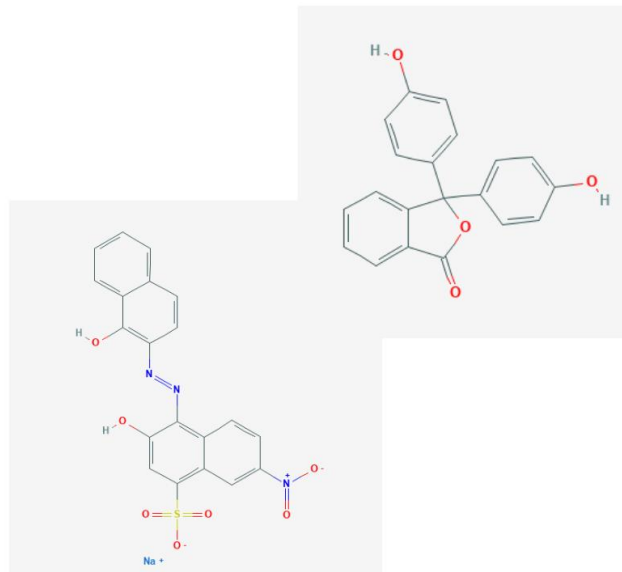




MODUL PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS

PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS FARMASI DAN SAINS
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH PROF. DR. HAMKA
JAKARTA



TIM PENYUSUN
RIZKY ARCINTHYA RACHMANIA, M.SI
FITRI YUNIARTI, M.SI.
HANIFAH RAHMI, S.SI., M.BIOMED

2019



PENGESAHAN

MODUL PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS

TIM PENYUSUN

RIZKY ARCINTHYA RACHMANIA, M.SI.

FITRI YUNIARTI, M.SI.

HANIFAH RAHMI, S.SI., M.BIOMED.

JAKARTA, 25 NOVEMBER 2019

KETUA PROGRAM STUDI

KORI YATI, M.FARM., APT.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kepada Allah Yang Maha Esa, atas limpahan rahmat dan petunjuknya sehingga Praktikum Kimia Analisis dapat diselesaikan. Penuntun praktikum ini disusun guna memberi petunjuk dan pegangan bagi para mahasiswa program Studi Ilmu kefarmasian yang akan melaksanakan praktikum Kimia Analisis.

Materi praktikum yang disajikan dalam penyusunan praktikum ini terdiri dari beberapa topik percobaan yang meliputi keamanan dan keselamatan kerja, teknik bekerja di laboratorium, analisis kualitatif dan kuantitatif .

Penyusun menyadari bahwa buku penuntun ini masih jauh dari sempurna dan mungkin masih banyak kekurangan. Untuk itu penyusun sangat mengharapkan kritik dan saran guna perbaikan Penuntun Praktikum Kimia Analisis, dan nantinya untuk dapat lebih menyempurnakandi kemudian hari.

Semoga Penuntun Praktikum Kimia Analisis ini dapat bermanfaat adanya.

Jakarta, November 2019

Tim penyusun

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	4
DAFTAR ISI	5
TATA TERTIB PRAKTIKUM	7
DESKRIPSI MATA KULIAH PRAKTIKUM	9
PETUNJUK PENGGUNAAN MODUL PRAKTIKUM	11
PRAKTIKUM 1: ANALISIS KATION GOLONGAN I	12
1. KOMPETENSI DASAR	12
2. INDIKATOR CAPAIAN	12
3. TUJUAN PRAKTIKUM	12
4. URAIAN TEORI	12
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	13
6. EVALUASI	15
7. SOAL LATIHAN	16
8. DAFTAR PUSTAKA	16
PRAKTIKUM 2: ANALISIS KATION GOLONGAN II	17
1. KOMPETENSI DASAR	17
2. INDIKATOR CAPAIAN	17
3. TUJUAN PRAKTIKUM	17
4. URAIAN TEORI	17
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	18
6. EVALUASI	21
7. SOAL LATIHAN	63
8. DAFTAR PUSTAKA	63
PRAKTIKUM 3: ANALISIS KATION GOLONGAN III	ERROR! BOOKMARK NOT DEFINED.
1. KOMPETENSI DASAR	ERROR! BOOKMARK NOT DEFINED.
2. INDIKATOR CAPAIAN	ERROR! BOOKMARK NOT DEFINED.
3. TUJUAN PRAKTIKUM	ERROR! BOOKMARK NOT DEFINED.
4. URAIAN TEORI	ERROR! BOOKMARK NOT DEFINED.

5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	25
6. EVALUASI	28
7. SOAL LATIHAN	29
8. DAFTAR PUSTAKA	29
<u>PRAKTIKUM 4: ANALISIS KATION GOLONGAN IV</u>	<u>30</u>
1. KOMPETENSI DASAR	30
2. INDIKATOR CAPAIAN	30
3. TUJUAN PRAKTIKUM	30
4. URAIAN TEORI	30
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	32
6. EVALUASI	121
7. SOAL LATIHAN	35
8. DAFTAR PUSTAKA	35
<u>PRAKTIKUM 5: ANALISIS KATION GOLONGAN V</u>	<u>36</u>
1. KOMPETENSI DASAR	36
2. INDIKATOR CAPAIAN	36
3. TUJUAN PRAKTIKUM	36
4. URAIAN TEORI	36
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	38
6. EVALUASI	40
7. SOAL LATIHAN	41
8. DAFTAR PUSTAKA	41
<u>PRAKTIKUM 6: ANALISIS GOLONGAN ANION</u>	<u>42</u>
1. KOMPETENSI DASAR	42
2. INDIKATOR CAPAIAN	42
3. TUJUAN PRAKTIKUM	42
4. URAIAN TEORI	42
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	45
6. EVALUASI	49

7. SOAL LATIHAN	50
8. DAFTAR PUSTAKA	50
<u>PRAKTIKUM 7: TEKNIK DASAR PEMISAHAN ENDAPAN</u>	<u>53</u>
1. KOMPETENSI DASAR	53
2. INDIKATOR CAPAIAN	53
3. TUJUAN PRAKTIKUM	53
4. URAIAN TEORI	53
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	55
6. EVALUASI	55
7. SOAL LATIHAN	57
8. DAFTAR PUSTAKA	58
PRAKTIKUM 8: PENIMBANGAN, PEMBUATAN LARUTAN, DAN TEKNIK MEMINDAHKAN ZAT PADAT DAN LARUTAN DARI BOTOL	59
1. KOMPETENSI DASAR	59
2. INDIKATOR CAPAIAN	59
3. TUJUAN PRAKTIKUM	59
4. URAIAN TEORI	59
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	64
6. EVALUASI	65
7. SOAL LATIHAN	108
8. DAFTAR PUSTAKA	109
PRAKTIKUM 9: TEKNIK TITRASI	1028
1. KOMPETENSI DASAR	68
2. INDIKATOR CAPAIAN	68
3. TUJUAN PRAKTIKUM	68
4. URAIAN TEORI	68
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	73
6. EVALUASI	73
7. SOAL LATIHAN	75

8. DAFTAR PUSTAKA	75
PRAKTIKUM 10: ANALISIS GRAVIMETRI	76
1. KOMPETENSI DASAR	76
2. INDIKATOR CAPAIAN	76
3. TUJUAN PRAKTIKUM	76
4. URAIAN TEORI	76
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	78
6. EVALUASI	79
7. SOAL LATIHAN	82
8. DAFTAR PUSTAKA	82
PRAKTIKUM 11: TITRASI ASIDIMETRI	83
1. KOMPETENSI DASAR	83
2. INDIKATOR CAPAIAN	83
3. TUJUAN PRAKTIKUM	83
4. URAIAN TEORI	83
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	84
6. EVALUASI	85
7. SOAL LATIHAN	89
8. DAFTAR PUSTAKA	90
PRAKTIKUM 12: TITRASI ALKALIMETRI	91
1. KOMPETENSI DASAR	91
2. INDIKATOR CAPAIAN	91
3. TUJUAN PRAKTIKUM	91
4. URAIAN TEORI	91
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	92
6. EVALUASI	93
7. SOAL LATIHAN	96
8. DAFTAR PUSTAKA	97
PRAKTIKUM 13: TITRASI KOMPLEKSOMETRI	98

1. KOMPETENSI DASAR	98
2. INDIKATOR CAPAIAN	98
3. TUJUAN PRAKTIKUM	98
4. URAIAN TEORI	98
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	100
6. EVALUASI	101
7. SOAL LATIHAN	105
8. DAFTAR PUSTAKA	105

TATA TERTIB PRAKTIKUM

Mahasiswa yang diperkenankan melakukan praktikum adalah mereka yang terdaftar secara akademik, yang selanjutnya disebut sebagai **Praktikan**.

Berikut tata tertib Praktikum Kimia Analisis :

1. Praktikan wajib hadir 10 menit sebelum praktikum dimulai, keterlambatan lebih dari 10 menit sejak praktikum dimulai, praktikan dianggap tidak hadir.
2. Jika berhalangan hadir, praktikan harus dapat memberikan keterangan tertulis terkait dengan alasan ketidakhadirannya.
3. Praktikan seperti no. 2 diatas, jika akan menggantikan praktikum pada hari lain, wajib meminta rekomendasi tertulis terlebih dahulu dari koodinator pengampu praktikum.
4. Praktikan memasuki ruang laboratorium dengan telah menggunakan jas praktikum.
5. Praktikum wajib membawa: laporan, lembar kerja praktikum, serbet, masker, tissue, dan alat- alat yang dibutuhkan pada saat praktikum
6. Praktikum mengisi daftar absensi dengan menunjukkan segala sesuatu sesuai no.5 diatas
7. Sewaktu-waktu Dosen, Asisten jaga dapat mengadakan *Pre Test* atau *Post Test*, untuk materi-materi yang akan atau yang telah dikerjakan.
8. Praktikum tidak diperbolehkan makan, minum, dan atau merokok didalam laboratorium selama praktikum berlangsung.

9. Praktikum tidak diperbolehkan bersanda guaru yang mengakibatkan terganggunya kelancaran praktikum.

Sanksi terhadap pelanggaran tata tertib no. 8-9 diatas adalah dikeluarkan dari laboratorium atau tidak diperkenankan melanjutkan praktikum.

10. Praktikan bertanggung jawab atas peraalatan yang dipinjamnya, kebersihan meja masing-masing, serta lantai disekitarnya
11. Setelah menggunakan *reagen*, praktikan wajib meletakkan kembali pada tempat semula.
12. Praktikan dilarang menghambur-hamburkan *reagen* praktikum dan membuang sisa praktikum, dan harus memperhatikan kebersihan dan keamanan.
13. Jika akan meninggalkan ruangan laboratorium, praktikan wajib meminta ijin kepada dosen atau asisten jaga
14. Praktikan melakukan analisis sesuai bagian masing-masing, mencatat hasilnya pada lembar kerja praktikum, serta meminta “ACC” pada dosen atau asisten jaga, yaitu pada waktu:
- setelah selesai analisis kualitatif
 - setelah selesai orientasi pada analisis kuantitatif
 - setelah selesai seluruh acara praktikum, termasuk perhitungan kadar dan penarikan kesimpulan

Sanksi terhadap pelanggaran tata tertib no 10-14 diatas adalah pengurangan nilai kedisiplinan

15. Perhiasan, *Hand Phone* dan barang berharga lain merupakan tanggung jawab masing-masing praktikan.

DESKRIPSI MATA KULIAH PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS

Kimia analisis adalah bagian dari ilmu kimia yang mempelajari tentang cara-cara mengenal (identifikasi) dan penetapan kadat suatu zat. Kimia Analisis dapat dibagi menjadi dua yaitu Kimia Analisis Kualitatif dan Kimia Analisis Kuantitatif.

Analisis kualitatif membahas tentang identifikasi zat-zat. Untuk mengetahui unsur dan senyawa apa yang terdapat dalam suatu zat. Ada dua cara untuk mengidentifikasi zat yaitu cara fisika dan cara kimia. Cara fisika dilakukan berdasarkan organoleptik salah satunya. Cara kimia yaitu dengan menggunakan pereaksi tertentu, suatu zat dapat memberikan reaksi yang spesifik seperti pembentukan gas, endapan, warna atau perubahan-perubahan tertentu. Dalam modul praktikum ini analisis kualitatif kation dan anion dilakukan dengan cara kimia.

Analisis kuantitatif fokus kajiannya adalah penetapan banyaknya suatu zat tertentu (analit) yang ada dalam sampel. Analisis kuantitatif terhadap suatu sampel terdiri atas empat tahapan pokok :

1. Pengambilan atau pencuplikan sampel (*sampling*), yakni memilih suatu sampel yang mewakili dari bahan yang dianalisis.
2. Mengubah analit menjadi suatu bentuk sediaan yang sesuai untuk pengukuran.
3. Pengukuran .
4. Perhitungan dan penafsiran pengukuran.

Dalam modul praktikum ini metode analisis kuantitatif yang dilakukan digolongkan dalam metode konvensional yaitu titrimetri (volumetri) dan gravimetri. Analisis titrimetri berkaitan dengan pengukuran untuk bereaksi dengan analit. Pada cara gravimetri pengukuran menyangkut pengukuran berat. Modul ini menggunakan metode konvensional untuk analisis karena tidak semua analit dapat

di analisis dengan baik menggunakan instrumental. Masih terdapat juga analit yang harus dianalisis dengan metode konvensional.

Analisis titrimetri yang dilakukan yaitu titrasi asam basa asidimetri dan alkalimetri untuk penentuan kadar senyawa yang bersifat asam atau basa dengan prinsip reaksi netralisasi. Analisis titrimetri lainnya yaitu dengan titrasi kompleksometri untuk penetapan logam dengan prinsip pembentukan senyawa kompleks. Analisis gravimetri yang dilakukan dalam modul ini yaitu gravimetri dengan pengendapan dimana suatu analit yang akan ditentukan jumlahnya harus diubah terlebih dahulu menjadi senyawa lain yang memiliki kelarutan rendah oleh pereaksi pengendap.

Dalam modul ini juga menjelaskan teknik-teknik dasar di laboratorium yang memang dibutuhkan untuk membantu analisis kuantitatif titrimetri dan gravimetri seperti teknik penimbangan, pemindahan dan pengukuran larutan, cara titrasi, pembuatan larutan dan pemisahan endapan.

Untuk mempelajari dan memahami isi modul ini, praktikan/mahasiswa diharuskan terlebih dahulu menguasai mata kuliah kimia dasar dan kimia analisis. Sehingga setelah praktikan/mahasiswa mempelajari modul ini mahasiswa mampu memahami metode analisis kualitatif dan kuantitatif beserta teknik-teknik kerja di laboratorium yang mendukung dalam penentuan suatu analit dan kadar dalam suatu sampel/ccontoh.

PETUNJUK PENGGUNAAN MODUL PRAKTIKUM

Untuk memperoleh hasil praktikum yang maksimal, dalam menggunakan modul ini, maka langkah-langkah yang perlu dilaksanakan antara lain :

1. Bacalah dan pahami secara seksama uraian-uraian materi yang ada pada masing-masing materi praktikum.
2. Kerjakan prosedur kerja praktikum untuk mengetahui seberapa besar pemahaman terhadap materi
3. Lembar evaluasi, pembahasan dan kesimpulan dikerjakan langsung sesaat setelah praktikum berlangsung
4. Penilaian hasil praktikum analisis kualitatif anion kation dan analisis kuantitatif diberikan langsung setelah praktikan/mahasiswa mengerjakan prosedur dan mengisi lembar evaluasi. Penilaian berdasarkan pada perbandingan analit nyata dengan analit hasil analisis mahasiswa untuk analisis kualitatif kation dan anion. Untuk penilaian analisis kuantitatif dengan gravimetri dan titrimetri diberikan dengan menghitung selisih perbandingan hasil teoritis dan hasil eksperimen.
5. Laporan hasil mengisi langsung pada modul praktikum kimia analisis.

PRAKTIKUM 1 :

ANALISIS KATION GOLONGAN I

1. Kompetensi Dasar

- a. Kemampuan mengidentifikasi masing-masing kation golongan I.
- b. Kemampuan menganalisis kation golongan I secara kualitatif.

2. Indikator Capaian

- a. Mahasiswa mampu melakukan identifikasi kation golongan I.
- b. Mahasiswa mampu menganalisis kation golongan I dengan pereaksi yang disediakan.

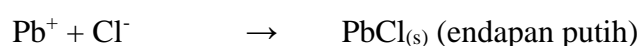
3. Tujuan Praktikum

- a. Mengidentifikasi sampel kation golongan I.
- b. Menganalisis kation golongan I dengan pereaksi yang disediakan.

4. Uraian Teori

Golongan I disebut juga golongan perak, yang mengendap dengan asam klorida yang membentuk endapan klorida, yaitu $\text{AgCl}_{(s)}$, $\text{PbCl}_{(s)}$, dan $\text{Hg}_2\text{Cl}_{(s)}$. Endapan $\text{PbCl}_{(s)}$ larut dalam air panas, $\text{AgCl}_{(s)}$ larut dalam amonia, dan $\text{Hg}_2\text{Cl}_{(s)}$ larut dalam akuades (Sulistryarti H, 2017).

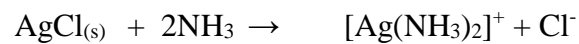
Reaksi-reaksi yang terjadi pada pengendapan dan pemisahan kation-kation golongan I tersebut adalah sebagai berikut :



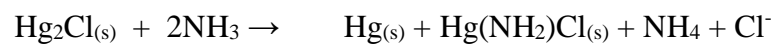


a. Pemisahan

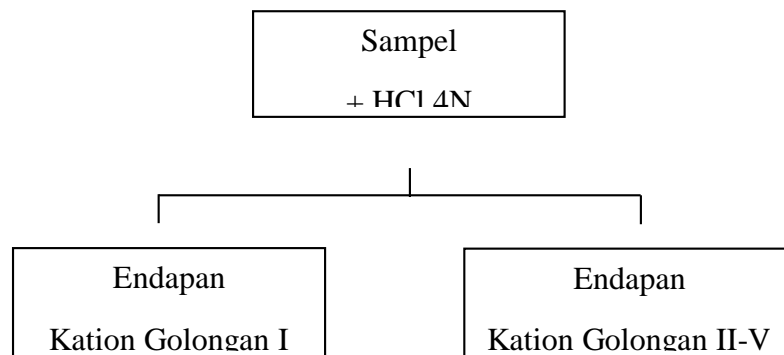
Endapan PbCl_2 larut dalam air panas tetapi membentuk kristal seperti jarum setelah dingin. Sedangkan AgCl larut dalam amonia encer membentuk ion kompleks diamenargentat (Vogel, 1985).



Endapan Hg_2Cl_2 oleh larutan amonia diubah menjadi campuran merkurium (II) amidoklorida dan logam merkurium yang kedua-duanya merupakan endapan (Vogel, 1985).



Pemisahan Kation Golongan I



Endapan tambahkan H_2O , didihkan	
Endapan Larut	Endapan tidak larut Kemungkinan berisi AgCl atau $\text{Hg}_2\text{Cl}_2 + \text{NH}_4\text{OH}$

• PbCl_2	Endapan larut • $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$	Endapan tidak larut • $\text{Hg}^+ + \text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}$
-------------------	--	--

Endapan putih yang terbentuk setelah ditambahkan HCL encer, apabila larut dengan air panas kemungkinan adalah Pb^{2+} , bila masih berupa endapan maka kemungkinan adalah Ag^+ dan Hg^+ . Selanjutnya endapan tersebut dicuci dan ditambahkan NH_4OH (1:1) lalu dipanaskan bila endapan berwarna hitam kemungkinan adalah Hg^+ . Adapun beberapa pereaksi spesifik, kation golongan 1 dapat direaksikan dengan I^- , CrO_4^{2-} , SO_4^{2-} , Cu, maupun Sn^{2+} (Metz C & Castellion ME, 1980) .

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Alat : Tabung reaksi, pipet tetes, rak tabung reaksi

Bahan : Sampel kation golongan I, pereaksi

b. Prosedur Kerja

Reaksi identifikasi Kation Golongan I

1. Ag^+

- Tambahkan larutan HCl encer, terbentuk endapan putih. endapan larut dalam larutan NH_4OH encer, bila kedalam larutan yang terjadi tersebut ditambahkan HNO_3 encer, terbentuk endapan putih.
- Tambahkan larutan KI, terbentuk endapan putih kuning.
- Tambahkan larutan K_2CrO_4 , terbentuk endapan merah coklat.
- Tambahkan larutan NaOH, terbentuk endapan coklat.
- Tambahkan larutan NaOH encer, mula-mula terbentuk endapan putih yang segera berubah menjadi coklat dari Ag-Oksida yang sukar larut dalam larutan NH_4OH encer berlebih.
- Tambahkan larutan Na_2S , terbentuk endapan Hitam.

2. Pb^{2+}

- Tambahkan larutan HCl encer, terbentuk endapan putih. Endapan larut dalam air panas (dipanaskan), jika didinginkan akan terjadi endapan seperti jarum.
- Tambahkan larutan KI, terbentuk endapan kuning.
- Tambahkan larutan K_2CrO_4 , terbentuk endapan kuning.

- d. Tambahkan larutan NaOH encer, mula-mula terbentuk endapan putih yang segera berubah menjadi coklat dari Ag-oksida yang dapat larut dalam larutan NH_4OH encer berlebih.
 - e. Tambahkan larutan Na_2S , terbentuk endapan Hitam.
 - f. Catatan, endapan dengan HCl terbentuk agak lama, dan akan terbentuk pula endapan pada analisis kation golongan II.
3. Hg_2^{2+}
- a. Tambahkan larutan HCl encer, terbentuk endapan putih, yang tidak larut dalam air panas dan dalam asam encer.
 - b. Tambahkan sekeping Cu + HNO_3 encer dipanaskan, permukaan Cu akan menjadi abu-abu yang jika digosok akan mengkilat.
 - c. Tambahkan larutan KI, terbentuk endapan hijau-kuning (orange), endapan larut dalam reagen yang berlebih,
 - d. Tambahkan larutan K_2CrO_4 , terbentuk endapan coklat, jika dididihkan endapan akan menjadi kristal-kristal merah.
 - e. Tambahkan larutan Na_2S , terbentuk endapan Hitam.

6. Evaluasi

Nama :

Tanggal :

No. Sampel :

Kelompok :

Objek :

1. Reaksi Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation

**Nilai rata-
rata**

3. Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung.....

7. Soal Latihan

- a. Suatu sampel diketahui mengandung kation golongan 1 diberi penambahan KCrO_4 pada filtrat air panasnya membentuk endapan kuning. Tentukan kation yang ada dan tuliskan reaksinya?

8. Daftar Pustaka

Metz C & Castellion ME. 1980. Chemistry: Inorganic Qualitative Analysis in The Laboratory. New York: Academy Press.

Sulistryarti H. 2017. Kimia Analisa Dasar Untuk Analisis Kualitatif. Malang: Tim UB Press.

Vogel, 1985, Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro, Edisi V, diterjemahkan oleh: Setiono & Pudjaatmaka, PT Kalman Media Pustaka, Jakarta.

PRAKTIKUM 2:

ANALISIS KATION GOLONGAN II

1. Kompetensi Dasar

- a. Kemampuan mengidentifikasi masing-masing kation golongan II.
- b. Kemampuan menganalisis kation golongan II secara kualitatif.

2. Indikator Capaian

- a. Mahasiswa mampu melakukan identifikasi kation golongan II.
- b. Mahasiswa mampu menganalisis kation golongan II dengan pereaksi yang disediakan.

3. Tujuan Praktikum

- a. Mengidentifikasi sampel kation golongan II.
- b. Menganalisis kation golongan II dengan pereaksi yang disediakan.

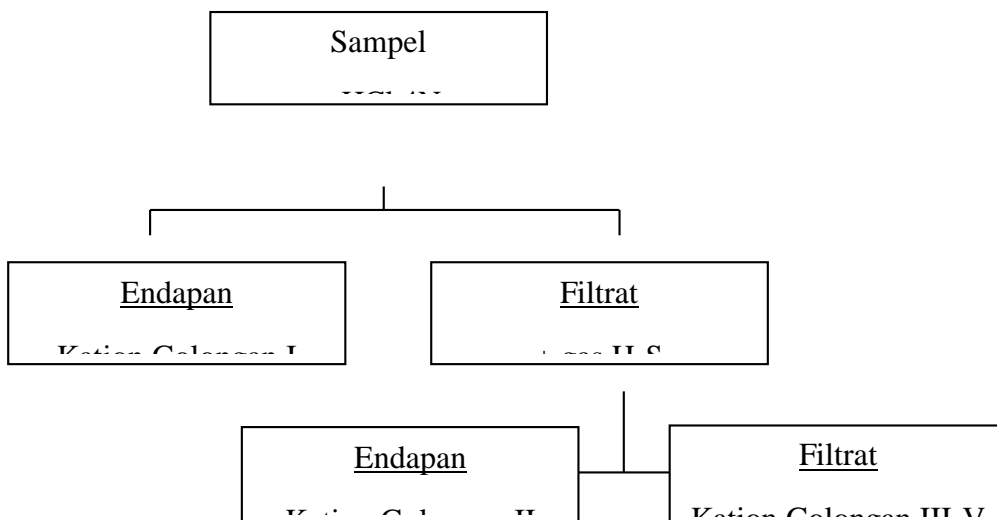
4. Uraian Teori

Kation golongan II (Hg^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+}) membentuk endapan dengan hidrogen sulfida dalam suasana asam mineral encer. Endapan yang terbentuk adalah : HgS (hitam), PbS (hitam), CuS (hitam), CdS (kuning), Bi_2S_3 (coklat), As_2S_3 (kuning), As_2S_5 (kuning), Sb_2S_3 (jingga), Sb_2S_5 (jingga), SnS (coklat), SnS_2 (kuning) (Skoog, D.A., *et al.* 1999).

Kation golongan II dibagi lagi menjadi lagi dua sub golongan berdasarkan kelarutan endapan tersebut dalam amonium polisulfida, yaitu sub golongan tembaga (golongan IIA) dan sub golongan arsenik (golongan IIB). Sulfida dari sub golongan tembaga (ion Hg^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+}) tidak larut dalam amonium polisulfida, sedangkan sulfida sub golongan arsenik (As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+}) larut membentuk garam-garam kation (Metz C & Castellion ME. 1980).

Endapan yang berisi kation-kation golongan IIA perlu dipisahkan terlebih dahulu sebelum dilakukan reaksi identifikasi. Ion-ion golongan IIB bersifat amfoter, oksidanya membentuk garam baik dengan asam maupun dengan basa. Semua sulfida dari golongan IIB larut dalam $(NH_4)_2S$ tidak berwarna kecuali SnS (Sulistryarti H. 2017).

Pemisahan kation golongan II



Pada endapan kation golongan II + $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, panaskan	
<u>Endapan tidak larut (golongan Cu)</u>	<u>Endapan larut (golongan As)</u>
CuS, HgS, PbS, Bi ₂ S ₂ , CdS (kuning)	$(\text{NH}_4)_3\text{AsS}_4$, $(\text{NH}_4)_3\text{SbS}_4$, $(\text{NH}_4)_2\text{SnS}_3$

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Alat : Tabung reaksi, pipet tetes, rak tabung reaksi

Bahan : sampel kation golongan II, pereaksi

b. Prosedur Kerja

Reaksi Identifikasi Kation Golongan II

1. Cu^{2+}

- a. Tambahkan larutan HCl encer, tambahkan larutan Na_2S terbentuk endapan hitam.
- b. Tambahkan larutan NH_4OH , terbentuk endapan biru muda, yang larut dalam larutan NH_4OH berlebih menjadi larutan biru tua.
- c. Tambahkan larutan NaOH, terbentuk endapan Biru, jika dipanaskan berubah menjadi hitam.
- d. Tambahkan larutan $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, terbentuk endapan coklat merah.
- e. Tambahkan larutan KI, mula-mula terbentuk endapan putih dan larutan coklat, jika dipanaskan dengan ditutup kertas amylum akan terjadi uap ungu dan kertas amylum menjadi biru

2. Cd^{2+}

- a. Tambahkan gas H_2S , terbentuk endapan kuning, yang:
 - Sukar larut dalam larutan KCN
 - Mudah larut dalam HNO_3 encer panas dan dalam H_2SO_4 panas.
- b. Tambahkan larutan NaOH encer, terbentuk endapan putih yang tidak larut dalam NaOH berlebih.
- c. Tambahkan larutan Amonia encer, terbentuk endapan putih yang larut dalam Amonia berlebih.
- d. Tambahkan larutan KCN encer, terbentuk endapan putih yang larut dalam larutan KCN encer berlebih.
- e. Tambahkan larutan KCNS, tidak terbentuk endapan.

3. Hg^{2+}
- Tambahkan gas H_2S , mula-mula terbentuk endapan putih kemudian kuning, coklat dan akhirnya hitam. Endapan HgS akan:
 - Sukar larut dalam air, HNO_3 encer, KOH , $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.
 - Mudah larut dalam aqua regia, Na_2S yang kemudian dapat terjadi endapan kembali bila ditambahkan larutan NH_4Cl .
 - Tambahkan larutan KI , terbentuk endapan merah orange, yang larut dalam larutan KI berlebih.
 - Tambahkan larutan NaOH encer, terbentuk endapan kuning.
 - Tambahkan larutan Amonia encer, terbentuk endapan putih yang sukar larut dalam air namun mudah larut dalam asam nitrat dan larutan pekat NH_4Cl .
 - Tambahkan larutan SnCl_2 , terbentuk endapan putih yang akan berubah menjadi hitam bila ditambahkan larutan SnCl_2 berlebih.
 - Tambahkan larutan asam encer hingga suasana asam, celupkan kawat Cu diamkan, terbentuk lapisan amalgam yang lekat pada tembaga yang jika digosok akan mengkilat seperti perak dan jika dipanaskan akan hilang.
4. Bi^{3+}
- Tambahkan gas H_2S , terbentuk endapan coklat, yang:
 - Sukar larut dalam larutan asam encer dingin, larutan $(\text{NH}_4)_2$, larutan KOH .
 - Mudah larut dalam HCl mendidih dan HNO_3 panas.
 - Tambahkan larutan NaOH encer, terbentuk endapan putih yang sukar larut dalam NaOH berlebih.
 - Tambahkan larutan Amonia encer, terbentuk endapan putih yang sukar larut dalam Amonia berlebih.
 - Tambahkan larutan KI , terbentuk endapan coklat yang larut dalam larutan KI berlebih.
 - Tambahkan larutan reduktor seperti formaldehida/natrium stanat (I), terbentuk endapan hitam.
 - Tambahkan larutan Natrium hidrophospat, terbentuk endapan putih yang sukar larut dalam asam kuat encer
5. Sb^{3+}
- Tambahkan gas H_2S , terbentuk endapan merah jingga, yang larut dalam larutan HCl pekat panas, larutan $(\text{NH}_4)_2$, larutan KOH .
 - Tambahkan larutan KI , terbentuk warna merah (terbentuk garam kompleks).

- c. Tambahkan larutan NaOH/NH₄OH, terbentuk endapan putih yang larut dalam NaOH /NH₄OH berlebih.
 - d. Tambahkan aquadest, terbentuk endapan putih yang larut dalam larutan HCl/asam tartrat.
 - e. Tambahkan kawat seng atau besi (larutan tidak terlalu asam) direduksi menjadi antimon (hitam).
6. Sn²⁺
- a. Tambahkan gas H₂S, terbentuk endapan coklat, yang:
 - Sukar larut dalam larutan NH₄OH atau larutan KOH, larutan (NH₄).
 - Larut dalam HCl pekat.
 - b. Tambahkan larutan Bismuth sub nitrat encer tambah NaOH terbentuk endapan hitam.
 - c. Tambahkan larutan NaOH/NH₄OH, terbentuk endapan putih kental yang larut dalam NaOH berlebih.
 - d. Tambahkan HgCl₂, terbentuk endapan putih, bila sampelnya berlebih terbentuk endapan hitam/abu-abu.

6. Evaluasi

Nama :
No. Sampel :
Objek :

Tanggal :
Kelompok :

1. Reaksi Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation

**Nilai rata-
rata**

3. Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung.....

7. Soal Latihan

- a. Suatu sampel diketahui mengandung campuran kation, setelah diberi penambahan HCl dan dilakukan pemisahan antara endapan dan filtratnya. Filtrat membentuk endapan hitam setelah diberi gas H₂S dan setelah ditambah Cr₂O₄²⁻ membentuk endapan putih. Tentukan kation yang ada dan tuliskan reaksinya?

8. Daftar Pustaka

Metz, C., Castellion, M.E., 1980. Chemistry: Inorganic Qualitative Analysis in The Laboratory. New York: Academy Press.

Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, Analytical Chemistry: an Introduction, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

Sulistryarti, H., 2017. Kimia Analisa Dasar Untuk Analisis Kualitatif. Malang: Tim UB Press.

Vogel, 1985. Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro, Edisi V, diterjemahkan oleh: Setiono & Pudjaatmaka, PT Kalman Media Pustaka, Jakarta.

PRAKTIKUM 3:

ANALISIS KATION GOLONGAN III

1. Kompetensi Dasar

- Memisahkan kation golongan III dengan golongan lainnya pada sampel

- mengidentifikasi kation golongan III pada sampel
- Menganalisis apakah pada sampel mengandung kation golongan III atau tidak

2. Indikator Capaian

- Mahasiswa mampu melakukan identifikasi kation golongan III, membedakan kation golongan III dengan kation lainnya, dan melakukan pemisahan kation golongan III dengan kation lainnya.

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

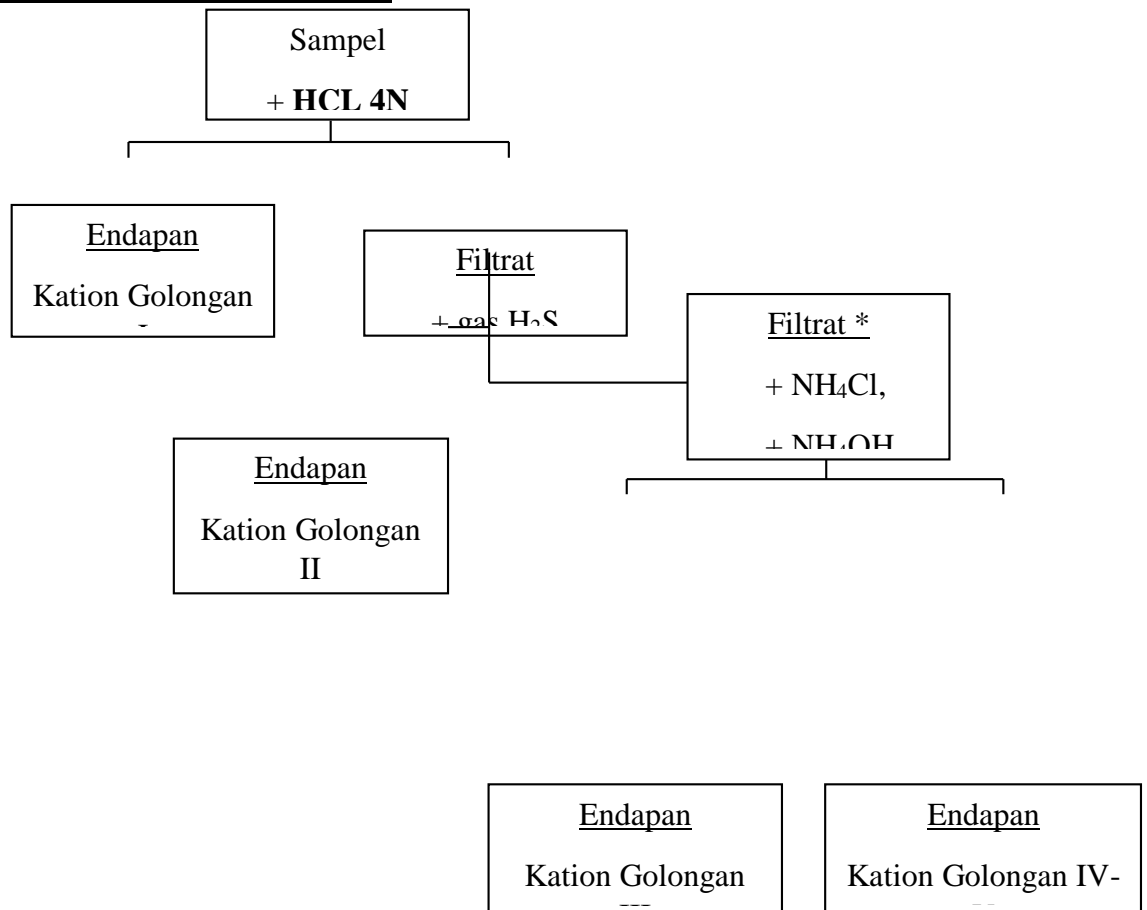
- a. Memahami reaksi kimia yang terjadi secara kualitatif pada kation golongan III dengan penambahan pereaksi spesifik.
- b. Memahami perbedaan kation golongan III dengan kation lainnya secara kualitatif setelah penambahan pereaksi golongan.
- c. Memahami reaksi identifikasi yang terjadi antara kation golongan III dengan pereaksi kimia yang ditambahkan.

4. Uraian Teori

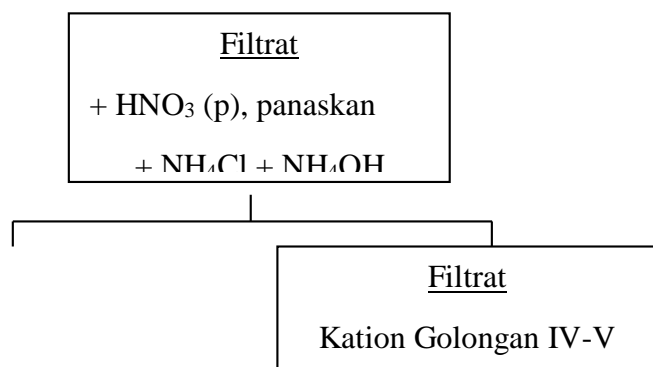
Sebelum pengendapan golongan ini dilakukan, terlebih dahulu diperiksa adanya ion-ion pengganggu (fosfat, oksalat dan borat). Bila ion-ion tersebut ada maka harus dihilangkan dahulu. Kation golongan III (Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , Cr^{3+} , Al^{3+}) membentuk sulfida yang lebih larut dibandingkan kation golongan II. Karena itu untuk mengendapkan kation golongan III sebagai garam sulfida, maka konsentrasi ion H^+ dikurangi menjadi 10^9 M (pH 9). Hal ini dapat dilakukan dengan penambahan amonium hidroksida dan ammonium klorida, kemudian dijenuhkan dengan H_2S . Penambahan kedua pereaksi ini akan menyebabkan mengendapnya kation Cr^{3+} , Al^{3+} , Fe^{2+} sebagai hidroksidanya. Ion sulfida dapat bereaksi langsung

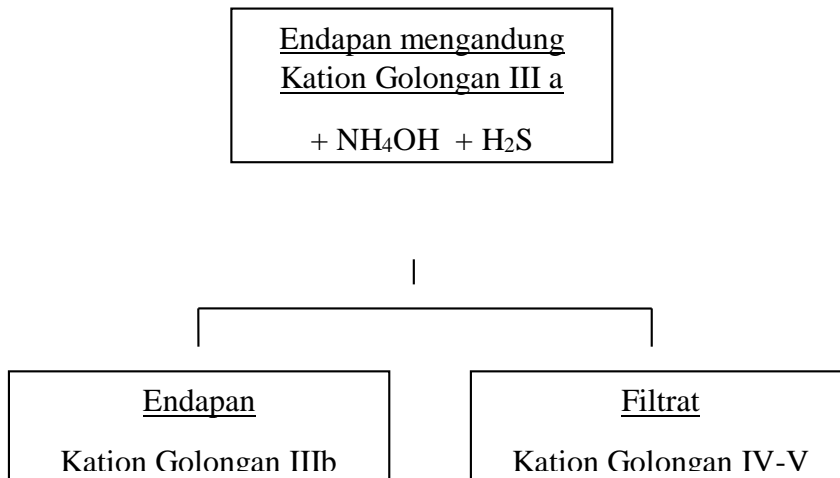
dengan Fe^{2+} , Mn^{2+} membentuk endapan sulfida. Endapan yang terbentuk adalah $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (Coklat), $\text{Al}(\text{OH})_3$ (putih), $\text{Cr}(\text{OH})_3$ (hijau), FeS (hitam), NiS (hitam), MnS (merah jambu), dan ZnS (putih).

Pemisahan kation golongan III



***Cara lain Pemisahan Kation golongan III**





Pemisahan Kation golongan IIIa (Fe)

Endapan kemungkinan berisi: Fe(OH)₃, Al(OH)₃, Cr(OH)₃. + NaOH berlebih, + H ₂ O ₂ , panaskan, Dinginkan +H ₂ O ₂ /NaOH berlebih	
<u>Endapan</u> Fe(OH) ₃ (coklat)	<u>Endapan larut</u> Kemungkinan berisi: NaAlO ₂ atau Na ₂ CrO ₄ a. Bila larutan berwarna kuning: Cr ³⁺ b. Bila larutan tidak berwarna: Al ³⁺ Larutan dinetralkan dengan HCl, NH ₄ Cl dan NH ₄ OH hingga bau NH ₃ tercium
<u>Endapan</u> Al(OH) ₃ (putih)	<u>Endapan larut</u> Cr(OH) ₃

Pemisahan Kation golongan IIIb (Zn)

Endapan kemungkinan berisi: ZnS, MnS, NiS, CoS			
a. Endapan + HCl encer			
b. + NaOH berlebih + H ₂ O ₂ , panaskan			
<u>Endapan larut</u> Na ₂ ZnO ₂	<u>Endapan</u> MnO ₂ , Ni(OH) ₂ , Co(OH) ₂ + HCl encer		
	<u>Endapan</u> MnO ₂ (coklat)	<u>Endapan larut</u> NiCl ₂ , CoCl ₂ + Asam asetat + KNO ₃	
		<u>Endapan</u> K ₃ [Co(NO ₂) ₆] (kuning) <u>Note:</u> Ppt tidak terjadi seketika	<u>Endapan larut</u> NiCl ₂

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Bahan: Sampel kation golongan III dan golongan lainnya, pereaksi golongan dan pereaksi spesifik

Alat: Tabung reaksi, rak tabung, pipet tetes, kertas alumunium foil.

b. Prosedur Kerja

Melakukan identifikasi yaitu mereaksikan sampel dengan pereaksi golongan dan pereaksi spesifik.

Reaksi Penegasan Kation Golongan III

1. Fe²⁺

- a. Tambahkan larutan Na₂S, terbentuk endapan Hitam.
- b. Tambahkan larutan K₃[Fe(CN)₆], terbentuk endapan biru tua (biru Trunbull).
- c. Tambahkan larutan K₄[Fe(CN)₆], terbentuk endapan putih yang karena pengaruh udara endapan akan berubah menjadi biru tua.
- d. Tambahkan larutan NaOH, terbentuk endapan hijau kotor, yang kemudian berubah menjadi coklat.
- e. Tambahkan larutan KCNS, tidak terjadi perubahan.
- f. Tambahkan larutan KCN, terbentuk endapan coklat kuning, yang larut dalam penambahan berlebih membentuk larutan kuning.

2. Fe³⁺

- a. Tambahkan larutan Na₂S, terbentuk endapan Hitam.
- b. Tambahkan larutan NH₄SCN, terbentuk larutan merah darah.
- c. Tambahkan larutan K₃[Fe(CN)₆], terbentuk endapan biru (biru Prussian).
- d. Tambahkan larutan K₄[Fe(CN)₆], terbentuk larutan coklat.
- e. Tambahkan larutan NaOH, terbentuk endapan coklat merah.
- f. Tambahkan larutan KCN, terbentuk endapan coklat stabil yang tidak larut dengan penambahan pereaksi berlebih.

3. Al³⁺

- a. Tambahkan larutan NaS dan NaOH encer, terbentuk endapan putih yang larut bila ditambahkan dengan pereaksi berlebih.
- b. Tambahkan larutan NH₄OH encer, terbentuk endapan putih, yang sedikit larut dalam pereaksi berlebih.
- c. Tambahkan larutan NaOH, terbentuk endapan putih yang larut dalam pereaksi berlebih.
- d. Tambahkan larutan Natrium fosfat, terbentuk endapan putih.
- e. Tambahkan larutan Natrium karbonat, terbentuk endapan putih.
- f. Tambahkan Na₂HPO₄, terbentuk endapan putih.

4. Cr³⁺

- a. Tambahkan larutan Na₂S, terbentuk endapan abu-abu kehijauan.
- b. Tambahkan larutan NH₄OH encer, terbentuk endapan hijau abu-abu atau biru abu-abu. Endapan lebih mudah terbentuk bila dididihkan, terjadi larutan warna ungu atau merah jambu.
- c. Tambahkan larutan NaOH, terbentuk endapan hijau abu-abu atau biru abu-abu. Endapan larut dalam pereaksi berlebih membentuk warna hijau.

- Bila larutan ini dipanaskan akan terbentuk Endapan seperti semula.
 - Bila larutan hijau larutan H_2O_2 maka larutan akan menjadi kuning.
- d. Tambahkan larutan Natrium fosfat, terbentuk endapan hijau.
 - e. Tambahkan larutan Natrium karbonat, terbentuk endapan hijau abu-abu atau biru abu-abu.
 - f. Tambahkan Na_2HPO_4 , terbentuk endapan abu-abu kehitaman.

5. Co^{2+}

- a. Tambahkan larutan Na_2S , terbentuk endapan Hitam.
- b. Tambahkan larutan NH_4OH encer, terbentuk endapan biru.
- c. Tambahkan larutan NaOH , terbentuk endapan biru, jika ditambahkan pereaksi berlebih dan dipanaskan akan terbentuk endapan merah muda.
- d. Tambahkan larutan asam asetat encer tambahkan larutan kalium nitrit berlebih, kocok kuat diamkan beberapa waktu akan terbentuk endapan kuning.

6. Ni^{3+}

- a. Tambahkan larutan Na_2S , terbentuk endapan Hitam.
- b. Tambahkan larutan NH_4OH encer ditambahkan Dimethylglyoxim, terbentuk endapan merah.
- c. Tambahkan larutan NaOH , terbentuk endapan hijau yang larut dalam pereaksi berlebih.
- d. Tambahkan larutan NH_4OH encer, terbentuk endapan hijau larut dalam pereaksi berlebih.

7. Zn^{2+}

- a. Tambahkan larutan Na_2S , terbentuk endapan putih.
- b. Tambahkan larutan H_2SO_4 encer + 1 tetes larutan CuSO_4 0,1% + ditambahkan larutan Amm. Mercury Tiosianat (reagen Zink), terbentuk endapan ungu.
- c. Tambahkan larutan NaOH , terbentuk endapan putih.
- d. Tambahkan larutan NH_4OH encer, terbentuk endapan putih.
- e. Tambahkan larutan $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, terbentuk endapan putih yang larut dalam NaOH .

8. Mn²⁺

- a. Tambahkan larutan NaO₂S, terbentuk endapan merah jambu (seperti daging).
- b. Tambahkan larutan NH₄OH encer berlebih + larutan Natrium fosfat terbentuk endapan endapan merah seperti daging.
- c. Tambahkan larutan NaOH, terbentuk endapan putih yang segera berubah menjadi coklat (karena pengaruh udara).

6. Evaluasi

Nama :

Tanggal :

No. Sampel :

Kelompok :

Objek :

1. Reaksi Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation

Nilai

3. Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung

7. Soal Latihan

- Suatu kation golongan III dapat berubah warna menjadi endapan Biru Prussian dengan penambahan pereaksi Kaliumheksasianoferrat (II), $(K_4Fe(CN)_6)$. Kation tersebut adalah?

8. Daftar Pustaka

Anonim, 1979, **Farmakope Indonesia Edisi III**, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Anonim, 1995, **Farmakope Indonesia Edisi IV**, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, **Analytical Chemistry: an Introduction**, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

Vogel, 1985, **Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro**, Edisi V, diterjemahkan oleh: Setiono & Pudjaatmaka, PT Kalman Media Pustaka, Jakarta.

PRAKTIKUM 4 :

ANALISIS KATION GOLONGAN IV

1. Kompetensi Dasar

- Memisahkan kation golongan IV dengan golongan lainnya pada sampel
- mengidentifikasi kation golongan IV pada sampel
- Menganalisis apakah pada sampel mengandung kation golongan IV atau tidak

2. Indikator Capaian

- Mahasiswa mampu melakukan identifikasi kation golongan IV, membedakan kation golongan IV dengan kation lainnya, dan melakukan pemisahan kation golongan IV dengan kation lainnya.

3. Tujuan Praktikum

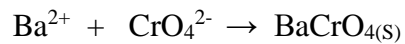
Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

- a. Memahami reaksi kimia yang terjadi secara kualitatif pada kation golongan IV dengan penambahan pereaksi spesifik.
- b. Memahami perbedaan kation golongan IV dengan kation lainnya secara kualitatif setelah penambahan pereaksi golongan.
- c. Memahami reaksi identifikasi yang terjadi antara kation golongan IV dengan pereaksi kimia yang ditambahkan.

4. Uraian Teori

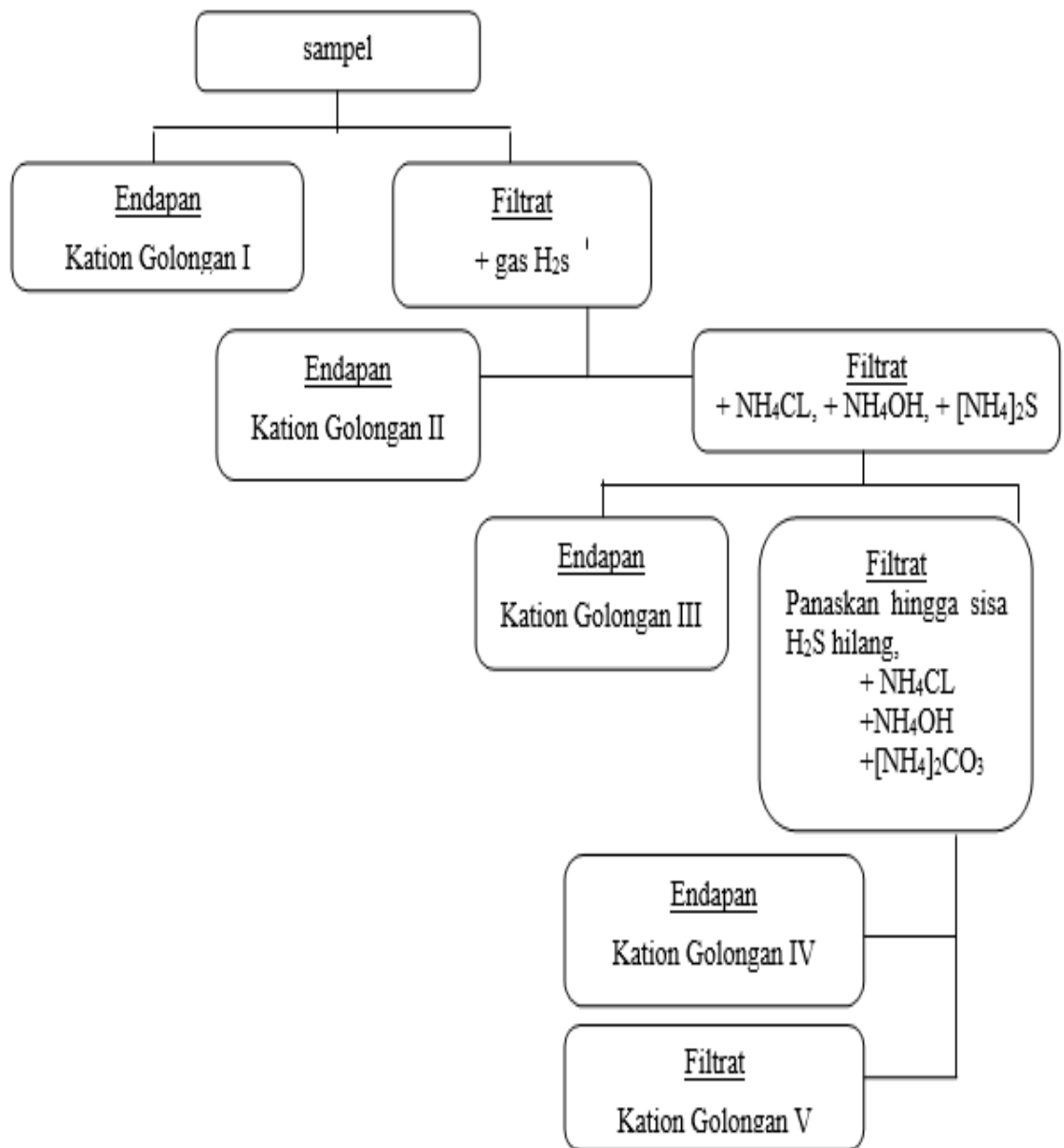
Kation golongan ini (Ca^{2+} , Sr^{2+} , dan Ba^{2+}) mengendap sebagai karbonatnya dalam suasana netral atau sedikit asam dengan adanya ammonium klorida. Endapan

yang terbentuk adalah BaCO_3 , CaCO_3 , dan SrCO_3 yang semuanya berwarna putih. Garam logam alkali tanah yang digunakan untuk pemisahan satu sama lain ialah kromat, karbonat, sulfat dan oksalat. Hasil kali kelarutan garam logam alkali tanah BaCrO_4 hampir tidak larut dalam suasana asetat encer, sedangkan SrCrO_4 dan CaCrO_4 larut, maka keduanya tidak diendapkan dalam suasana asam asetat encer.



Dengan menambahkan larutan ammonium sulfat jenuh dan memanaskannya maka sebagian besar SrSO_4 mengendap setelah didiamkan. Sedangkan ion Ca^{2+} mudah diidentifikasi dengan mengendapkannya sebagai CaC_2O_4 disusul dengan uji nyala.

Pemisahan kation golongan IV



Endapan kemungkinan berisi: CaCO_3 , SrCO_3 , dan BaCO_3 + asam asetat encer dan K_2CrO_4 berlebih	
<u>Endapan</u> BaCrO_4	<u>Filtrat</u> Kemungkinan berisi: $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, $\text{Sr}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ + larutan jenuh $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ kemudian dipanaskan
<u>Endapan</u> SrSO_4 (Putih)	<u>Filtrat</u> $(\text{NH}_4)_2[\text{CaSO}_4]_2$ + $(\text{COONH}_3)_2$ $\downarrow \text{Ca}^{+2}$ (Putih)

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Alat: Tabung reaksi, rak tabung, pipet tetes, kertas aluminium foil.

Bahan: Sampel kation golongan IV dan golongan lainnya, pereaksi golongan dan pereaksi spesifik.

b. Prosedur Kerja

Melakukan identifikasi yaitu mereaksikan sampel dengan pereaksi golongan dan pereaksi spesifik.

Reaksi penegasan kation golongan IV

1. Ba^{2+}

- Tambahkan Larutan K_2CrO_4 terbentuk endapan kuning yang larut dalam asam mineral namun tidak larut dalam asam asetat encer.
- Tambahkan Larutan Amm. encer, tidak terbentuk endapan, lama kelamaan keruh (karena pengaruh udara).
- Tambahkan Amm. Oksalat, Terbentuk endapan putih yang larut dalam asam mineral namun tidak larut dalam asam asetat encer.

- d. Tambahkan Asam Sulfat, terbentuk endapan putih yang tidak larut dalam asam mineral maupun dalam Larutan Amm. Sulfat.
- e. Tambahkan Natrium/Ammonium karbonat, Terbentuk endapan putih
- f. Reaksi nyala dengan kawat Ni-Chrom, terjadi nyala hijau kekuningan.

2. Ca^{3+}

- a. Tambahkan Larutan Asam Sulfat terbentuk endapan putih yang bila dilihat dibawah mikroskop bentuknya seperti jarum.
- b. Tambahkan Larutan Kalium Kromat, tidak terbentuk endapan (bedakan dengan ion Ba^{2+}).
- c. Tambahkan Larutan $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ terbentuk endapan putih/kuning.
- d. Tambahkan Larutan Ammonium Oksalat, terbentuk endapan putih.
- e. Tambahkan Larutan Natrium Karbonat, terbentuk endapan putih.
- f. Tambahkan Larutan Ammonium Karbonat, terbentuk endapan putih amorf yang bila:
 - Ammonia ditambah asam mineral akan larut, bila dipanaskan akan mengendap.
 - Ammonia ditambah air yang mengandung CO_2 akan larut, bila dipanaskan mengendap kembali karena CO_2 akan dilepaskan.
- g. Tambahkan Larutan ammonia encer, tidak terbentuk endapan.
- h. Reaksi nyala dengan kawat Ni-Chrom, terjadi nyala merah kuningan.

3. Sr^{2+}

- a. Tambahkan Larutan Asam Sulfat encer, terbentuk endapan putih yang tidak larut dalam Ammonia Sulfat.
- b. Tambahkan Larutan Ammonium Karbonat, terbentuk endapan putih.
- c. Tambahkan Larutan Ammonia encer, tidak terbentuk endapan
- d. Reaksi nyala dengan kawat Ni-Chrom, terjadi nyala merah karmin.

6. Evaluasi

Nama :

Tanggal :

No. Sampel :

Kelompok :

Objek :

1. Reaksi Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation

Nilai

3. Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung

7. Soal Latihan

- a. Suatu kation golongan IV akan membentuk endapan warna kuning dengan penambahan pereaksi K_2CrO_4 , namun endapan akan berubah warna jadi putih ketika ditambahkan larutan HCl 0,1 M dan endapan larut ketika ditambahkan CH_3COOH . Kation tersebut adalah?

8. Daftar Pustaka

Anonim, 1979, **Farmakope Indonesia Edisi III**, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Anonim, 1995, **Farmakope Indonesia Edisi IV**, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, **Analytical Chemistry: an Introduction**, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

Vogel, 1985, **Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro**, Edisi V, diterjemahkan oleh: Setiono & Pudjaatmaka, PT Kalman Media Pustaka, Jakarta.

PRAKTIKUM 5:

ANALISIS KATION GOLONGAN V

1. Kompetensi Dasar

- Memisahkan kation golongan V dengan golongan lainnya pada sampel
- mengidentifikasi kation golongan V pada sampel
- Menganalisis apakah pada sampel mengandung kation golongan V atau tidak

2. Indikator Capaian

- Mahasiswa mampu melakukan identifikasi kation golongan V, membedakan kation golongan V dengan kation lainnya, dan melakukan pemisahan kation golongan V dengan kation lainnya.

3. Tujuan Praktikum

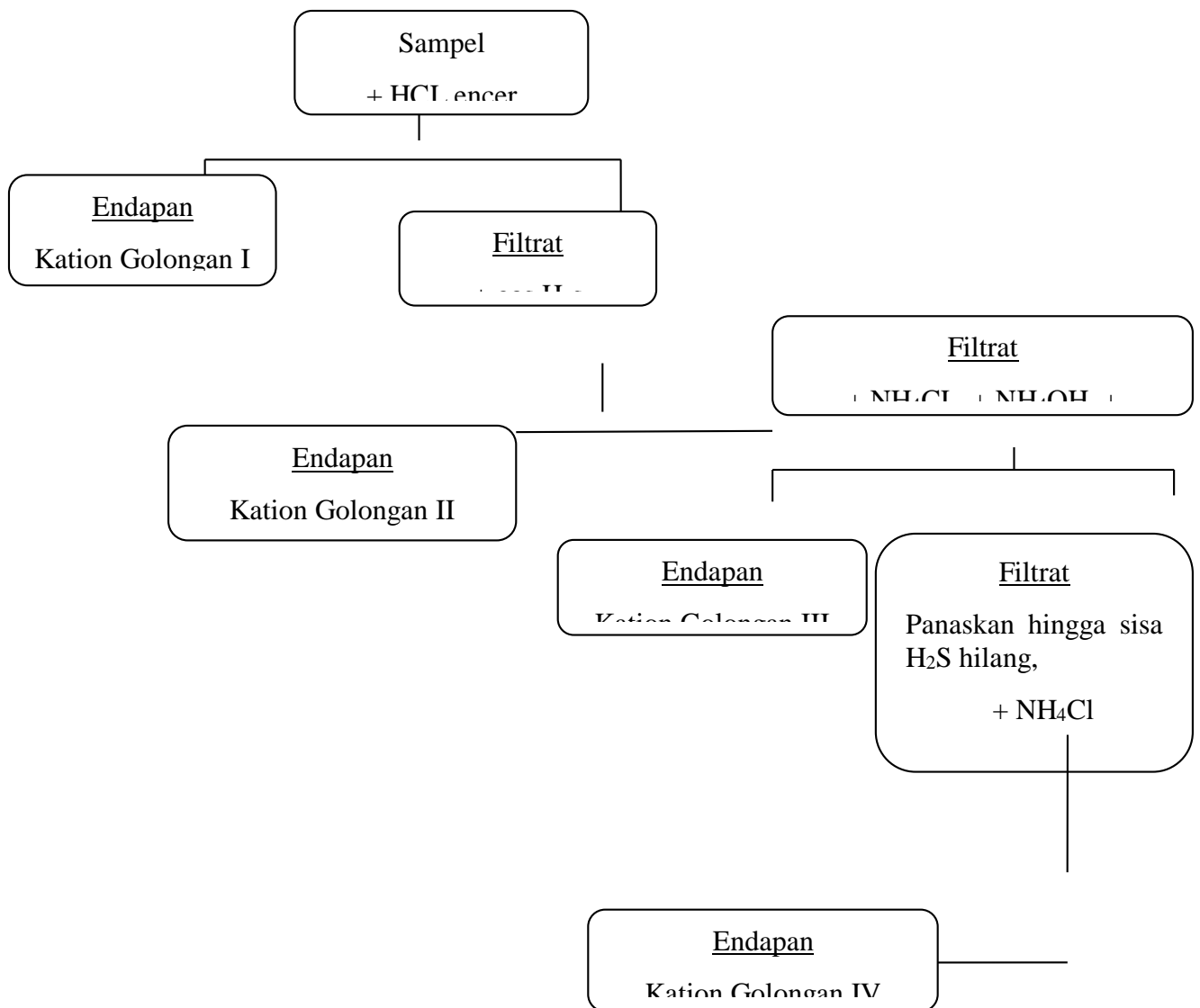
Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

- a. Memahami reaksi kimia yang terjadi secara kualitatif pada kation golongan V dengan penambahan pereaksi spesifik.
- b. Memahami perbedaan kation golongan V dengan kation lainnya secara kualitatif setelah penambahan pereaksi golongan.
- c. Memahami reaksi identifikasi yang terjadi antara kation golongan V dengan pereaksi kimia yang ditambahkan.

4. Uraian Teori

Kation golongan V (Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , dan NH_4^+), Untuk identifikasi ion-ion ini dapat dilakukan dengan reaksi-reaksi khusus atau uji nyala, tetapi ion ammonium tidak dapat diperiksa dari filtrat I.

Pemisahan kation golongan V



Filtrat

Filtrat kemungkinan mengandung: Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , dan NH_4^+ + Na_2HPO_4			
Residu	Uapkan Filtrat Pijarkan + $Ba(OH)_2$		
	Residu dibuang	Filtrat+Ammonium Karbonat	
		Residu dibuang	Filtrat kemungkinan mengandung: Na^+/K^+ Filtrat dibagi 2, a. Reaksi identifikasi terhadap Na^+ b. Reaksi identifikasi terhadap K^+

Note:

- a. Identifikasi Na^+ : filtrat + $K_2H_2Sb_2O_7 \rightarrow \downarrow$ putih
- b. Identifikasi K^+ : filtrat + asam tatarat $\rightarrow \downarrow$ putih
- c. Identifikasi NH_4^+ tidak dapat diperiksa dari larutan golongan sisa, namun harus diperiksa dari larutan asal (sampel langsung).

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Alat : Tabung reaksi, pipet tetes, rak tabung reaksi

Bahan : sampel kation golongan V, pereaksi

b. Prosedur Kerja

Reaksi Identifikasi Kation Golongan V

- 1. Mg^{2+}
 - a. Tambahkan Titan Yellow + NaOH, terbentuk endapan merah.

- b. Tambahkan Larutan Amm. encer, terbentuk endapan putih seperti gelatin yang larut dalam garam ammonium.
 - c. Dengan NaOH terbentuk endapan putih yang sukar larut dalam pereaksi berlebih.
 - d. Tambahkan Ammonium Karbonat, terbentuk endapan putih.
 - e. Tambahkan Natrium Karbonat, terbentuk endapan putih.
 - f. Tambahkan Dinatrium Hidrogen Fosfat + (Lart.Dapar) terbentuk endapan putih hablur (Kristal dilihat dibawah mikroskop). Dapar : NH_4OH encer + NH_4CL sama banyak.
- 2. K^+**
- a. Tambahkan Larutan Asam Perklorat Pekat, terbentuk endapan putih.
 - b. Tambahkan Larutan Asam Pikrat, terbentuk endapan kuning. (lihat dibawah mikroskop Kristal berupa jarum panjang kuning)
 - c. Tambahkan Larutan Asam Tatrat, terbentuk endapan putih yang larut dalam asam pekat
 - d. Tambahkan Larutan Natrium Cobalt Nitrit, terbentuk endapan kuning.
 - e. Reaksi nyala dengan kawat Ni-Chrom, diamati dengan kaca kobalt, terlihat nyala ungu.
- 3. Na^+**
- a. Reaksi nyala dengan kawat Ni-Chrom, terlihat nyala kuning stabil.
 - b. Tambahkan Larutan Zn Uranyl Asetat (mikroskop) terjadi bentuk berlian.
 - c. Tambahkan Larutan Asam Pikrat, terbentuk Kristal kuning bentuk jarum-jarum halus (bedakan dengan ion K^+)
- 4. NH_4^+**
- a. + NaOH, didihkan amati :
 - Perubahan pada kertas lakmus merah basah menjadi biru
 - Bau yang khas
 - Memberikan kabut pada batang pengaduk yang dibasahi HCL pekat
 - b. Tambahkan Reagen Nesler terbentuk endapan kuning coklat

Reaksi Spesifik

1. Mg^{2+}
 - a. Tambahkan Natr, Karbonat terbentuk endapan putih
 - b. Tambahkan NH_4OH terbentuk endapan putih
 - c. Catatan : hati-hati dengan penambahan Amm. Karbonat akan terbentuk endapan Mg. Karbonat yang sama dengan endapan golongan IV
2. NH_4^+
 - a. Tambahkan Reagen Nesler terbentuk endapan coklat
 - b. Teteskan pada kertas lakmus merah, kertas lakmus berubah menjadi biru
3. K^+

- a. Tambahkan Asam Pikrat terbentuk endapan kristal jarum
 - b. Dengan reaksi nyala, menghasilkan warna ungu
4. Na⁺
- a. Tambahkan Asam Pikrat terbentuk endapan kristal jarum (bedakan dengan Kalium)
 - b. Dengan reaksi nyala, menghasilkan warna jingga/kuning

6. Evaluasi

Nama :

Tanggal :

No. Sampel :

Kelompok :

Objek :

1. Reaksi Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation

**Nilai rata-
rata**

4. Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung.....

7. Soal Latihan

Suatu kation dengan reaksi nyala dengan kawat Ni-Chrom, terlihat nyala kuning stabil. Ditambahkan larutan Zn Uranyl Asetat (mikroskop) terjadi bentuk berlian. ditambahkan Larutan Asam Pikrat, terbentuk Kristal kuning bentuk jarum-jarum halus (berbeda dengan ion K^+). kation tersebut adalah ?

8. Daftar Pustaka

Anonim, 1979, **Farmakope Indonesia Edisi III**, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Anonim, 1995, **Farmakope Indonesia Edisi IV**, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, **Analytical Chemistry: an Introduction**, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

Vogel, 1985, **Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro**, Edisi V, diterjemahkan oleh: Setiono & Pudjaatmaka, PT Kalman Media Pustaka, Jakarta.

PRAKTIKUM 6:

ANALISIS GOLONGAN ANION

1. Kompetensi Dasar

- Memisahkan anion yang menghasilkan gas dan tidak menghasilkan gas
- mengidentifikasi anion

2. Indikator Capaian

- Mahasiswa mampu melakukan identifikasi anion dan membedakan anion yang menghasilkan gas dan tidak menghasilkan gas bila direaksikan dengan HCl

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

- Memisahkan anion yang menghasilkan gas dan tidak menghasilkan gas
- Mengidentifikasi anion pada suatu sampel

4. Uraian Teori

Berbeda dengan kation, anion tidak mempunyai sistematika yang sistematis, sehingga pada pemeriksaannya harus dilakukan reaksi terhadap masing-masing anion.

Secara umum anion dapat dibagi menjadi 2 golongan besar, yaitu:

1. Anion yang menghasilkan gas bila direaksikan dengan larutan HCl encer:
 - a. Klorida, bikarbonat, sulfat, tiosulfat, sulfide
 - b. Nitrit dan sianida
2. Anion yang tidak menghasilkan gas bila direaksikan dengan larutan HCl encer:
 - a. Klorida, bromida, iodida, nitrat, sulfat, fosfat
 - b. Asetat, kromat, bikromat
 - c. Anion-anion organik: asetat, oksalat, formiat dll.

Pemeriksaan Anion dilakukan dengan 2 tahap, yaitu:

1. Analisis pendahuluan

Dimaksudkan analisis langsung dari zat asal sebelum ditambahkan pereaksi lain, karena ada beberapa anion yang terurai atau terganggu dengan adanya pereaksi.

2. Pemeriksaan/ Identifikasi dari larutan "Ekstrak Soda"

Pereaksi ini digunakan agar anion yang terikat dengan kation (umumnya golongan I s/d IV) bereaksi membentuk garam natrium yang mudah larut sehingga ion logam tidak mengganggu dan anion mudah diidentifikasi

Cara membentuk Ekstrak Soda

Lebih kurang 1 gram zat dimasukkan dalam beaker glass 100 ml tambahkan 20 ml larutan Na_2CO_3 jenuh, dididihkan selama 15 menit, dinginkan dan saring. Filtrat disebut "Ekstrak Soda" digunakan pada identifikasi anion (selain karbonat)

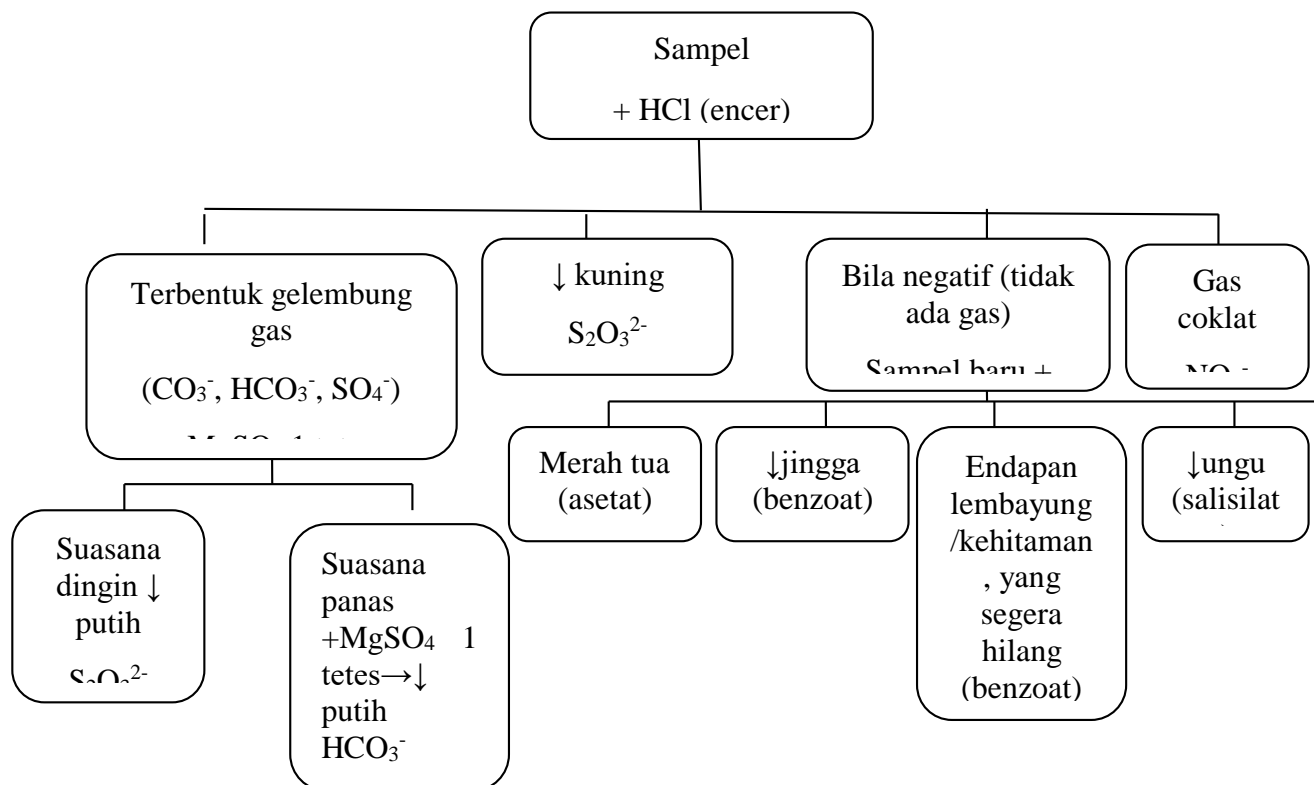
A. REAKSI PENDAHULUAN

Analisis anion meliputi uji:

1. Uji untuk **sulfat** : Kepada 1 ml larutan sampel ditambah HCL encer hingga asam, tambahkan lagi 1 ml, dididihkan dan tambahkan lagi 1 ml larutan BaCl_2 jika terjadi endapan putih BaSO_4 , berarti menunjukkan adanya sulfat.
2. Uji untuk **reduktor** : 1 ml larutan sampel diasamkan dengan asam sulfat encer, kemudian ditambahkan 0,5 ml lagi. Setelah itu ditambah 1 tetes 0,05 N KMnO_4 .
Jika warna ungu hilang, maka ada sulfid, thiosianat, sulfid, nitrit, bromida, iodida, arsenit. Jika warna itu hilang pada pemanasan, ada oksalat.
3. Uji untuk **oksidator** : 1 ml larutan sampel ditambahkan 0,5 ml HCL pekat dan 1 ml larutan jenuh MnCl_2 , jika larutan coklat atau hitam menunjukkan adanya:
Nitrat, nitrit, klorat, kromat, ferisianida, bromat, iodat, permanganat. Jika hasil uji negatif maka hanya sedikit nitrat dan nitrit.
4. Uji dengan larutan **Perak nitrat** : Uji ini dilakukan untuk adanya thiosianat, iodida, Bromida, dan Klorida.
5. Uji **reaksi nyala halogenida** : dikenal dengan "reaksi Beilstein" untuk membentuk ion-ion Iodida, Bromida, Klorida.
Caranya kawat Cu dipijar pada nyala bunsen sampai tidak ada nyala hijaunya, kawat yang masih panas dicelupkan pada sampel bakar dengan nyala akan tampak warna hijau terang.
Catatan: uji ini akan dapat terganggu oleh ion Na^+ , K^+ , dan ion Ba^+
6. Reaksi pengenal **ion borat** : sedikit sampel dimasukan cawan uap +3 tetes asam sulfat pekat dan sedikit methanol, dibakar akan terjadi nyala hijau.

Setelah itu dilakukan identifikasi/ reaksi pengenal untuk masing-masing anion.

B. PEMISAHAN ANION



Bila negatif lakukan identifikasi lanjutan

1. Sampel + Pb Asetat → ↓ kuning (I^-)
2. Sampel + $HNO^3 + AgNO_3 \rightarrow \downarrow$ putih kekuningan (Br^-)
3. Sampel + $HNO^3 + AgNO_3 \rightarrow \downarrow$ putih (Cl^-)
4. Sampel + $AgNO_3 \rightarrow \downarrow$ kuning muda + $NH_4OH \rightarrow \downarrow$ larut (fosfat)
5. Sampel + $BaCl_2 \rightarrow \downarrow$ putih + $HCL \rightarrow \downarrow$ larut (SO_3^{2-})
6. Sampel + $AgNO_3 \rightarrow \downarrow$ putih + NH_4OH berlebih → ↓ larut (PO_4^{3-})

Bila negative lakukan identifikasi lanjutan dengan reaksi nyala

7. Sampel + Metanol + H_2SO_4 , pijarkan → nyala hijau (BO_3^-)

Identifikasi ion halogen

8. Sampel + H_2SO_4 + KMnO_4 + CHCl_3 → lapisan kloroform berwarna ungu (Cl^-)
9. Sampel + H_2SO_4 + KMnO_4 + CHCl_3 → lapisan kloroform berwarna kuning/jernih (Br^- atau I^-)
10. Sampel + HgCl_2 → ↓jingga (I^-)

5. Pelaksanaan Praktikum

c. Alat dan Bahan

Alat: Tabung reaksi, rak tabung, pipet tetes, kertas aluminium foil.

Bahan: Sampel anion, pereaksi golongan dan pereaksi spesifik

d. Prosedur Kerja

Reaksi Identifikasi Anion

1. Cl^-

- a. Tambahkan lart. Perak Nitrat, terbentuk endapan putih larut dalam NH_4OH encer dan bila ditambah asam nitrat, terbentuk endapan kembali.
- b. Tambahkan larutan asam sulfat pekat, dipanaskan timbul gas yang dapat dibuktikan dengan:
 - Baunya yang khas
 - Membentuk kabut jika batang pengaduk dibasahi dengan NH_4OH pekat didekatkan kemulut tabung.
 - Merubah lakmus biru menjadi merah.
- c. Dengan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, terbentuk endapan putih yang larut dalam air panas, jika didinginkan akan terbentuk endapan jarum.

2. Br^-

- a. Tambahkan larutan lart. Perak Nitrat, terbentuk endapan kuning muda
- b. Tambahkan larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, terbentuk endapan putih yang larut dalam air panas.
- c. Tambahkan larutan asam nitrat pekat, kocok, larutan menjadi coklat merah, kemudian timbul uap berwarna coklat merah, uap ini dapat dibuktikan dengan cara:
 - Kedalamnya tambahkan kloroform maka lapisan kloroform berwarna coklat merah.
 - Kertas saring yang dibasahi dengan fluoresen akan menjadi merah jingga jika diletakkan diatas tabung reaksi.

3. I^-

- a. Tambahkan larutan lart. Perak Nitrat, terbentuk endapan kuning muda
- b. Tambahkan larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, terbentuk endapan kuning, jika diencerkan dengan akuadest lalu dipanaskan, endapan akan larut dan

akan terbentuk kembali jika didinginkan. (endapan berbentuk keping-keping kuning berbentuk sisik ikan)

- c. Tambahkan larutan lart. HgCl_2 , terbentuk endapan merah jingga jika ditambahkan KI berlebih endapan akan larut.
- d. Tambahkan larutan asam sulfat pekat, akan timbul uap berwarna ungu, uap ini dapat dibuktikan dengan cara:
 - Kedalamnya tambahkan kloroform maka lapisan kloroform akan berwarna ungu
 - Kertas saring yang dibasahi dengan larutan amylum akan menjadi biru jika diletakkan di atas tabung reaksi

4. CO_3^{2-}

- a. Tambahkan larutan HCl akan mengeluarkan gas CO_2 yang jika dilarutkan kedalam air barit $\text{Ba}(\text{OH})_2$ atau air kapur $\text{Ca}(\text{OH})_2$ akan keruh
- b. Tambahkan larutan MgSO_4 , pada dinding tabung akan terus dingin dan terbentuk endapan putih
- c. Tambahkan larutan lart. HgCl_2 encer, terbentuk endapan merah coklat
- d. Tambahkan larutan lart. AgNO_3 , terbentuk endapan putih apabila dipanaskan akan berubah menjadi hitam.

5. HCO_3^-

- a. Tambahkan larutan HCl akan mengeluarkan gas CO_2 jika dialirkan kedalam air barit atau air kapur terjadi endapan.
- b. Tambahkan larutan MgSO_4 encer dalam suasana dingin pada dinding tabung akan terus dingin dan terbentuk endapan putih.
- c. Tambahkan larutan lart. HgCl_2 encer, terbentuk endapan.
- d. Tambahkan larutan lart. BaCl_2 , terbentuk endapan putih apabila larutan disaring dan ditambahkan ammonia pada filtratnya maka akan terbentuk endapan putih.

6. NO_2^-

- a. Tambahkan larutan AgNO_3 , terbentuk endapan putih.
- b. Dalam tabung reaksi masukkan larutan FeSO_4 , dan diasamkan dengan asam asetat encer/asam sulfat encer. Tambahkan sampel perlahan-lahan melalui dinding tabung akan terbentuk “cincin coklat” pada pertemuan lapisan dari larutan.
- c. Tambahkan larutan lart. HCl encer, terbentuk gas warna coklat, bila mulut tabung ditutup.
- d. Tambahkan larutan lart. KI + larutan sampel _ asam asetat encer/asam sulfat encer, terbentuk gas yang dapat dilihat pada kertas saring yang dibasahi dengan larutan amylum yang menjadi warna biru.
- e. Warna larutan KMnO_4 dan H_2SO_4 encer kedalam larutan sampel, akan menyebabkan warna ungu hilang.
- f. Tambahkan asam sulfanila dan Naftil Amina, terbentuk warna merah.

7. BO_3^{3-}

- a. Dalam cawan uap tambahkan Metanol dan 5 tetes asam sulfat pekat + larutan sampel kemudian dibakar akan menghasilkan nyala hijau.
 - b. Tambahkan larutan HCl pekat, celupkan kertas kurkumin kedalam larutan sampel, terbentuk endapan merah coklat.
- 8. SO_4^{2-}**
- a. Tambahkan larutan BaCl_2 , terbentuk endapan putih akan larut dalam pereaksi berlebih.
 - b. Tambahkan larutan AgNO_3 , terbentuk endapan putih coklat.
 - c. Tambahkan larutan lart. $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, terbentuk endapan putih.
- 9. SO_3^{2-}**
- a. Tambahkan HCl encer, terbentuk gas.
 - b. Tambahkan larutan KmnO_4 dalam suasana asam sulfat encer, maka warna ungu akan hilang.
 - c. Tambahkan larutan BaCl_2 , terbentuk endapan putih yang jika ditambahkan HCl endapan akan larut.
- 10. $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$**
- a. Tambahkan HCl encer, timbul gas, jika dibiarkan beberapa saat akan timbul endapan kuning.
 - b. Tambahkan larutan iodium, warna iodium akan hilang.
 - c. Tambahkan larutan KmnO_4 dalam suasana asam sulfat encer, maka warna ungu akan hilang.
 - d. Tambahkan larutan FeCl_3 , terbentuk warna ungu, dan warna ungu akan segera hilang.
- 11. PO_4^{3-}**
- a. Tambahkan larutan AgNO_3 , terbentuk endapan kuning yang akan larut jika ditambahkan NH_4OH encer.
 - b. Tambahkan larutan HNO_3 encer + Amm. Molibdat terbentuk endapan kuning.
 - c. Tambahkan larutan FeCl_3 , terbentuk endapan putih kekuning-kuningan, yang larut jika ditambahkan HCl.
- 12. CH_3COO^-**
- a. Tambahkan asam sulfat pekat, tercium bau asam asetat.
 - b. Tambahkan asam sulfat pekat + etanol, tercium bau pisang ambon.
 - c. Tambahkan larutan AgNO_3 terbentuk endapan putih yang akan larut jika dipanaskan.
 - d. Tambahkan larutan BaCl_2 , tidak terjadi apa-apa.
 - e. Tambahkan larutan FeCl_3 , terbentuk larutan merah yang akan berubah menjadi endapan coklat jika dipanaskan.
- 13. MnO_4^-**
- a. Tambahkan asam sulfat + H_2O_2 , dalam keadaan dingin warna ungu akan segera hilang.

- b. Tambahkan asam sulfat pekat + Natrium biSulfit dalam keadaan dingin, warna ungu akan segera hilang.
- c. Tambahkan asam sulfat pekat + asam oksalat, dalam keadaan panas, warna ungu akan segera hilang.
- d. Tambahkan asam sulfat pekat + Ferro Sulfat, dalam keadaan dingin, warna ungu akan segera hilang.
- e. Tambahkan asam sulfat pekat dialirkan gas H_2S , dalam keadaan panas, warna ungu akan segera hilang.

6. Evaluasi

Nama :

Tanggal :

No. Sampel :

Kelompok :

Objek :

1. Reaksi Pemisahan kation

2. Reaksi Identifikasi Kation

Nilai

3. Kesimpulan

Nomer Sampel mengandung.....

7. Soal Latihan

- Suatu sampel anion jika ditambahkan larutan AgNO_3 , terbentuk endapan kuning yang akan larut jika ditambahkan NH_4OH encer. Jika ditambahkan larutan HNO_3 encer dan Ammonium Molibdat terbentuk endapan kuning. Jika ditambahkan larutan FeCl_3 , terbentuk endapan putih kekuning-kuningan, yang larut jika ditambahkan HCl . Anion tersebut adalah.....

8. Daftar Pustaka

Anonim, 1979, **Farmakope Indonesia Edisi III**, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Anonim, 1995, **Farmakope Indonesia Edisi IV**, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, **Analytical Chemistry: an Introduction**, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

Vogel, 1985, **Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro**, Edisi V, diterjemahkan oleh: Setiono & Pudjaatmaka, PT Kalman Media Pustaka, Jakarta.

LEMBAR KERJA LATIHAN UJIAN ANALISIS SENYAWA
(KATION-ANION)

Nama :
No. Sampel :
Objek :

Tanggal :
kelompok :

1. Reaksi Pemisahan kation

2. Reaksi Identifikasi Kation

3. Reaksi Pemisahan Anion

4. Reaksi Identifikasi Anion

5. Kesimpulan

a. Kation

Nomer Sampel mengandung.....

b. Anion

Nilai rata-rata

Nomer Sampel mengandung.....

PRAKTIKUM 7 :

TEKNIK DASAR PEMISAHAN ENDAPAN

1. Kompetensi Dasar

- a. Kemahiran praktikan dalam memisahkan senyawa dari campurannya dengan metode filtrasi, dekantasi, dan sentrifugasi.
- b. Kemampuan praktikan dalam memahami mekanisme atau prinsip pemisahan dari masing-masing metode.

2. Indikator Capaian

- a. Mahasiswa mahir menggunakan teknik filtrasi, dekantasi, dan sentrifugasi pada pemisahan endapan.
- b. Mahasiswa mampu menganalisis proses terjadinya pemisahan berdasarkan metode filtrasi, dekantasi, dan sentrifugasi.

3. Tujuan Praktikum

- a. Melakukan pemisahan endapan dengan teknik filtrasi, dekantasi, dan sentrifugasi.
- b. Menganalisis proses terjadinya pemisahan berdasarkan prinsip metode filtrasi, dekantasi, dan sentrifugasi.

4. Uraian Teori

Pengendapan dan pemisahan endapan

Jika suatu reaksi kimia terjadi maka akan menimbulkan adanya suatu perubahan kimia. Salah satu perubahan kimia yang terjadi adalah dengan terbentuknya endapan. Endapan itu bermacam-macam bentuknya ada yang kasar, sedang, halus dan bentuk selai. Contoh, jika suatu zat (A, B, C dan D)

dilarutkan dengan air suling kemudian diasamkan dengan beberapa tetes pengasam, didihkan dan di beri pereaksi pengendap maka akan terbentuk endapan. Beberapa teknik yang digunakan untuk memisahkan endapan, yaitu :

a. Penyaringan

Cara standar untuk memisahkan endapan padat dari suatu cairan adalah dengan cara menyaringnya. Terdapat beberapa metode filtrasi, yaitu filtrasi sederhana atau *gravity*, filtrasi panas, dan filtrasi vaccum. Kertas saring yang digunakan harus memiliki ukuran pori yang sesuai dengan molekul yang akan dipisahkan. Kertas saring berfungsi sebagai suatu saringan yang halus, ada kertas saring yang halus dan ada pula yang kasar, selain itu kualitasnya juga bermacam-macam (Armarego W.L, & Lin Chai C,L., 2003).

Salah satu cara apabila filtrasi sederhana mengalami kendala seperti, terhentinya proses filtrasi diakibatkan kristal memblok atau menghambat proses penyaringan. Kendala ini dapat dihindari dengan melakukan filtrasi panas, campuran dipanaskan terlebih dahulu sebelum dipisahkan. Metode lainnya yaitu, filtrasi vaccum. Filtrasi ini memiliki cara yang efisien dan cepat. Campuran disaring dengan menggunakan *Buchner flask* yang terhubung dengan selang *vaccum* (Ahluwalia, V.K, Bhagat, P., Aggarwal, R., 2005) .

Cara kerja yaitu pertama kali kertas saring dilipat, kemudian ujungnya disobek sedikit. Kemudian letakan pada corong penyaring sambil dibasahi dengan agar dapat menempel dengan baik. Cara menyaring tersebut dapat dilihat pada Gambar 4-8a. endapan yang sudah disaring dapat dicuci dengan menuangkan air keatasnya.

b. Dekantasi

Zat padat seringkali dapat tenggelam ke dasar bejana dan dalam hal ini sebagian besar cairan dapat dituangkan secara hati-hati tanpa mengganggu endapannya , lihat Gambar 4- 8b.

c. Sentrifugasi

Teknik pemisahan dengan cara sentrifugasi dapat dilakukan dengan mengatur gaya sentrifugasi, partikel yang mendapat gaya sentrifugasi besar mempunyai kecepatan sedimentasi lebih cepat. Proses pemisahan ini mempunyai prinsip yang sama dengan dekantasi. Sentrifuse adalah alat untuk mempercepat proses pengendapan dengan menggantikan gaya gravitasi dengan cara sentrifugasi (Leung, F & Woon, W, 2007).

Partikel yang akan dipisahkan disuspensikan dalam medium cair. Suspensi analit ditempatkan pada tabung sentrifusel yang ditempatkan dalam rotor dan diputar pada kecepatan tinggi (revolution per menit, rpm). Kecepatan pengendapan tergantung dari gaya sentrifugal (g) yang mengenai partikel searah jari-jari (r). Partikel yang mendapatkan gaya sentrifugal yang lebih besar mempunyai kecepatan sedimentasi lebih cepat dan berada di dasar tabung.

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Alat : Gelas kimia, corong, batang pengaduk, tabung sentrifuse

Bahan : Teh, kopi

b. Prosedur Kerja

- i. Pisahkan campuran larutan teh dan kopi dengan cara filtrasi sederhana menggunakan kertas saring.
- ii. Pisahkan larutan kopi dengan cara dituang menggunakan batang pengaduk.
- iii. Pisahkan campuran senyawa yang telah disiapkan dengan menggunakan sentrifuse pada kecepatan 5000 rpm selama 5 menit.

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

Data Pengamatan dekantasi :

Perlakuan	Pengamatan

Data Pengamatan filtrasi :

Perlakuan	Pengamatan

b. Pembahasan

c. Kesimpulan

7. Soal Latihan

- a. Apabila terdapat suspensi padat pada larutan, metode pemisahan yang dapat digunakan adalah

- b. Seorang praktikan ingin memisahkan molekul yang terdispersi dalam larutan, teknik yang tepat adalah

8. Daftar Pustaka

- Ahluwalia, V.K, Bhagat, P., Aggarwal, R., 2005. Laboratory Techniques in Organic Chemistry. New Delhi: I.K. International Pvt. Ltd.
- Armarego W.L, & Lin Chai C,L., 2003. Purification of Laboratory Chemicals. 5th Edition. Amsterdam: Elsevier.
- Leung, F & Woon, W, 2007. Centrifugal Separations in Biotechnology. New York: Elsevier.

Day, R.A dan Underwood, A.L., 1999, Analisis Kimia Kuantitatif, edisi V,
diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.

PRAKTIKUM 8:
PENIMBANGAN, PEMBUATAN LARUTAN, DAN TEKNIK
MEMINDAHKAN ZAT PADAT DAN LARUTAN DARI
BOTOL

1. Kompetensi Dasar

- Melakukan Penimbangan zat padat dan zat cair dengan timbangan analitis
- membuat larutan pereaksi atau sampel untuk pelaksanaan praktikum kimia analisa
- melakukan Teknik memindahkan zat padat dan larutan dari botol dengan tepat dan benar.

2. Indikator Capaian

- Mahasiswa mampu melakukan penimbangan dengan cara yang tepat dan menggunakan alat timbangan analitis dengan benar, serta dapat membuat larutan kimia dan memahami cara pemindahan zat padat dan larutan dari botol dengan tepat.

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

- a. Memahami cara penimbangan yang benar menggunakan neraca analitis
- b. Memahami cara pembuatan larutan kimia dari berbagai macam alat gelas.
- c. Memahami cara pemindahan zat padat dan larutan kimia dari botol dengan tepat.

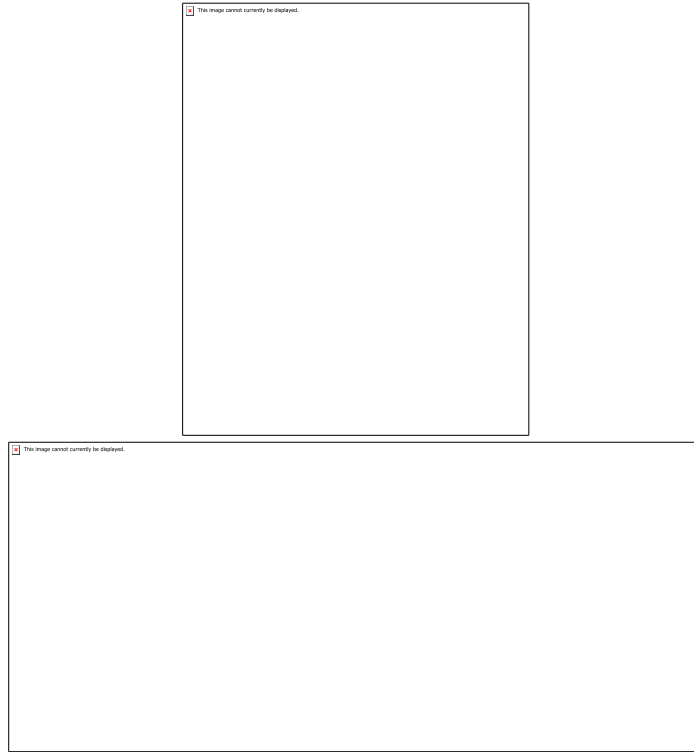
4. Uraian Teori

a. Penimbangan

Timbangan laboratorium atau yang sering disebut Neraca Analitik (Analytical Balance) merupakan timbangan yang sering digunakan untuk menimbang bahan uji laboratorium dengan tingkat ketelitian tinggi. Penggunaannya pun harus hati-hati agar mendapatkan hasil pengukuran yang tepat.

Beberapa jenis timbangan semi analitis mempunyai ketelitian yang cukup tinggi sampai 0,001 gram, contohnya timbangan single-arm. Timbangan ini

mempunyai lengan yang dapat mengayun bebas pada titik tumpu berupa ujung pisau yang bebas gesekan.



Gambar. Timbangan analitis dan semi analitis

Tata cara menggunakan timbangan dengan benar adalah sebagai berikut :

1. Putar tombol pengontrol dengan hati-hati untuk mengangkat lengan dari titik tumpunya
2. Aturilah agar lengan kembali pada kedudukan semula sebelum meletakkan atau mengambil benda dari piring timbangan
3. Timbanglah zat-zat kimia dalam wadah, jangan sekali-kali meletakkannya langsung pada piring timbangan
4. Dinginkan dulu benda-benda yang panas sebelum ditimbang karena dapat menyebabkan kesalahan pada penimbangan
5. Hasil yang diteliti akan diperoleh bila benda yang ditimbang dipegang dengan penjepit, jangan memegangnya langsung dengan tangan karena akan

menimbulkan kesalahan penimbangan akibat lemak dari tangan menempel pada wadah zat yang akan diukur.

Timbangan jenis lain yang biasa dipakai adalah triple-beam yang mempunyai ketelitian sampai 0,01 gram, yaitu untuk jenis triple-beam dengan piring tergantung, sedangkan triple-beam yang piringnya datar mempunyai ketelitian 0,1 gram. Timbangan analitis mempunyai ketelitian yang lebih tinggi sampai 10^{-5} gram, biasanya digunakan untuk percobaan yang memerlukan ketelitian tinggi. Gunakan sendok untuk mengambil zat yang akan ditimbang. Pilih timbanga yang tepat sesuai kapasitasnya. Jangan menimbang zat melebihi kapasitas maksimal timbangan yang digunakan. Catat hasil timbangan. Perhatikan contoh perintah penimbangan berikut

“Timbang lebih kurang...” artinya: jumlah yang harus ditimbang tidak boleh kurang dari 90% dan tidak boleh lebih dari 110% dari jumlah yang harus ditimbang.

“Timbang dengan saksama...” artinya: deviasi penimbangan tidak boleh lebih dari 0,1% dari jumlah yang ditimbang.

Misalnya dengan pernyataan timbang seksama 0,5 mg. Oleh karena itu, penimbangan harus dilakukan dengan neraca analitik kepekaan minimal 0,5 mg.

Penimbangan saksama dapat juga dinyatakan dengan menambahkan angka 0 dibelakang koma pada akhir bilangan bersangkutan.

Misalnya dengan pernyataan timbang 200.0 mg dimaksudkan bahwa

b. Pembuatan Larutan

Tutup botol asam pekat dibuka kemudian dituangkan melalui dinding gelas piala/beker gelas, setelah itu dituangkan ke gelas ukur sebanyak yang dibutuhkan. Siapkan beker gelas (yang direndam didalam air), kemudian tuangkan aquadest kedalam beker gelas sebanyak sepertiga volume dari beker gelas. Tuangkan asam pekat ke dalam beker gelas yang telah berisi aquadest,

kemudian diaduk. Setelah larutan tersebut diaduk cukupkan volumenya dengan aquadest. Setelah larutan tersebut dingin, pindahkan kedalam botol ragen yang bersih.

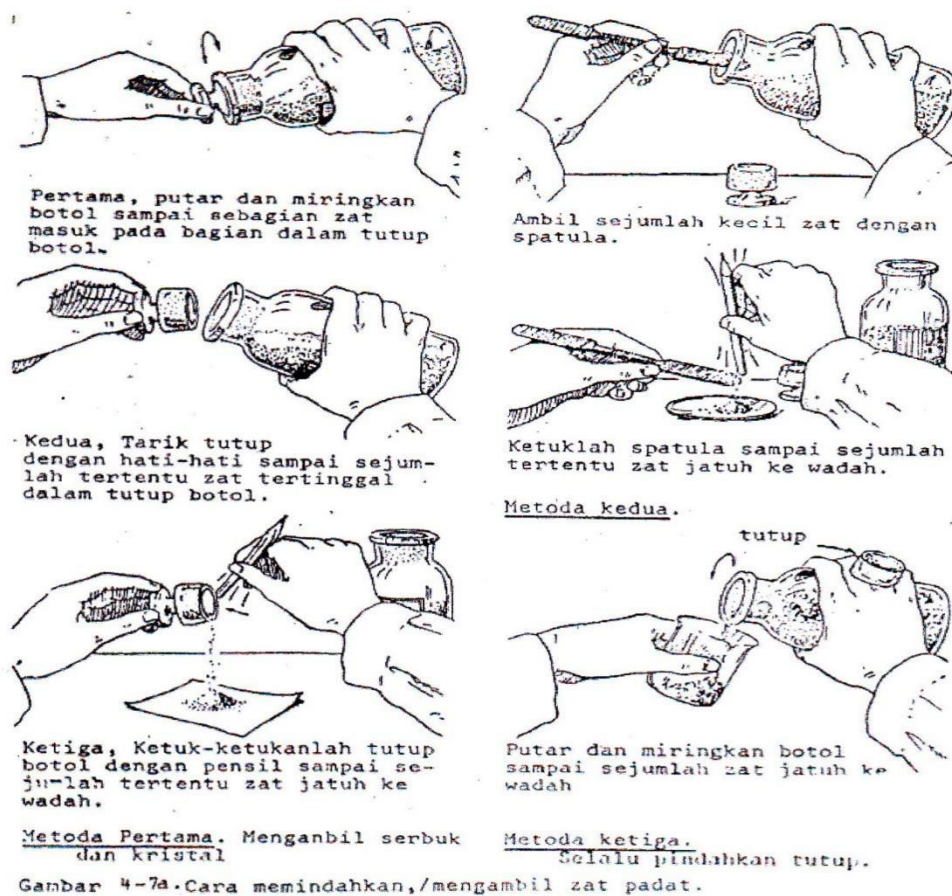
c. Memindahkan zat padat dan larutan dari botol

Zat padat

Proses memindahkan zat padat dilakukan dengan menggunakan spatula. Beberapa spatula memiliki kegunaan yang spesifik. Misalnya spatula plastik khusus di desain untuk mengambil zat padat dalam jumlah yang banyak. Sedangkan spatula alumunium dapat digunakan untuk memecah zat yang berbentuk granula atau bongkahan dan dapat juga digunakan untuk mengambil zat dalam jumlah terbatas.

Langkah-langkah yang dilakukan untuk memindahkan zat padat:

1. Tepuk-tepuk terlebih dahulu tutup wadah zat padat untuk memastikan tidak adanya zat padat yang melekat di pinggiran penutup.
2. Putar penutup zat padat dalam keadaan tegak lurus. Simpan tutup wadah dengan posisi bagian dalam tutup menghadap ke atas.
3. Ambil zat padat secukupnya. Bila diperlukan hancurkan zat padat yang berupa bongkahan atau granula.
4. Perhatian: jangan mengembalikan zat padat yang telah diambil ke dalam wadahnya. Hal ini harus dihindarkan karena dapat menyebabkan zat dalam wadah terkontaminasi. Contoh kasusnya sering terjadi pada NaOH padat yang mencair dalam wadah.



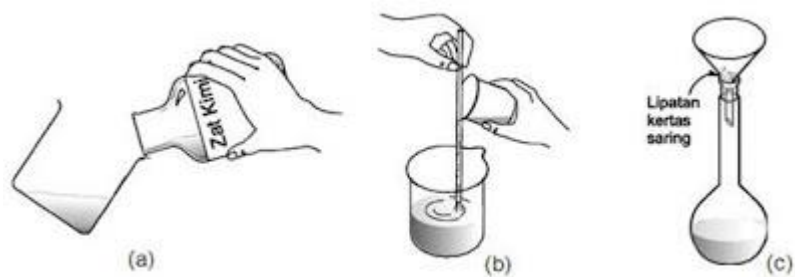
Zat Cair

Aspek keamanan yang diperlukan dalam menuangkan zat cair, terutama asam atau basa pekat adalah selalu menggunakan sarung tangan untuk menghindari iritasi terhadap kulit. Selain itu selalu ingat untuk mereaksikan zat cair berbahaya dalam ruang asap/asam untuk keamanan.

Langkah-langkah yang dilakukan untuk menuangkan zat cair:

1. Buka tutup botol reagen. Biasanya tutup botol cairan selalu terdiri dari dua lapisan. Pastikan kedua tutup botol ini selalu lengkap terpasang.

2. Tuangkan larutan ke dalam gelas kimia terlebih dahulu. Jangan langsung ke gelas ukur. Pegang bagian label botol untuk mencegah kerusakan label karena tetesan zat cair.
3. Pastikan untuk memiringkan gelas kimia dan mulai mengalirkan cairan dari dalam wadah secara perlahan. Hindarkan timbulnya percikan dan cairan yang meluap saat menuangkan larutan.
4. Begitu pula ketika menuangkan cairan dari gelas kimia ke dalam silinder ukur. Miringkan silinder ukur dan mulailah menuangkan larutan secara perlahan.
5. Selain dengan cara tersebut kita juga bisa menggunakan bantuan batang pengaduk. Cairan dialirkan lewat batang pengaduk untuk mencegah terjadinya percikan. Cara ketiga adalah dengan menggunakan bantuan corong gelas. Pastikan ujung corong bersentuhan dengan dinding wadah untuk menghindari terjadinya percikan. Jika diperlukan, potongan kertas saring kecil dapat ditambahkan untuk menyumbat lubang di saluran corong gelas agar arus air tidak terlalu deras.
6. Perhatian: percikan yang ditimbulkan saat menuangkan zat cair dapat membahayakan praktikan, memungkinkan terjadinya reaksi dengan udara dan mengganggu pengukuran karena gelembung yang dihasilkan.



Gambar Teknik Menuangkan Larutan:

- (a) teknik menuangkan larutan dengan memanfaatkan dinding gelas kimia,**
(b) teknik menuangkan larutan menggunakan batang pengaduk

(c) teknik menuangkan larutan menggunakan corong gelas

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Alat : Neraca analitis, alat-alat gelas, spatula, sarung tangan, masker

Bahan : Bahan-bahan kimia berupa padatan dan larutan

b. Prosedur Kerja

1. Melakukan penimbangan dengan neraca analitis
2. Melakukan pembuatan larutan kimia
3. Melakukan pemindahan zat padat dan larutan dari botol

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

b. Pembahasan

7. Soal Latihan

- perhatikan urutan prosedur kerja berikut :

- a. Masukkan zat padat yang telah ditentukan massanya terlebih dahulu ke dalam gelas kimia
 - b. Tambahkan sedikit akuades untuk melarutkan zat padat
 - c. Aduk larutan sampai zat padat terlarut semuanya
 - d. Masukkan larutan ke dalam labu volumetrik
 - e. Tambahkan akuades sampai batas skala labu volumetrik
- dari langkah-langkah diatas, merupakan prosedur pembuatan?

8. Daftar Pustaka

Day, R.A dan Underwood, A.L., 1999, **Analisis Kimia Kuantitatif**, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.

Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, **Pengantar Kimia Farmasi Analitik: Volumetri dan Gravimetri**, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.

Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, **Analytical Chemistry: an Introduction**, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

PRAKTIKUM 9:

TEKNIK TITRASI

1. Kompetensi Dasar

Melakukan Teknik titrasi dengan tepat dan benar.

2. Indikator Capaian

Mahasiswa dapat melakukan titrasi sesuai dengan aturan teknik titrasi

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu melakukan titrasi dengan tepat dan benar sehingga dapat diaplikasikan saat penetapan kadar secara volumetri.

4. Uraian Teori

1. Pengukuran. Pengukuran volume larutan bisa menggunakan gelas ukur, kecuali

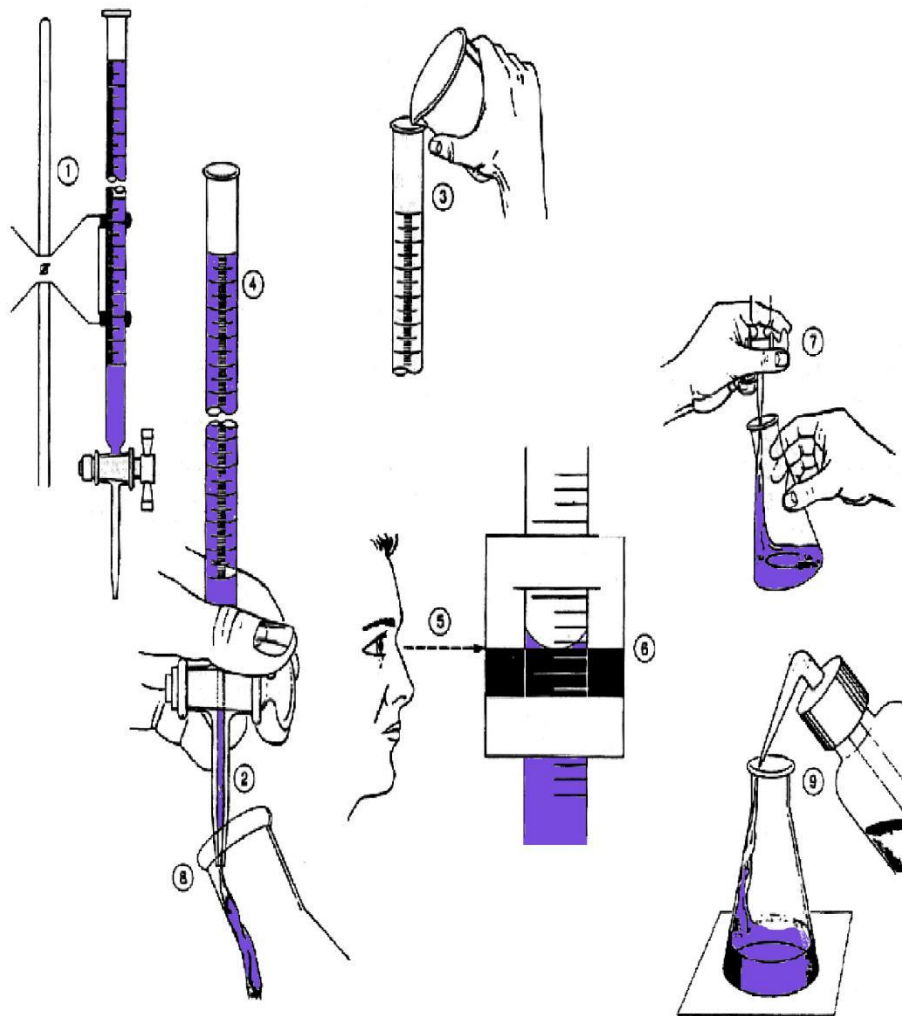
jika dinyatakan perintah "*ukur dengan seksama...*", dimaksudkan bahwa pengukuran dilakukan dengan pemakaian pipet standard an harus digunakan sedemikian rupa sehingga kesalahannya tidak melebihi batas yang ditetapkan.

Penggunaan pipet dapat diganti dengan buret yang sesuai dan memenuhi standar. Pengukuran saksama dapat juga dinyatakan dengan menambahkan angka 0 dibelakang angka koma terakhir bilangan yang bersangkutan. Misalnya dengan pernyataan pipet 10,0 ml atau ukur 10,0 ml dimaksudkan bahwa pengukuran harus dilakukan dengan saksam.

2. Penggunaan buret.

- Periksa terlebih dahulu apakah buret dalam kondisi baik (tidak pecah atau bocor), berikan sedikit saja vaselin pada kran agar pengaturan penetesannya mudah dilakukan.
- Bersihkan buret sebelum digunakan dengan air, bilaslah buret tersebut dengan zat kimia yang akan dimasukkan ke dalamnya.
- Masukkan zat kimia yang akan digunakan ke dalam buret tersebut dengan menggunakan corong. Lakukan pengisian sampai seluruh bagian buret terisi (perhatikan bagian bawahnya!) dan tidak terdapat gelembung gas pada buret.
- Pasang buret pada statif dan klem agar posisinya stabil dan tegak lurus.

- Untuk pembacaan skala digunakan kertas hitam-putih, pegang dibelakang buret sedikit dibawah permukaan garis lengkungan (miniskus)
 - Pada buret *Schellbach* dinding belakang bagian dalam diberi garis biru diatas dasar putih, pembacaan tetap pada bagian lancip dari garis biru.
3. **Pemilihan buret.** Lakukan titrasi orientasi terlebih dahulu menggunakan buret kapasitas 50,0 ml. Untuk selanjutnya, pada titrasi replikasi pemilihan buret harus berdasarkan ketentuan: Volume terukur yang teliti adalah sebanyak 20-80% dari kapasitas buret. Jadi, jika dari hasil orientasi didapat volume titrasi 10,0 ml, maka titrasi selanjutnya gantilah buret dengan kapasitas 25,0 ml.
4. **Cara titrasi.** Zat yang akan dititrasi disebut sebagai **titrat** (ditampung dalam Erlenmeyer), sedangkan larutan yang digunakan untuk menitrasi disebut sebagai **titran** (dimasukkan kedalam buret). Posisi tangan pada saat titrasi ditunjukkan seperti gambar dibawah. Buret dibilas terlebih dahulu dengan aquadest secukupnya. Kemudian dibilas kembali dengan larutan titran. Larutan standar (titran) diisikan pada buret sampai diatas garis skala nol, seka sisa larutan yang ada diatas, kemudian cukupkan sampai garis skala nol. Larutan sampel atau titrat yang akan dititrasi dimasukkan ke dalam erlenmeyer (jika perlu diencerkan dengan pelarutnya). Tambahkan indikator pada larutan sampel atau titrat 2 sampai 3 tetes. Setelah itu erlenmeyer diletakkan di bawah ujung buret dan siap untuk dititrasi. Tangan kiri digunakan untuk memegang kran buret, sementara tangan kanan digunakan untuk menggoyang-goyangkan erlenmeyer. Tambahkan sedikit demi sedikit larutan titran sampai terjadi perubahan warna pada larutan standar (titik akhir titrasi).

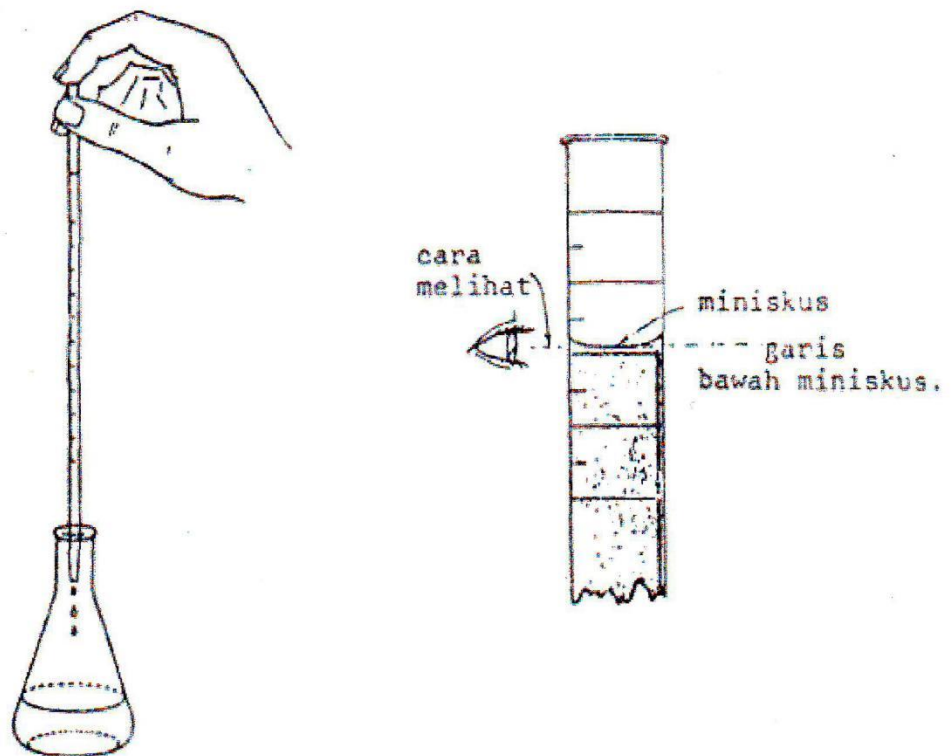


Gambar 1. Cara titrasi

5. Perlakuan dan Pengukuran Zat Cair

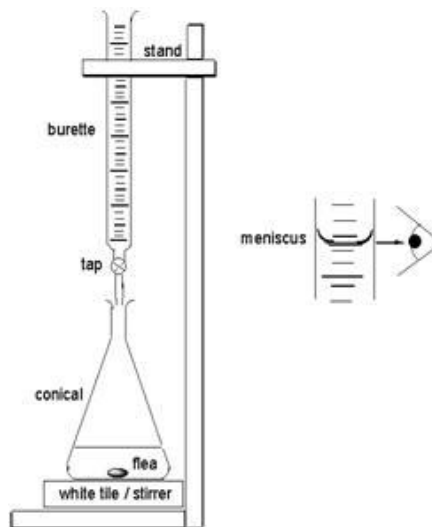
Memindahkan zat dari suatu botol ke wadah lain dilakukan dengan mengalirkan melalui batang pengaduk. Agar tidak terjadi kontaminasi, tutup botol harus dipegang diantara jari-jari tangan. Untuk mengukur volume zat cair dengan teliti digunakan pipet dan buret. Pada penggunaan pipet, masukan zat cair sampai melampaui tanda garis, lalu tutup ujung pipet dengan telunjuk, **lihat gambar 2**. kemudian pindahkan pipet dengan isinya ke wadah lain, biarkan zat cair habis keluar dengan cara menempelkan ujung pipet pada dinding wadah. Jangan sekali-kali mengibaskan atau meniup pipet itu untuk mengeluarkan tetesan terakhir. Sedangkan untuk mengukur volume zat cair yang tidak

memerlukan ketelitian tinggi dapat dipakai gelas ukur, Pembacaan volume dilakukan dengan menempatkan mata sejajar dengan permukaan zat cair, lalu baca bagian bawah miniskus



Gambar 2. Cara menggunakan pipet ukur dan membaca volume zat cair yang diukur dengan gelas ukur, buret

6. **Pembacaan volume titrasi.** Mata harus sejajar miniskus, gunakan miniskus bawah untuk menentukan volume titrasi larutan titer tidak berwarna. Jangan lupa perhatikan skala buret, karena masing-masing kapasitas buret memiliki skala yang berbeda.



Gambar 3. Cara membaca volume titrasi

7. **Penetapan dalam duplo.** Lakukan penetapan paling sedikit dua kali. Jika kesesuaian hasilnya lebih dari 0,4 hasil tersebut tidak dapat dirata-rata. Jika digunakan volume larutan sampel yang sama, maka pembacaan buret tidak boleh berselisih lebih dari 0,5 ml. Jika syarat-syarat ini tidak tercapai, maka harus dilakukan titrasi ulang sampai diperoleh selisih yang tidak lebih dari 0,05 ml.

8. **Penulisan angka penting.** Angka penting adalah semua digit dalam suatu bilangan (diperoleh dari pengukuran) yang bersifat pasti plus satu yang mengandung suatu ketidakpastian (perkiraan).

Penulisan angka hasil pengukuran, pada hakekatnya berkaitan dengan ketelitian alat yang dipakai. Cara penulisan angka penting mengikuti kaidah sebagai berikut:

- a. Secara umum, penulisan hasil pengukuran hanya terdapat satu angka yang harganya tak tentu (*uncertain*), yaitu angka terakhir. Contoh: penulisan hasil pembacaan buret makro dengan skala terkecil 0,1 ml seharusnya ditulis dua desimal, misalnya 12,65 ml. Angka 5 merupakan angka tidak pasti karena terletak antara 12,60-12,70 ml.

- b. Banyaknya desimal hasil penjumlahan atau pengurangan sama dengan faktor yang mengandung desimal paling sedikit.
- c. Banyaknya desimal hasil perkalian atau pembagian sama dengan satu angka lebih banyak daripada yang terdapat pada faktor yang mengandung desimal paling sedikit.
- d. Penulisan hasil akhir yang memerlukan pembulatan angka desimal, maka angka desimal 5 atau lebih dibulatkan ke atas, sedangkan angka desimal < 5 dibulatkan ke bawah.
- e. Untuk penulisan angka pada kadar sampel gunakan 4 desimal.

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Alat : gelas kimia, buret, pipet ukur, pipet volume, klem statif, alas dasar titrasi, bulp

Bahan : akuades, larutan HCl, larutan NaOH, indikator titrasi

b. Prosedur Kerja

- 1) Setiap mahasiswa melakukan teknik titrasi mulai dari preparasi buret, pengukuran volume hingga penentuan titik akhir titrasi

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

d. Pembahasan

7. Soal Latihan

a. Sebuah buret dengan volume larutan menunjukkan miniskus bawah 8,50 ml pada titrasi yang pertama. Titrasi yang kedua menunjukkan volume miniskus bawah 8,40 ml. Apakah volume tersebut valid dan dapat digunakan untuk penetapan kadar?

8. Daftar Pustaka

Ahluwalia, V.K, Bhagat, P., Aggarwal, R., 2005. Laboratory Techniques in Organic Chemistry. New Delhi: I.K. International Pvt. Ltd.

Armarego W.L, & Lin Chai C,L., 2003. Purification of Laboratory Chemicals. 5th Edition. Amsterdam: Elsevier.

Day, R.A dan Underwood, A.L., 1999, Analisis Kimia Kuantitatif, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.

PRAKTIKUM 10: ANALISIS GRAVIMETRI

1. Kompetensi Dasar

Melakukan analisis kuantitatif gravimetri.

2. Indikator Capaian

Mahasiswa dapat melakukan penetapan kadar dengan gravimetri.

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan dapat melakukan penetapan kadar dengan metode gravimetri pengendapan.

4. Uraian Teori

Gravimetri merupakan analisis kuantitatif yang menggunakan massa atau berat sebagai langkah utama dalam menganalisisnya. Persyaratan pd analisa gravimetri pertama, zat yg ditentukan hrs dpt diendapkan secara terhitung (99%) dan endapan yg terbentuk hrs cukup murni dan dapat diperoleh dlm bentuk yg cocok untuk pengolahan selanjutnya.

Keuntungan metode gravimetri yaitu sederhana, akurat (accurate), kesalahan 0,1 – 0,3%, merupakan analisis makro, diperlukan endapan 10 mg atau lebih. Kelemahan metode gravimetri yaitu memakan waktu lama (time consuming), sekitar ½ hari.

Pada dasarnya gravimetri dapat dilakukan melalui tiga cara yaitu :

- a. Cara penguapan
- b. Cara elektrolisis
- c. Cara pengendapan

Yang akan banyak dibahas adalah gravimetric dengan cara pengendapan

a. Gravimetri cara penguapan

Pada cara ini komponen-komponen yang tidak diinginkan, dihilangkan sebagai uap. Uap ini jika tidak diperlukan dibiarkan hilang begitu saja dalam udara dan zat tertinggal ditentukan beratnya.

Jika uap tersebut diperlukan, maka uap tersebut dialirkan ke dalam zat penyerap yang sebelumnya telah ditentukan beratnya.

Dari penambahan berat dapat ditentukan jumlah uap tersebut. Contoh aplikasi metode ini adalah penentuan kadar air (air kristal atau air yang ada dalam suatu bahan).

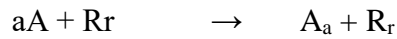
b. Gravimetri cara elektrolisis

Metode elektrolisis dilakukan dengan cara mereduksi ion-ion logam terlarut menjadi endapan logam. Ion-ion logam berada dalam bentuk kation apabila dialiri dengan arus listrik dengan besar tertentu dalam waktu tertentu maka akan terjadi reaksi reduksi menjadi logam dengan bilangan oksidasi 0.

c. Gravimetri cara pengendapan

Pada cara ini komponen-komponen yang diinginkan diubah bentuknya menjadi bentuk yang sukar larut. Bentuk ini kemudian harus dapat dipisahkan secara sempurna. Komponen dari suatu zat yang dianalisis diendapkan dari larutan dengan suatu pereaksi menjadi suatu endapan.

Dasar reaksinya adalah sebagai berikut :



dimana a molekul analit bereaksi dengan r molekul R menghasilkan A_a dan R_r.



Komponen yang ditentukan dapat dihitung dari bahan endapan dengan menggunakan *faktor gravimetri* atau *faktor kimia*.

$$\% A = \frac{\text{berat P} \times \text{faktor gravimetri}}{\text{berat sampel}} \times 100$$

dimana A = analit dan P = endapan

Faktor gravimetri adalah :

$$\frac{A_r \text{ atau } M_r \text{ yang dicari}}{M_r \text{ endapan yang ditimbang}}$$

A_r = massa atom relatif M_r = massa molekul relatif

Langkah-langkah metode gravimetri

- Pengeringan dan penimbangan sampel
- Pelarutan sampel
- Pengendapan dengan cara penambahan pereaksi (berlebih) yang sesuai : Sebagai pereaksi pengendap dapat digunakan senyawa anorganik atau senyawa organik tetapi dipilih yang spesifik dan mudah menguap.
- Pemisahan/penyaringan endapan

- Pencucian endapan, bertujuan: menghilangkan sisa pereaksi, hasil samping, impurities sehingga diperoleh endapan murni. Syarat cairan pencuci yaitu tidak melarutkan endapan tetapi melarutkan pengotor (impurities), tidak menyebabkan dispersi endapan, tidak membentuk hasil yang atsiri ataupun tak dapat larut dengan endapan, mudah menguap pada pengeringan, tidak mengganggu penelitian lebih lanjut.
- Pengeringan atau pemijaran endapan, bertujuan untuk menghilangkan sisa pelarut, mendapatkan senyawa stabil dengan komposisi tertentu/diketahui
- Penimbangan bobot konstan endapan

5. Pelaksanaan Praktikum

c. Alat dan Bahan

Alat : beaker glass, corong kaca, batang pengaduk, erlenmeyer, kaca arloji, neraca

Bahan : HNO_3 pekat, AgNO_3 , NaCl

d. Prosedur Kerja

Penetapan kadar klorida (Cl^-)

- 1) Timbang seksama sampel yang mengandung 0,2 NaCl atau setara dengan 0,1 g Cl^-
- 2) Masukkan kedalam beaker 250 ml, lalu tambahkan 150 ml air aduk hingga larut.
- 3) Tambahkan 0,5 ml HNO_3 pekat, aduk hingga homogen.
- 4) Tambahkan perlahan-lahan larutan AgNO_3 0,1 M sambil terus diaduk, sampai sedikit berlebih (hingga tidak terbentuk lagi endapan jika ditetesi pereaksi).
- 5) Panaskan pada suhu 80°C sambil diaduk, dinginkan. Simpan ditempat yang gelap kurang lebih 15 menit.

- 6) Saring melalui filter krusibel (yang telah ditimbang, dan telah dipanaskan hingga bobot konstan) dengan pompa vakum.
- 7) Kumpulkan endapan dalam krus, cuci endapan 2-3 kali dengan 10 ml asam nitrat encer sampai cairan pencuci bebas ion Ag^+ .
- 8) Keringkan pada suhu $130\text{-}150^\circ\text{C}$.
- 9) Ulangi pemanasan dan pendinginan dengan waktu yang sama, hingga didapatkan bobot konstan.

6. Evaluasi

Data pengamatan

Perlakuan	Pengamatan

Perhitungan

Pembahasan

Kesimpulan

Daftar Pustaka

7. Latihan Soal

Dalam suatu sampel batuan fosfat seberat 0,5428 gram, fosfor diendapkan sebagai $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan dibakar menjadi $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$. Jika berat endapan setelah pembakaran adalah 0,2234 gram, hitunglah persentase P_2O_5 dalam sampel !

8. Daftar Pustaka

Ahluwalia, V.K, Bhagat, P., Aggarwal, R., 2005. Laboratory Techniques in Organic Chemistry. New Delhi: I.K. International Pvt. Ltd.

Armarego W.L, & Lin Chai C,L., 2003. Purification of Laboratory Chemicals. 5th Edition. Amsterdam: Elsevier.

Day, R.A dan Underwood, A.L., 1999, Analisis Kimia Kuantitatif, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.

PRAKTIKUM 11:

TITRASI ASIDIMETRI

1. Kompetensi Dasar

- a. Kemampuan praktikan mengidentifikasi zat dalam suatu sampel.
- b. Kemampuan praktikan dalam menghitung konsentrasi analit secara asidimetri.

2. Indikator Capaian

- a. Mahasiswa mampu mengidentifikasi zat dalam suatu sampel.
- b. Mahasiswa mampu menghitung konsentrasi analit secara asidimetri.

3. Tujuan Praktikum

- a. Mengidentifikasi zat dalam suatu sampel dengan reaksi asam basa..
- b. Menentukan kadar analit dengan cara asidimetri.

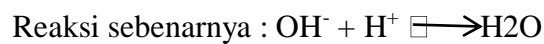
4. Uraian Teori

Titration netralisasi digunakan untuk menentukan kadar analit yang bersifat asam atau basa. Larutan analit yang berupa larutan asam dititrasi dengan dengan titran yang berupa larutan basa atau sebaliknya.

Asidimetri merupakan tipe reaksi penetralan yang ada dalam titration asam-basa. Asidimetri adalah pengukuran atau penentuan konsentrasi larutan asam dalam suatu campuran. Biasanya dilakukan dengan jalan titration bersama larutan basa yang telah diketahui konsentrasinya, yaitu larutan baku dan suatu indikator untuk menunjukkan titik akhir titration. Titik dalam titration di mana titran yang telah ditambahkan cukup untuk bereaksi secara tepat dengan senyawa yang ditentukan disebut titik ekuivalen. Titik ekuivalen terjadi pada saat terjadinya perubahan warna

indikator. Titik pada titrasi di mana indikator warnanya berubah disebut titik akhir. Ekuivalen dari suatu basa, adalah massa basa yang mengandung suatu gugus hidroksil yang tergantikan. Sedangkan Ekuivalen dari asam, adalah massa basa yang mengandung satu gugus hidroksil yang tergantikan.

Titrasi asidimetri merupakan titrasi terhadap basa bebas atau larutan garam yang berasal dari asam lemah, dengan larutan standar asam. Yang bertindak sebagai standar asam bersifat asam kuat. Contoh : NaOH dititrasi dengan HCl



Keadaan di mana indikator mengalami perubahan warna disebut sebagai titik akhir titrasi. Suatu indikator yang sesuai harus dipilih, lebih disukai indikator yang akan mengalami perubahan warna (titik akhir titrasi) yang terdekat dengan titik ekuivalen titrasi. Titrasi asidimetri dilakukan dengan indikator metil jingga/merah untuk titrasi asam kuat - basa lemah.

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Alat : buret, klem, statif, erlenmeyer, pipet tetes, alas dasar titrasi, pipet volume, labu ukur, beaker glass.

Bahan : HCl, NaOH, Na₂CO₃, Indikator metil merah.

b. Prosedur Kerja

1. Pembuatan larutan titer HCL 0,1N

Asam Klorida Peekat, mempunyai BJ : 1,18 ; BM : 36,5. Biasanya dipasaran dijual dengan konsentrasi 36%. Bila akan dibuat sebanyak 1000,0 ml, maka HCL pekat diperlukan adalah sebanyak :

$$- \frac{\text{ml} \times \text{Bj} \times \text{P}(\%)}{\text{BM (HCL)} \times 100} = \text{volume (liter)} \times \text{N}$$

$$- \text{ml} = \frac{\text{volume (liter)} \times \text{N} \{ \text{BM HCL} \times 100 \}}{\text{Bj} \times \text{P}(\%)}$$

2. Pembakuan larutan titer HCL 0,1 N
Timbang seksama 150 mg Na₂CO₃ Anhidrat larutkan dengan 10 ml air. Titrasi dengan asam klorida menggunakan indikator *metil merah*. Lakukan pembakuan duplo (dua kali). Hitung normalitas larutan.
3. Penetapan Kadar
Sampel dipipet sebanyak 10,0 ml, masukkan kedalam erlenmeyer. Titrasi dengan asam klorida menggunakan indikator *metil merah*. Lakukan penetapan kadar duplo (dua kali).

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

1. Data Pembakuan

(BM :)	Volume titran (ml)	Paraf (Dosen/ assisten)
Zat/sampel (ml)		

2. Perhitungan Pembakuan

a. Reaksi :



b. Perhitungan

$$\text{Normalitas HCL} = \frac{\text{mg Na}_2\text{CO}_3}{\text{BE Na}_2\text{CO}_3 \times v \text{ HCL (ml)}}$$

3. Data Penetapan Kadar

(BM :)		Volume titran (ml)	Paraf (Dosen/ Assisten)
Volume sampel	Warna		

4. Perhitungan

Reaksi :

b. Pembahasan

c. Kesimpulan

d. Daftar Pustaka

8. Soal Latihan

Sebanyak 2 gram sampel NaOH dilarutkan dalam 250 mL air kemudian 20 mL dari larutan ini dititrasi dengan larutan HCl 0,1 M, diperoleh data:

Percobaan	Volume HCl
1	25 mL
2	24,5 mL
3	25,5 mL

Berapakah kadar NaOH dalam sampel tersebut? ($M_r \text{ NaOH} = 40$)

9. Daftar Pustaka

Harjadi W. 1986. **Ilmu Kimia Analitik Dasar**. Jakarta: Gramedia

Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, **Analytical Chemistry: an Introduction**, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

PRAKTIKUM 12 :

TITRASI ALKALIMETRI

1. Kompetensi Dasar

- c. Kemampuan praktikan mengidentifikasi zat dalam suatu sampel.
- d. Kemampuan praktikan dalam menghitung konsentrasi analit secara alkalimetri.

2. Indikator Capaian

- c. Mahasiswa mampu mengidentifikasi zat dalam suatu sampel.
- d. Mahasiswa mampu menghitung konsentrasi analit secara alkalimetri.

3. Tujuan Praktikum

- c. Mengidentifikasi zat dalam suatu sampel dengan reaksi asam basa..
- d. Menentukan kadar analit dengan cara alkalimetri.

4. Uraian Teori

Alkalimetri adalah titrasi menggunakan larutan standar alkali (basa) (Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006). Zat yang sering digunakan ialah KOH, NaOH, dan Ba(OH)₂. Senyawa NH₄OH tidak dapat digunakan karena melepaskan gas amonia yang beracun. Kelemahan NaOH dan KOH sebagai larutan standar yaitu, sifatnya yang higroskopis sehingga dapat perhitungan larutan standar menjadi kurang tepat (McPherson, PAC., 2015). Contoh reaksi alkalimetri sebagai berikut :



Pada proses netralisasi untuk menetapkan titik akhir digunakan indikator. Indikator adalah suatu senyawa organik kompleks dalam bentuk asam atau dalam bentuk basa yang mampu berada dalam keadaan dua macam bentuk warna yang berbeda dan dapat saling berubah warna dari bentuk satu ke bentuk yang lain ada konsentrasi H⁺ tertentu atau pada pH tertentu. Indikator merupakan senyawa organik kompleks dalam bentuk asam atau basa yang mampu berada dalam keadaan dua macam bentuk warna yang berbeda dan dapat saling berubah warna dari satu bentuk ke bentuk yang lain. Indikator fenolftalein yang sudah dikenal merupakan asam diprotik dan tidak berwarna. Indikator ini terurai dahulu menjadi bentuk tidak berwarna dan kemudian dengan hilangnya proton kedua, menjadi ion dengan sistem terkonjugat, menghasilkan warna merah (Day & Underwood A.L, 1999).

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Alat : Buret, labu erlenmeyer, corong, pipet volume, gelas ukur, neraca analitik

Bahan : Akuades, NaOH, Fenolftalein, Asam oksalat

b. Prosedur Kerja

1. Pembuatan larutan titer NaOH 0,1 N

$$\begin{aligned} V \times N &= \text{mgrek NaOH} \\ 1000 \text{ ml} \times 0,1\text{N} &= \text{gram/BE} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Gram} &= 100/40 \\ &= 4 \text{ gram} \end{aligned}$$

Larutkan 4,0 gram NaOH dalam air bebas CO₂ hingga 1000,0 ml.

2. Pembakuan larutan titer NaOH 0,1 N

Timbang seksama 150 mg asam oksalat larutkan dengan 10 ml air. Masukkan dalam erlenmeyer 100 ml, larutkan dengan air bebas CO₂. Titrasi dengan NaOH dengan menggunakan indikator *fenolftalein*, titrasi hingga warna merah jambu. Lakukan pembakuan triplo (tiga kali). Hitung normalitas larutan.

3. Penetapan Sampel

Sampel dipipet sebanyak 10,0 ml, masukkan kedalam erlenmeyer. Titrasi dengan NaOH menggunakan indikator *fenolftalein*. Lakukan penetapan kadar triplo (tiga kali).

6. Evaluasi

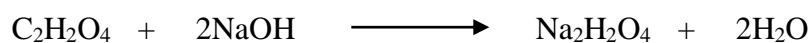
a. Hasil Percobaan

Data Pembakuan

(BM :)	Volume titran (ml)	Paraf (Dosen/ assisten)
Zat/sampel (ml)		

4. Perhitungan Pembakuan

a. Reaksi :



Pembahasan

Kesimpulan

Daftar Pustaka

7. Soal Latihan

a. Jika ingin membuat larutan NaOH 0.010 N sebanyak 100 mL. Berapa gram NaOH yang harus ditimbang?

b. Sebanyak 2 gram asam cuka makan ditimbang dan dilarutkan dengan 20 ml aquades. Ke dalam erlenmayer yang berisi larutan asam cuka ditambahkan 3 tetes indikator PP, lakukan titrasi menggunakan titran larutan NaOH 0,0833 N hingga titik ekuivalen. Bila titik ekuivalen dicapai pada penambahan 10 ml NaOH hitunglah berapa% kadar asam asetat pada cuka makan tersebut ?

Warna awalmenjadi.....

Reaksi :

8. Daftar Pustaka

Day, R.A. Jr and A.L. Underwood, 1998, Kimia Analisa Kuantitatif, Edisi Revisi, Terjemahan R. Soendoro dkk, Penerbit Erlangga, Jakarta.

McPherson, PAC. 2015. Practical Volumetric Analysis. Cambridge: The Royal Society of Chemistry.

Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: Volumetri dan Gravimetri, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.

PRAKTIKUM 13: TITRASI KOMPLEKSOMETRI

1. Kompetensi Dasar

- Melakukan Penetapan kadar ion logam dengan prinsip reaksi pembentukan garam kompleks melalui titrasi kompleksometri.

2. Indikator Capaian

- Mahasiswa mampu menentukan kadar ion logam dan pembentukan garam kompleks melalui titrasi kompleksometri.

3. Tujuan Praktikum

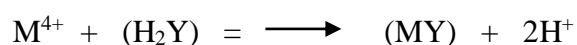
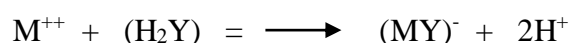
Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

- a. Memahami cara melakukan titrasi kompleksometri dengan tujuan menentukan kadar dari ion logam.

4. Uraian Teori

Titrasi Kompleksometri adalah titrasi yang didasarkan atas pembentukan kompleks yang larut dari komponen zat uji dengan titran. Untuk dapat dipakai sebagai dasar dari suatu titrasi, reaksi pembentukan kompleks disamping harus memenuhi persyaratan umum untuk titrasi, maka kompleks yang terjadi harus stabil dan memenuhi **kompleks 1:1**. Titrasi ini biasanya dipakai untuk penetapan kadar logam polivalen atau senyawanya dengan menggunakan Natrium Edetat (EDTA) sebagai titran pembentuk kompleks.

Senyawa ini dengan kation membentuk kompleks dengan perbandingan 1:1, beberapa valensinya.



M adalah kation (logam) dan (H₂Y) adalah garam dinatrium edetat.

Menurut Farmakope Indonesia Edisi III, titrasi kompleksometri adalah titrasi berdasarkan pembentukan senyawa kompleks antara kation dengan zat pembentuk kompleks. Sebagai zat pembentuk kompleks yang banyak digunakan garam dinatrium etilendiamina tetraasetat (Dinatrium EDTA).

Titik akhir titrasi ini dinyatakan dengan cara visual menggunakan indikator pembentuk kompleks yaitu indikator metalkromik atau indikator

metal. Indikator membentuk kompleks dengan ion metal dan warna dari kompleks ini berbeda dengan warna indikator bebas.

Indikator metal tidak hanya membentuk kompleks dengan logam. Tetapi juga ion H^+ , sebab indikator ini juga bersifat seperti asam-basa. Maka pengontrolan pH pada titrasi ini harus dijaga untuk mempertahankan kestabilan kompleks Metal-EDTA sehingga indikator dapat bekerja dengan baik. Indikator yang digunakan seperti :

a. Hitam eriokrom

Indikator ini peka terhadap perubahan kadar logam dan pH larutan. Pada pH 8-10 senyawa ini berwarna biru dan kompleksnya berwarna merah anggur. Pada pH 5 senyawa itu sendiri berwarna merah, sehingga titik akhir sukar diamati, demikian juga pada pH 12. Umumnya titrasi dengan indikator ini dilakukan pada pH 10.

b. Jingga Xilenol

Indikator ini berwarna kuning sitrun dalam suasana asam dan merah dalam suasana alkali. Kompleks logam-jingga xilenol berwarna merah, karena itu digunakan pada titrasi dalam suasana asam.

c. Biru Hidroksi Naftol

Indikator ini memberikan warna merah sampai lembayung pada daerah pH 12-13 dan menjadi biru jernih jika terjadi kelebihan edetat.

Titrasi kompleksometri umumnya dilakukan secara langsung untuk logam yang dengan cepat membentuk senyawa kompleks, sedangkan yang lambat membentuk senyawa kompleks dilakukan titrasi kembali.

5. Pelaksanaan Praktikum

a. **Alat dan Bahan**

Alat : Biuret, beaker gelas, Erlenmeyer, corong, pipet tetes, aluminium foil.

Bahan : Dinatrium Edetat, dapar ammonia/salmiak pH 10, NH_4Cl , ammonia 25%, aquades, EBT, NaCl , Na_2EDTA , ZnSO_4 .

b. Prosedur Kerja

1. Pembuatan larutan titer Dinatrium Edetat 0,05 M
Larutkan 18,61 gram Dinatrium Edetat dalam air, hingga volume larutan 1000,0 ml.
2. Pembuatan larutan dapar ammonia/salmiak pH 10
Larutkan 54 gram NH_4Cl dalam 100 ml air, tambahkan 350 ml ammonia 25% lalu encerkan dengan air hingga 1000,0 ml.
3. Pembuatan indikator EBT (Eriokrom Black T)
 - Serbuk : 1 bagian EBT dicampur dengan 100 gram NaCl
 - Larutan : 200 mg EBT larutkan dalam 50 ml metanol
 - Pemakaian : 20-30 mg serbuk atau 1-2 tetes larutan
4. Pembakuan Na_2EDTA 0,05 M
Timbang seksama 150 mg ZnSO_4 tambahkan 20 ml air, 10 ml dapar salmiak dan indikator EBT. Titrasi dengan Dinatrium EDTA sampai terjadi warna biru. Lakukan titrasi triplo. Pada saat titrasi pH harus dijaga. Hitung konsentrasi dinatrium EDTA.
5. Penetapan Kadar
Sampel dipipet sebanyak 10,0 ml, masukkan kedalam erlenmeyer tambahkan 10 ml dapar salmiak dan indikator EBT. Titrasi dengan Dinatrium EDTA sampai terjadi warna biru. Lakukan titrasi triplo. Pada saat titrasi pH harus dijaga. Hitung kadar sampel.

6. Evaluasi

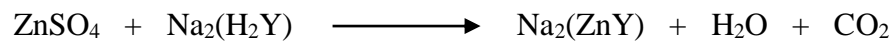
a. Hasil Percobaan

Data Pembakuan Larutan Na_2EDTA

(BM :)		Volume titran (ml)	Paraf (Dosen/ Assisten)
Volume zat baku (ml)	pH		
		- =	
		- =	
		- =	
		- =	

Perhitungan Molaritas EDTA

a. Reaksi :



b. Perhitungan

$$M \text{ EDTA} = \frac{\text{mg ZnSO}_4}{\text{BE ZnSO}_4 \times \text{ml EDTA}}$$

Data Penetapan Kadar

(BM :)		Volume titran (ml)	Paraf (Dosen/ Assisten)
Volume sampel	Warna		
		- =	
		- =	
		- =	

Perhitungan penetapan Kadar Sampel

a. Reaksi :

b. Perhitungan :

c. Pembahasan

d. Kesimpulan

e. Daftar pustaka

7. Soal Latihan

- Salah satu zat pembentuk kompleks yang banyak digunakan dalam titrasi kompleksometri adalah Etil Diamina Tetra Asetat (EDTA). Banyaknya penggunaan EDTA tersebut disebabkan oleh?

8. Daftar Pustaka

Anonim, 1979, **Farmakope Indonesia Edisi III**, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Anonim, 1995, **Farmakope Indonesia Edisi IV**, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Day, R.A dan Underwood, A.L., 1999, **Analisis Kimia Kuantitatif**, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.

Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, **Analytical Chemistry: an Introduction**, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

Vogel, 1985, **Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro**, Edisi V, diterjemahkan oleh: Setiono & Pudjaatmaka, PT Kalman Media Pustaka, Jakarta.