

PAIR/P. 990/98

UJI BANDING METODE KIBA-ROBINSON DAN
METODE RAFTER-ROBINSON UNTUK PENENIU-
AN MILAI ³⁴S DARI BARIUM SULFAT
DIN 5033

Efarista Ristin P.I., Djiono.,
Satrio

**UJI BANDING METODE KIBA - ROBINSON DAN METODE RAFTER - ROBINSON
UNTUK PENENTUAN NILAI $\delta^{34}\text{S}$ DARI BARIUM SULFAT DIN 5033**

Evarista Ristin P.I, Djiono, Satrio

Abstrak

Uji banding metode KIBA - ROBINSON dan metode RAFTER - ROBINSON untuk penentuan nilai $\delta^{34}\text{S}$ barium sulfat DIN 5033. Metode KIBA adalah reaksi reduksi ion sulfat dari sampel padat menjadi gas hidrogen sulfida dengan menggunakan $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$ pekat sedangkan metode RAFTER menggunakan grafit untuk mereduksi barium sulfat dari sampel air menjadi gas CO_2 dan barium sulfida. Kedua senyawa sulfida tersebut selanjutnya dioksidasi dengan tembaga (I) oksida (Cu_2O) untuk melepaskan gas SO_2 , yang disebut sebagai metode ROBINSON. Gas SO_2 selanjutnya dialirkan ke spektrometer massa "Delta S" untuk penentuan nilai $\delta^{34}\text{S}$. Dari uji statistik dengan peubah acak t (t-student), disimpulkan bahwa penambahan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 33,62 hingga 40 g tidak mempengaruhi nilai $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ (‰) dan kadar sulfur dari sampel BaSO_4 DIN 5033. Nilai $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ BaSO_4 DIN 5033 yang diperoleh dengan metode RAFTER - ROBINSON adalah $4,44 \pm 0,241$ ‰ sedangkan dengan metode KIBA-ROBINSON adalah $4,274 \pm 0,202$ ‰. Sehingga faktor koreksi $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ (‰) dari sampel padat yang dianalisis dengan metode KIBA-ROBINSON adalah 1,0388395.

Abstract

A comparison test between KIBA - ROBINSON method and RAFTER - ROBINSON method for determination of $\delta^{34}\text{S}$ value from barium sulfat DIN 5033. KIBA method is a reduction sulfate from solid samples to hydrogen sulfide gas by stannous chloride (SnCl_2) in strong phosphoric acid. While Rafter method is a reduction sulfate as barium sulfate from liquid samples to carbon dioxide (CO_2) gas and barium sulfide by graphite as a reducing agent. Both of sulfides are oxidized by cuprous oxide (Cu_2O) to release SO_2 gas and then this gas is flown to mass spectrometer for determination of $\delta^{34}\text{S}$ value. This oxidation process is called by ROBINSON method. Statistics test by student's t distribution shows that there is no difference $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ (‰) value and sulfur content as a result of addition 33,62 g to 40 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. The $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ BaSO_4 DIN 5033 analyzed by RAFTER-ROBINSON method is $4,44 \pm 0,241$ ‰ while by KIBA-ROBINSON method is $4,274 \pm 0,202$ ‰. It is concluded that correction factor of $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ (‰) value from solid sample analyzed by KIBA-ROBINSON method is 1,0388395.

Makalah ini akan diajukan dalam majalah BATAN
Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi-BATAN

Pendahuluan

Sulfur ($Z=16$) mempunyai 4 isotop stabil yaitu: ^{32}S , ^{33}S , ^{34}S , dan ^{36}S dengan kelimpahan berturut-turut 95,02%; 0,75%; 4,21% dan 0,02%. Karena kelimpahan massa yang relatif cukup besar pada isotop ^{32}S dan ^{34}S maka perbandingan konsentrasi isotop ^{34}S terhadap ^{32}S signifikan untuk ditentukan dengan spektrometer massa. Nilai perbandingan relatif kedua isotop tersebut dinyatakan sebagai δ (delta) ^{34}S dengan satuan permill (‰) dan diacu terhadap standar triolite (FeS) Canon Diablo atau disingkat CDT (1).

Dalam pemanfaatannya pengukuran isotop sulfur dapat digunakan sebagai sidik jari (*finger print*) dalam studi asal-usul (sumber) polutan senyawa sulfur di air maupun di udara, sumber dan migrasi minyak, asal-usul batuan (petrogenesis), geotermometer suatu lapangan panasbumi. Penerapan metode isotop sulfur dalam pemecahan masalah tersebut didasarkan oleh adanya proses fraksinasi isotop dalam suatu reaksi kimia yang disebabkan oleh perbedaan sifat kimia-fisika tiap-tiap isotop sehingga terjadi proses distribusi (partisi) isotop pada setiap senyawa. Akibat proses tersebut, perbandingan relatif konsentrasi isotop ^{34}S dan ^{32}S dalam dua spesies (senyawa) mempunyai sifat khas atau spesifik dan sangat tergantung pada sumber (asal-usul) senyawa serta lingkungan yang mempengaruhinya (2).

Mengingat pentingnya penggunaan isotop sulfur sebagai parameter dalam pemecahan masalah lingkungan seperti menurunnya kualitas udara atau air akibat polusi oleh senyawa sulfur, sedangkan di alam dalam berbagai bentuk dan fase senyawaan maka diperlukan metode preparasi sampel lapangan agar dapat dianalisis. Beberapa metode preparasi sampel untuk mendapatkan gas SO_2 telah dikembangkan oleh KIBA (3), RAFTER (4) dan ROBINSON (5). Gas SO_2 yang dihasilkan tersebut dialirkan dalam spektrometer massa untuk pengukuran $\delta^{34}\text{S}$. Kedua metode tersebut berbeda penerapannya dalam hal bentuk sampel senyawa sulfur yang akan dianalisis. Metode KIBA diterapkan bila sampel berupa padatan yang mengandung sulfida,

...sifat unsur elemental dan tidak memerlukan perlakuan awal terhadap sampel lapangan. Sedangkan metode RAFTER memerlukan perlakuan awal terhadap sampel lapangan yang berupa air, yaitu dengan melulusi ion sulfatnya dalam resin penukar ion.

Tujuan penelitian ini adalah membandingkan nilai $\delta^{34}\text{S}$ yang diperoleh dari metode KIBA dengan variabel penambahan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan metode RAFTER dengan sampel berupa BaSO_4 DIN 5033 sehingga dapat diketahui faktor pengoreksi pereaksi KIBA bila diterapkan pada sampel lapangan. Untuk mengetahui apakah ada perbedaan nilai $\delta^{34}\text{S}$ dari kedua metode tersebut dilakukan uji statistik dengan peubah acak t (t-Student) (6). Nilai tersebut juga dibandingkan dengan nilai $\delta^{34}\text{S}$ BaSO_4 DIN 5033 yang dianalisis di laboratorium Pakistan Institute of Nuclear Science and Technology (PINSTECH) - Islamabad - Pakistan.

Bahan dan metode

Bahan. Bahan yang digunakan ialah BaSO_4 untuk standar DIN 5033 (Merck), grafit, Cu_2O , AgNO_3 , $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, nitrogen cair, gas nitrogen, es kering, aseton, H_3PO_4 pekat, lempeng platina.

Alat. Alat yang digunakan ialah *sulphate preparation line*, *sulphide preparation line*, spektrometer massa "Delta S", rangkaian alat gelas untuk pembuatan pereaksi KIBA dan untuk mengekstraksi gas H_2S , pompa hisap "water jet pump".

Tata kerja. Tata kerja meliputi 3 tahapan untuk analisis dengan metode KIBA-ROBINSON dan 2 tahapan untuk analisis dengan metode RAFTER-ROBINSON.

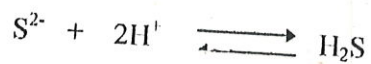
1. Pembuatan pereaksi KIBA

300 ml H_3PO_4 pekat (85%) dipanaskan hingga 250°C selama 1 jam, uap air dan kontaminan lain dikeluarkan lewat pompa hisap. H_3PO_4 100% yang dihasilkan didinginkan hingga 150°C kemudian ditambahkan SnCl_2 33,62 g untuk KIBA I; 35,4 g untuk KIBA II; 38,5

20 g untuk KIBA III dan 40 g untuk KIBA IV. Reaksi berlangsung pada suhu hingga 280°C selama 1 jam sambil dialirkan gas nitrogen untuk mendorong gas HCl keluar dan dibantu dengan pompa hisap "water jet pump". Rangkaian alat percobaan reaksi tersebut tertera pada gambar 1.

2. Ekstraksi gas H₂S dengan metode KIBA

Prinsip metode KIBA yaitu reaksi reduksi ion sulfat menjadi gas H₂S dengan menggunakan reduktor Sn²⁺ dalam H₃PO₄ pekat (disebut pereaksi KIBA). Reaksi yang terjadi sebagai berikut:



Sekitar 1 g BaSO₄ DIN 5033 dan 10 ml pereaksi KIBA dipanaskan hingga suhu 280°C selama 1 jam sambil dialirkan gas nitrogen. Gas H₂S yang terbentuk akan terendapkan dalam larutan AgNO₃ 0,1 N. Endapan Ag₂S disaring kemudian dikeringkan pada suhu kamar untuk selanjutnya dianalisis dengan metode Robinson. Ekstraksi ini diulang 5 kali untuk tiap-tiap pereaksi KIBA. Rangkaian alat percobaan reaksi tersebut tertera pada gambar 2.

3. Ekstraksi gas SO₂ dengan metode Robinson

Prinsip metode ROBINSON adalah pengoksidasian senyawa sulfida berupa Ag₂S dengan oksidator tembaga I oksida (Cu₂O). Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



10 g Ag₂S yang terbentuk dari ekstraksi BaSO₄ DIN 5033 digerus bersama dengan 30 mg Cu₂O kemudian ditempatkan pada lempeng platina dalam tanur. Sampel dipanaskan pada suhu 100°C untuk menguapkan air dan kontaminan lain yang kemudian dibekukan pada suhu -80°C dalam pendingin nitrogen cair I. Selama reaksi pendingin ini dijaga pada suhu tetap -80°C. Selanjutnya sampel dipanaskan pada suhu 1000°C selama 8 menit dalam kondisi vakum untuk melepaskan gas SO₂. Gas ini dibekukan pada suhu -135°C pada pendingin nitrogen cair II

kemudian dialirkan pada botol sampel untuk di analisis $\delta^{34}\text{S}$ nya dengan spektrometer massa "Delta S". Rangkaian alat *sulphide preparation line* tertera pada gambar 3.

4. Ekstraksi gas CO_2 dengan metode Rafter.

Prinsip metode RAFTER yaitu reaksi reduksi ion sulfat dengan grafit untuk memperoleh gas CO_2 untuk analisis $\delta^{18}\text{O}$. Reaksi yang terjadi sebagai berikut:



20 mg BaSO_4 DIN 5033 dan 40 mg grafit dimasukkan dalam lempeng platina dalam tanur. Sampel dipanaskan hingga 100°C (pada variac 60 V) untuk melepaskan uap air yang selanjutnya dibekukan pada pendingin es kering - aseton. Kemudian sampel dipanaskan hingga 1000°C (pada variac 120 V) secara bertahap. Gas CO_2 dan CO yang dihasilkan ditampung pada reaktor gelas yang dilengkapi dengan 2 elektroda platina dan tercelup pada nitrogen cair. Dialirkan tegangan tinggi untuk mengoksidasi gas CO menjadi gas CO_2 . Gas CO_2 ditampung dalam botol sampel untuk dialirkan pada spektrometer massa "SIRA 9 untuk analisis $\delta^{18}\text{O}$ nya (bila dikehendaki). Sedangkan BaS sebagai residu dilarutkan dengan aquadest kemudian ke dalam filtratnya ditambahkan AgNO_3 0,1 N. Endapan Ag_2S yang terbentuk disaring dan dikeringkan pada suhu kamar untuk selanjutnya dianalisis dengan metode Robinson seperti di atas. Rangkaian alat *sulphate preparation line* tertera pada gambar 4.

Hasil dan pembahasan

Tabel 1 memperlihatkan hasil analisis kadar sulfur (dalam %) dan nilai ratio relatif $\delta^{34}\text{S}$ dalam per ‰ CDT dari zat sulfat BaSO_4 DIN 5033 yang dianalisis dengan metode KIBA-ROBINSON. Hasil rata-rata nilai $\delta^{34}\text{S}$ yang diperoleh menggunakan jumlah pereaksi SnCl_2 yang berbeda-beda seperti KIBA I (SnCl_2 33,62 g), KIBA II ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 35,4 g), KIBA III ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 38,5 g), KIBA IV ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 40 g) dengan 5 kali ulangan analisis masing-masing

memunyai nilai adalah sebagai berikut: $4,136 \pm 0,156 \text{ ‰}$; $4,404 \pm 0,130 \text{ ‰}$; $4,293 \pm 0,191 \text{ ‰}$; $4,31 \pm 0,262 \text{ ‰}$.

Tabel 1. Kandungan sulfur (%) dan nilai $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ (‰) BaSO_4 DIN 5033 yang dianalisis dengan metode KIBA - ROBINSON dengan variabel penambahan berat SnCl_2

No	berat BaSO_4 (gr)	Pereaksi KIBA	berat Ag_2S (gr)	kadar sulfur (%)	Nilai $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ (‰)
1.	1,005	I	0,168	2,163	4,016
2.	1,023	I	0,213	2,694	3,934
3.	1,006	I	0,170	2,186	4,293
4.	1,002	I	0,191	2,466	4,173
5.	1,009	I	0,181	2,163	4,266
rerata				$2,334 \pm 0,238$	$4,136 \pm 0,156$
1.	1,025	II	0,265	3,347	4,230
2.	1,005	II	0,224	2,884	4,488
3.	1,004	II	0,195	2,509	4,411
4.	1,006	II	0,226	2,907	4,331
5.	1,005	II	0,237	3,051	4,562
rerata				$2,9396 \pm 0,303$	$4,404 \pm 0,130$
1.	1,002	III	0,186	2,402	4,292
2.	1,004	III	0,172	2,217	3,986
3.	1,002	III	0,186	2,402	4,347
4.	1,004	III	0,197	2,539	4,471
5.	1,003	III	0,199	2,567	4,121
rerata				$2,425 \pm 0,139$	$4,293 \pm 0,191$
1.	1,005	IV	0,236	3,038	3,975
2.	1,007	IV	0,279	3,585	4,679
3.	1,004	IV	0,213	2,745	4,328
4.	1,008	IV	0,234	3,004	4,176
5.	1,001	IV	0,201	2,598	4,397
rerata				$2,994 \pm 0,377$	$4,311 \pm 0,262$

Untuk mengetahui apakah penambahan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebagai reduktor mempengaruhi nilai $\delta^{34}\text{S}$ dan kadar sulfur maka dilakukan uji variabel dengan peubah acak t (t-Student) menggunakan formula statistik sebagai berikut:

$$= \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2)}{\sqrt{(S_1^2/n_1) + (S_2^2/n_2)}}$$

Untuk penerimaan bahwa tidak ada perbedaan nilai $\delta^{34}\text{S}$ akibat penambahan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ maka probabilitas uji variabel t dengan tingkat signifikansi 0,02 dan derajat kebebasan 4 harus memenuhi syarat sebagai berikut:

$$P [-t_{\alpha/2} (n-1)_{\text{tabel}} < t \text{ hitung} < t_{\alpha/2} (n-1)_{\text{tabel}}] = 1-\alpha$$

$$P [-3,75 < t \text{ hitung} < 3,75] = 0,98$$

Tabel 2. Nilai t hitung untuk rata-rata nilai $\delta^{34}\text{S}$ dan kadar sulfur

uji banding pereaksi	nilai t hitung	
	$\delta^{34}\text{S}$	kadar sulfur
KIBA I terhadap KIBA II	-2,951	-3,515
KIBA I terhadap KIBA III	-1,424	-0,738
KIBA I terhadap KIBA IV	-1,283	-3,310
KIBA II terhadap KIBA III	1,074	3,452
KIBA II terhadap KIBA IV	0,711	-0,251
KIBA III terhadap KIBA IV	-0,124	-3,166

Berdasarkan tabel 2 diatas maka seluruh nilai t hitung untuk $\delta^{34}\text{S}$ berada pada probabilitas penerimaan sehingga disimpulkan bahwa penambahan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam pembuatan pereaksi KIBA sebanyak 33,62 hingga 40 g tidak mempengaruhi nilai $\delta^{34}\text{S}$ BaSO_4 DIN 5033.

Kadar sulfur dihitung dengan persamaan sebagai berikut (7) :

$$\text{kadar S} = \frac{\text{Bm S} / \text{Bm Ag}_2\text{S} \times \text{berat Ag}_2\text{S}}{\text{berat sampel}} \times 100 \%$$

Rata-rata kadar sulfur (%) BaSO_4 DIN 5033 yang diperoleh dari ekstraksi dengan pereaksi KIBA I, II, III, IV berturut-turut adalah $2,334 \pm 0,238 \%$; $2,907 \pm 0,303 \%$; $2,425 \pm 0,139 \%$; dan

$2.994 \pm 0,377 \%$. Berdasarkan tabel 2 diatas terlihat bahwa nilai t hitung untuk rata-rata kadar sulfur berada pada probabilitas penerimaan sehingga dapat disimpulkan bahwa penambahan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 33,62 g hingga 40 g tidak mempengaruhi kadar sulfur. Tetapi penentuan kuantitatif sulfur dengan uji merusak menggunakan metode KIBA ini dalam analisisnya terdapat beberapa kendala seperti penimbangan, penyaringan, jenis reduktor yang dipakai dan lain-lain sehingga untuk memperoleh nilai hasil analisis yang baik maka perlu dibandingkan dengan uji tak merusak menggunakan metode XRF (X-ray Fluorescence) sehingga dapat diketahui efisiensi ekstraksinya.

Tabel 3 memperlihatkan rata-rata nilai $\delta^{34}\text{S}$ BaSO_4 DIN 5033 adalah $4,44 \pm 0,241 \text{ ‰}$ yang diperoleh melalui analisis metode RAFTER - ROBINSON dengan 10 kali ulangan. Uji variabel t yang sama juga dilakukan untuk mengetahui uji beda rata-rata dari nilai $\delta^{34}\text{S}$ BaSO_4 DIN 5033 yang dianalisis melalui metode KIBA - ROBINSON dan metode RAFTER - ROBINSON. Karena dalam uji statistik tidak menunjukkan adanya perbedaan nilai $\delta^{34}\text{S}$ BaSO_4 DIN 5033 yang diperoleh akibat penambahan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam pembuatan pereaksi KIBA maka nilai $\delta^{34}\text{S}$ BaSO_4 DIN 5033 merupakan nilai rata-rata hasil keseluruhan analisis, yaitu $4,274 \pm 0,202 \text{ ‰}$. Uji variabel t dihitung seperti persamaan di atas sedangkan uji t kritis perlu dihitung karena adanya perbedaan jumlah derajat kebebasan analisis antara kedua metode tersebut. Perhitungan t kritis dengan persamaan sebagai berikut:

$$t \text{ kritis} = \frac{(S_1^2/n_1) \cdot t_{1 \text{ tabel}} + (S_2^2/n_2) \cdot t_{2 \text{ tabel}}}{S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2}$$

Diperoleh t hitung adalah -1,874 sedangkan t kritis 2,747. Uji variabel t dengan tingkat signifikansi 0,02 terletak pada probabilitas $P [-2,747 < -1,874 < 2,747] = 0,98$. Hal ini berarti tidak ada perbedaan rata-rata nilai $\delta^{34}\text{S}$ BaSO_4 DIN 5033 yang dianalisis dengan metode KIBA - ROBINSON dengan metode RAFTER - ROBINSON.

Tabel 3. Nilai $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ (‰) BaSO_4 DIN 5033 yang dianalisis dengan metode RAFTER - ROBINSON

No.	Nilai $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ (‰)
1.	3,99
2.	4,34
3.	4,69
4.	4,67
5.	4,56
6.	4,43
7.	4,07
8.	4,51
9.	4,53
10.	4,61
rerata	$4,440 \pm 0,241$

Faktor pengoreksi dihitung dengan membandingkan rata-rata nilai $\delta^{34}\text{S}$ BaSO_4 DIN 5033 yang diperoleh dengan metode RAFTER -ROBINSON terhadap rata-rata nilai $\delta^{34}\text{S}$ BaSO_4 DIN 5033 yang diperoleh dengan metode KIBA - ROBINSON. Diperoleh faktor koreksi dengan metode KIBA - ROBINSON sebesar 1,0388395. Nilai ini berguna sebagai faktor pengali bila digunakan pada studi kasus polusi senyawa sulfur dalam air tanah, air sungai dan lain-lain yang melibatkan sampel lapangan berupa air sebagai media maupun padatan (misalnya batuan) yang diindikasikan sebagai sumber pencemar. Sehingga diperoleh kesamaan nilai antara sampel air dan sampel padatan bila sampel padatan tersebut memang sebagai sumber pencemar, misalnya karena proses pelarutan batuan alunite, pyrit ataupun limbah padat dari pabrik.

Hasil interkalibrasi yang dilakukan dengan laboratorium Pakistan Institute of Nuclear Science and Technology (PINSTECH) Islamabad - Pakistan diperoleh nilai $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ BaSO_4 DIN

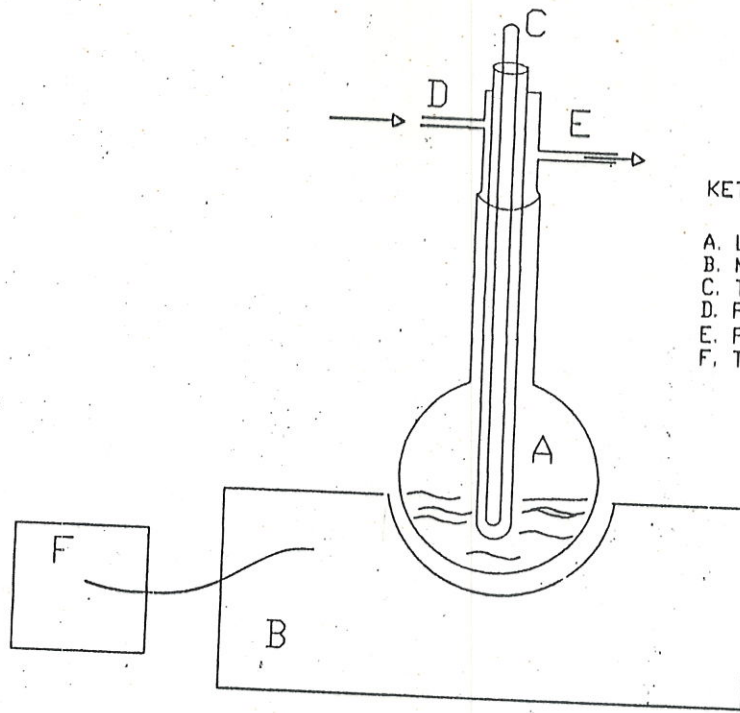
5033 adalah 5.14 ± 0.16 ‰. Terdapat selisih yang cukup besar yaitu 0,7 ‰ dengan nilai $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ yang dianalisis di Pakistan. Dalam hal ini belum dapat disimpulkan nilai $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ BaSO_4 DIN 5033 manakah yang dipakai sebagai acuan. Untuk itu masih diperlukan lebih banyak lagi hasil interkalibrasi dengan laboratorium di negara lain.

Kesimpulan

Disimpulkan bahwa penambahan SnCl_2 sebanyak 33,62 hingga 40 g tidak mempengaruhi nilai $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ (‰) dan kadar sulfur dari sampel BaSO_4 DIN 5033. Nilai $\delta^{34}\text{S}_{\text{CDT}}$ (‰) BaSO_4 DIN 5033 yang diperoleh dengan metode RAFTER -ROBINSON adalah $4,44 \pm 0,241$ ‰ sedangkan dengan metode KIBA-ROBINSON adalah $4,274 \pm 0,202$ ‰ sehingga faktor koreksi analisis dengan metode KIBA-ROBINSON adalah 1,0388395.

Daftar Pustaka

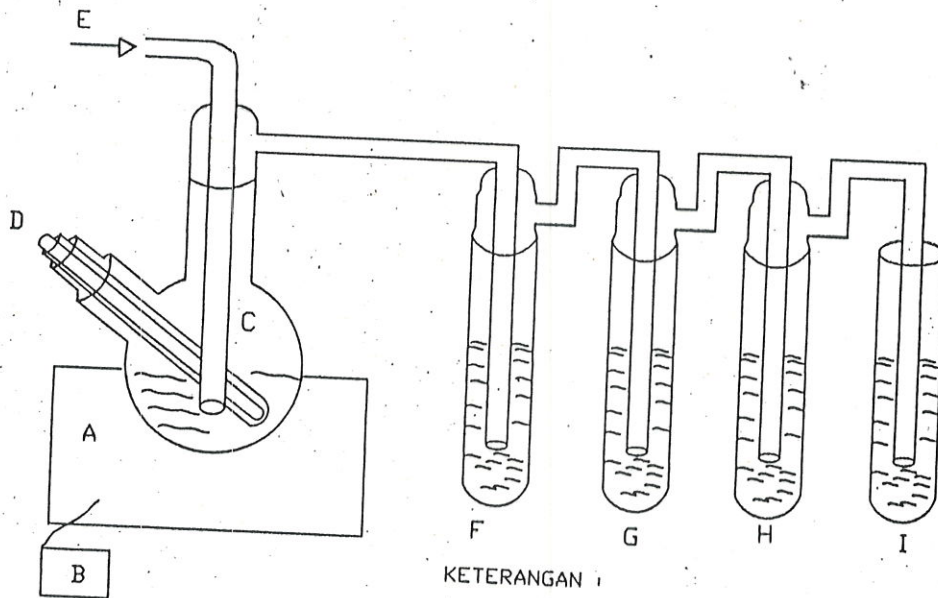
1. HOEFS, J, Stable Isotope Geochemistry, 2.nd edition, New York (1980)
2. FRITS and FONTES, Ch, Handbook of Environmental Isotope Geochemistry, vol 1, Amsterdam (1980)
3. SASAKI, A and FOLINSBEE, R.E, "Kiba reagent method of sulfur extraction applied to isotopic work", Bull. Geol. Surv, vol 30, p 241-245, Japan (1979)
4. RAFTER, T.A, "A method for extraction of oxygen and its quantitative conversion to carbon dioxide for isotope radiation measurements", New Zealand Journal of Science, vol.10, p 493 (1967).
5. ROBINSON, B.W and Minoru, K, "Quantitative preparation of sulfur dioxide for $^{34}\text{S}/^{32}\text{S}$ analysis from sulphide by combustion with cuprous oxide", Analytical Chemistry, vol.47 (7), June (1975).
6. RITONGA ABDULRAHMAN, Statistika terapan untuk penelitian, Lembaga penerbit fakultas ekonomi universitas Indonesia, Jakarta (1987)
7. UNDERWOOD, A.I. dan DAY, R.A, Analisis Kimia Kuantitatif, edisi ke 4, Erlangga, Jakarta (1983)



KETERANGAN :

- A. Labu ekstraksi pyrex 500 ml
- B. Mantel Pemanas
- C. Termometer
- D. Pipa sambungan ke aliran gas Nitrogen
- E. Pipa sambungan ke water Jetpump
- F. Termostat

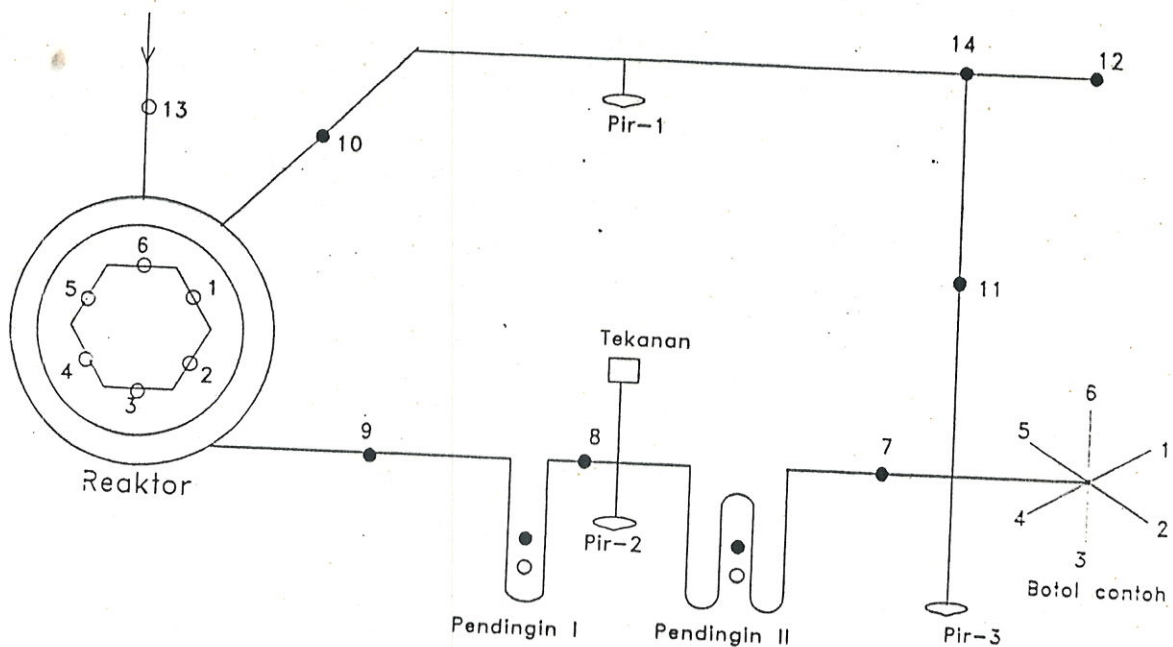
GAMBAR-1: REAKTOR PEMBUATAN PEREAKSI KIBA



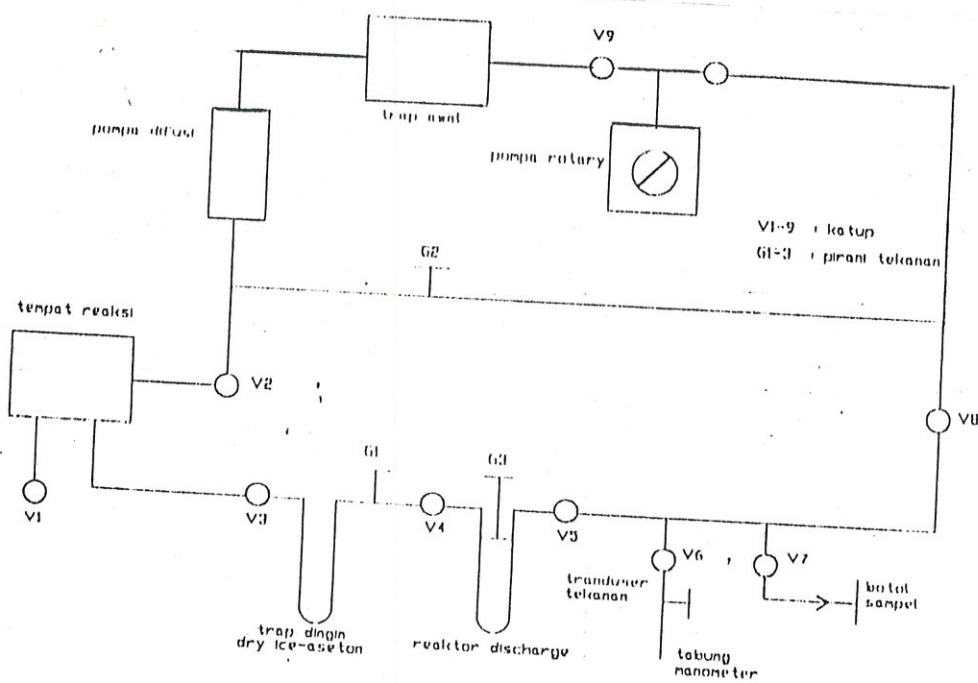
KETERANGAN :

- A. Mantel Pemanas
- B. Termostat
- C. Labu ekstraksi
- D. Termometer
- E. Pipa sambungan ke aliran gas Nitrogen
- F. Penjebak berisi air suling I
- G. Penjebak berisi air suling II
- H. Penjebak berisi larutan AgNO_3 I
- I. Penjebak berisi larutan AgNO_3 II

GAMBAR-2: RANGKAIAN ALAT EKSTRAKSI SULFUR



Gambar-3. Bagan pengestraksi gas SO_2
"Sulphide Preparation Line"



Gambar 4 Bagan alat 'sulphate preparation line'