO_3 kedalam labu ukur/takar 1 liter, dengan menggunakan air destilasi sebagai pelarut.

14. PENETAPAN BIKARBONAT DAN KARBONAT DENGAN TITRASI/INDIKATOR

14.1. Contoh air

- Pipet 50 ml contoh kedalam labu Erlemeyer 100 ml.
- Tambah setetes larutan indikator phenolphtalein.
- Jika larutan berwarna merah, titrasi dengan 0.1 n HCl sampai warnanya hilang.
- Catat jumlah HCl yang digunakan (a ml).
- Tambahkan 2 tetes larutan indikator methyl-jingga.
- Titrasi dengan 0.1 n HCl sampai warna berubah dari kuning ke jingga .
- Catat HCl yang digunakan (b ml).
- Catat normalitas larutan.
- Bahan indikator phenolphtalein, dibuat dengan melarutkan 1 g phenolphtalein didalam 100 ml ethanol 96 persen.
- Indikator methyl-jingga, dibuat dengan melarutkan 100 mg methyl-jingga ke dalam satu liter air destilasi.
- Larutan titrant 0.1 n HCl, dibuat dengan mengencerkan 8.3 ml HCL pekat dengan air destilasi, dalam labu ukur/takar.

14.2. Perhitungan

$$[\text{CO}_3] = 40 \times n \times a \text{ (meq/l) atau } 40 \times n \times a \times 30 \text{ mg/l}$$

$$[\text{HCO}_3] = 20 \times (b-2a) \text{ (meq/l) atau } 20 \times n \times (b-2a) \times 6 \text{ mg/l}$$

n = normalitas larutan HCl

a = jumlah HCl yang diberikan pertama

b = jumlah HCl yang diberikan kedua

14.3. Bahan kimia

- Phenolphtalein.
- Methyl-jingga.

15. PENETAPAN KALSIUM DAN MAGNESIUM DENGAN TITRASI

Cara ini cocok untuk menentukan kandungan Ca dan Mg dengan konsentrasi minimum 1 mg/liter.

15.1. Penentuan Ca dan Mg (Total hardness)

(Total hardness: istilah untuk penetapan larutan atau cairan -yaitu kepekatan suatu unsur atau Ca dan Mg pada suatu larutan).

15.1.1. Cara kerja

- Pipet .. ml (W1), masukkan kedalam labu kerucut dan encerkan dengan air destilasi sampai mencapai 100 ml.
- Tambahkan sedikit demi sedikit 5 ml larutan buffer/sangga 5 ml larutan triethanolamine, 5 ml larutan Mg EDTA, 10 tetes (+/- 0.5 ml) Kaliumsianida (KCN) dan indikator supaya larutan berwarna. Aduk setiap kali penambahan. Titrasi dengan larutan Na₂EDTA sampai warna hijau tidak berubah (catat penambahan sebagai V1 ml)

15.1.2. Perhitungan

- Untuk menghitung total hardness digunakan rumus sbb:

$$Ht = 1000 V1.C/W1$$

Ht: Total hardness (m mol/l)

V1: Jumlah Na₂ EDTA yang terpakai (ml)

C : molaritas Na₂ EDTA (mol/l)

W1: air yang dipipet (ml)

15.2. Penetapan Ca

15.2.1 Cara kerja

- Pipet .. ml (W_2) kedalam labu kerucut dan encerkan dengan air destilasi sampai 100 ml.
- Tambahkan sedekiti-sedikit 5 ml triethanolamine, 4 ml KOH dan 10 tetes (0.5 ml) KCN serta secukupnya larutan indikator, sehingga larutan berwarna.
- Aduk setiap kali penambahan.
- Titrasi dengan Na_2EDTA hingga warna biru tidak berubah kembali.

15.2.2. Perhitungan

- Kandungan Ca^{++} dapat dihitung dengan rumus:

$$Ca^{++} = 1000 V_2 C * 40.08/w_2$$

Ca^{++} : Kandungan Ca dalam mmg/l

V_2 : jumlah Na_2EDTA yang ditambahkan (ml)

C : molaritas Na_2EDTA (mol/l)

W_2 : jumlah air yang terpipet dengan cara penetapan Ca.

15.3. Penetapan Kandungan Mg

Penetapan kandungan Mg, dapat langsung diperhitungkan dari hasil analisa Kandungan Ca dan Total Hardness. Rumus yang digunakan adalah sebagai berikut:

$$Mg^{++} = (Ht - (Ca^{++}/40.08)) * 24.32$$

Mg^{++} : Kandungan Mg (mmg/l)

Ca^{++} : Kandungan Ca (mmg/l)

Ht : Total Hardness (mmol/l)

catatan:

1. Jika air mengandung Karbonat ($-\text{CO}_3$) dan atau hidrokarbonat (HCO_3) lebih dari 10 mg seliter. Tambahkan sedikit HNO_3 (sampai pH 2), panaskan sebentar/diuapkan, netralsir dalam methyl-merah.
2. Jika contoh yang dipipet mengandung lebih dari 1.5 mg besi, larutan triethanolamine yang ditambahkan tidak cukup untuk menetralsir perombakan tersebut. Dalam kasus ini, tambahkan 5 ml larutan triethanolamine setiap 2 mg besi.

15.4. Bahan Kimia/Pereaksi

- Larutan Na_2EDTA 0.025 mol/l (molarity C).
Larutkan 10 g $\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam gelas ukur dan encerkan dengan air destilasi sampai 1 liter. Simpan larutan ini pada botol plastik.
- Larutan standard/baku kalsium (Ca).
Larutkan 1000 mg (= a) CaCO_3 (Kalsium Karbonat) dalam 50 ml. Asam Khlorida (HCl) 5 m. Panaskan larutan beberapa menit dan encerkan sesudah dingin dalam gelas ukur 500 ml. Sebelum dilarutkan keringkan CaCO_3 selama 2 jam pada suhu 400°C .
- Indikator:
 - a. Untuk penetapan total hardness.
Aduk 0.1 g Eriochrom Black T. dan 0.04 g Methyl merah dengan 30 g KCl di suatu mortar.
 - b. Untuk penetapan Kalsium (Ca).
Aduk 0.1 g Calconcarbonacid 2 Hydroxy-1-(2Hydroxy-4-sulfo-1-naftylazo)-3naftalene carbon acid dicampur 30 g KCl (kalium khlorida) dalam mortar.
- Larutan KOH (Kalium hidroksida).
Larutkan 50 g KOH ke dalam 100 ml air terdestilasi.
- Larutan Magnesium EDTA (Mg-EDTA) 3 g/liter.
Larutkan 3 g $\text{MgEDTA} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kedalam 1 liter air destilasi
- Larutan Sangga/Bufer pH 10.3 -10.5.
Larutkan 75 g glycine ($\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COOH}$) kedalam 500 ml air destilasi. Tambahkan secukupnya larutan KOH, hingga pH mencapai 10.3-10.5. Simpan larutan di dalam botol plastik.

- Larutan KCN (Kalium sianida) - Larutan ini sangat beracun sehingga perlu diperhatikan penyimpanan dan penggunaannya. Larutkan 10 g KCN di dalam 100 ml air destilasi.
- Larutan titran Na₂EDTA 0.025 mol/liter.
 - a. Pipet 50 ml larutan Ca kedalam labu kerucut berukuran 250 ml, encerkan dengan air destilasi menjadi 100 ml, tambah 5 ml larutan sangga, 5 ml larutan triethanol, 5 ml larutan MgEDTA dan 10 tetes (kira-kira 0.5 ml) larutan KCN, dan secukupnya larutan indikator sehingga larutan tersebut berwarna. Titrasi perlahan-lahan dengan larutan Na₂EDTA, sehingga warna hijau tidak berubah lagi. Molaritas dihitung.

$$C = a/10 \cdot m_{\text{CaCO}_3} \cdot V$$

C : molar larutan Na₂EDTA
 a : berat sejumlah CaCO₃ (mg)
 m_{CaCO_3} : berat molar CaCO₃ (100,1 g/mol)
 V : volume larutan Na₂EDTA yang digunakan (ml)

- b. Pipet 50 ml larutan Kalsium (Ca) kedalam labu ukur ukuran 250 ml. Encerkan sampai 100 ml dengan air destilasi. Tambahkan 5 ml larutan triethanolamine, 4 ml larutan KOH, 10 tetes (kira-kira 0.5 ml) larutan KCN dan secukupnya larutan indikator supaya larutan berwarna. Kemudian titrasi dengan larutan Na₂EDTA sehingga warna hijau tidak berubah lagi.

$$C_1 = a/10 \cdot m_{\text{CaCO}_3} \cdot V$$

C₁ : Molar larutan Na₂EDTA (mol/liter)
 a : berat CaCO₃ (mg)
 m_{CaCO_3} : berat molar CaCO₃ (100.1 g/mol)
 V : volume larutan Na₂EDTA yang digunakan (ml)

*PERLU diperhatikan bahwa nilai C dan C₁ harus berada pada didalam batas nilai hasil analisa duplo. Jika nilai diluar selang maka perlu diperhatikan bahan kimia yang digunakan.

DAFTAR PUSTAKA

NEN, 1983. Photometric determination of aluminium content. NEN 6478.

NEN, 1979. Determination of total hardness and calcium and magnesium content. NEN 6441. 1979

NEN, 1981. Photometric determination of nitrate content. NEN 6440.

AMERICAN PUBLISHING HEALTH ASSOCIATION, 1975 Standard methods for the examination of water and waste water. 14th edition. American Publ. Health. Assn. Washington D.C.