



Uhamka
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH PROF. DR. HAMKA

**MODUL PRAKTIKUM
KIMIA ANALITIK
Dr. ADIA PUTRA WIRMAN, M.Si.**

**PROGRAM STUDI D4 ANALIS KESEHATAN/TLM
FAKULTAS FARMASI DAN SAINS
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH PROF. DR. HAMKA
JAKARTA**

VISI, MISI, DAN TUJUAN PROGRAM STUDI D4 ANALIS KESEHATAN/ TEKNOLOGI LABORATORIUM MEDIK

VISI

Pada tahun 2028 menjadi *prophetic teaching* program studi Analis Kesehatan/Teknologi Laboratorium Medik yang menghasilkan lulusan dengan kecerdasan spiritual, intelektual, emosional, dan sosial serta unggul di bidang biologi molekuler.

MISI

- a. Menyelenggarakan pendidikan dan pengajaran D4 Analis Kesehatan/Teknologi Laboratorium Medik yang terintegrasi dengan nilai-nilai Al-Islam dan Kemuhammadiyah;
- b. Menyelenggarakan pendidikan dan pengajaran D4 Analis Kesehatan/Teknologi Laboratorium Medik serta pembinaan kemahasiswaan yang bermutu tinggi untuk menghasilkan lulusan yang cerdas secara spiritual, intelektual, emosional, dan sosial, serta unggul di bidang biologi molekuler;
- c. Menyelenggarakan penelitian dan pengabdian kepada masyarakat bidang Analis Kesehatan/Teknologi Laboratorium Medik yang unggul dan bermanfaat secara nyata dalam kehidupan sehari-hari, khususnya di bidang biologi molekuler;
- d. Menyelenggarakan kerjasama dalam bidang Analis Kesehatan/Teknologi Laboratorium Medik pada tingkat nasional dan internasional.

TUJUAN

- a. Mewujudkan kampus yang memiliki norma akademik yang mengintegrasikan Al Islam dan Kemuhammadiyah dengan bidang Analis Kesehatan/Teknologi Laboratorium Medik;
- b. Menghasilkan sarjana terapan Analis Kesehatan/Teknologi Laboratorium Medik yang cerdas secara spiritual, intelektual, emosional, dan sosial, serta unggul dalam bidang biologi molekuler;
- c. Menghasilkan karya ilmiah dari penelitian dan kontribusi pengabdian kepada masyarakat bidang Analis Kesehatan/Teknologi Laboratorium Medik yang bermutu tinggi dan berdampak luas, khususnya di bidang biologi molekuler;
- d. Terselenggaranya kerjasama di bidang Analis Kesehatan/Teknologi Laboratorium Medik secara nasional dan internasional untuk tercapainya program studi yang berkemajuan.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kita panjatkan kehadirat Allah SWT, atas berkah dan rahmat hidayah-Nya, penuntun praktikum ini dipergunakan pada praktikum Kimia Analitik bagi mahasiswa Teknologi Laboratorium Medik, Fakultas Farmasi dan Sains, Universitas Muhammadiyah Prof.DR.Hamka, Jakarta.

Dalam pelaksanaan praktikum Kimia Analitik, mahasiswa diwajibkan mengisi lembar kerja hasil praktikum yang telah disediakan. Diharapkan pula mahasiswa membaca literatur yang berhubungan materi praktikum.

Kami sadari bahwa penuntun praktikum ini masih terdapat banyak kekurangan, walaupun demikian kami mengharapkan penuntun ini dapat memberikan sumbangan ilmu semua pihak.

Jakarta, Februari 2023

Penulis

DAFTAR ISI

VISI, MISI, DAN TUJUAN	2
KATA PENGANTAR	4
DAFTAR ISI	5
TATA TERTIB PRAKTIKUM	6
BAB I PENDAHULUAN	8
BAB II METODE ANALISIS KUALITATIF	10
BAB III ANALISIS KATION	15
BAB IV KATION GOLONGAN I	18
BAB V KATION GOLONGAN II	22
BAB VI KATION GOLONGAN III	28
BAB VII KATION GOLONGAN IV	36
BAB VIII KATION GOLONGAN V (GOLONGAN SISA)	41
BAB IX GOLONGAN ANION	47
BAB X VOLUMETRI	56
BAB XI TITRASI ASIDIMETRI	64
BAB XII TITRASI ALKALIMETRI	67
BAB XIII TITRASI KOMPLEKSOMETRI	69
BAB XIV TITRASI PERMANGANOMETRI	73
BAB XV TITRASI IODO-IODOMETRI	77
BAB XVI SPEKTROFOTOMETRI	81
DAFTAR PUSTAKA	88

TATA TERTIB PRAKTIKUM

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

Tata tertib praktikum Kimia Analitik adalah :

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. Jika akan mengganti hari wajib memberikan keterangan tertulis terlebih dahulu dari koordinator pengampu praktikum.
4. Praktikan memasuki ruang laboratorium dengan telah menggunakan jas laboratorium.
5. Praktikan memakai sepatu tertutup
6. Praktikan wajib membawa laporan, laporan kerja praktikum, serbet, masker, tisu, dan alat-alat yang dibutuhkan pada saat praktikum.
7. Dilarang membawa peralatan yang tidak berhubungan dengan praktikum.
8. Dilarang keluar masuk laboratorium kecuali ada izin ke toilet.
9. Tidak diperbolehkan makan, minum, merokok
10. Dilarang berisik, bercanda, tertawa atau mengganggu teman pada saat praktikum berlangsung.
11. Praktikan bertanggung jawab atas peralatan yang dipinjamnya, kebersihan meja masing-masing serta lantai disekitarnya.
12. Bila terjadi kerusakan alat atau alat gelas yang pecah maka praktikan wajib menggantinya segera.
13. Setelah menggunakan reagen, praktikan wajib meletakkan kembali ke tempat semula
14. Dilarang menghamburkan reagen praktikum.
15. Apabila membuang reagen praktikum pada tempat yang telah disediakan.

16. Sewaktu-waktu dosen, asisten jaga dapat melakukan tes untuk materi yang akan atau telah dikerjakan.
17. Praktikan melakukan analisis sesuai dengan materi yang dipraktikkan, mencatat hasilnya pada lembar kerja praktikum serta meminta ACC pada dosen/asisten penjaga.

BAB I PENDAHULUAN

Kimia analisa adalah bagian dari ilmu kimia yang mempelajari tentang cara-cara identifikasi dan penetapan kadar suatu zat. Kimia analisa dapat dibedakan menjadi kimia kualitatif dan kimia kuantitatif.

A. Kimia Analisa Kualitatif

Kimia analisa kualitatif yaitu analisis kimia yang dilakukan untuk mengetahui jenis-jenis unsur, ion-ion (kation dan anion), atau senyawa-senyawa yang terdapat dalam suatu sampel yang akan dianalisis.

1. Cara Fisika

a. Organoleptik

Analisa dilakukan dengan menggunakan panca indra, yang dilihat berupa sifat-sifat fisiknya seperti warna, bentuk, bau, dan rasa.

b. Tetapan Fisika

Dilakukan dengan mengukur tetapan fisika seperti kelarutan, titik lebur, titik didih, bobot jenis, indeks bias, kekentalan, dan lain-lain

c. Mikroskopik

Mengenal (identifikasi) serbuk Kristal atau bentuk Kristal dengan menggunakan mikroskop.

2. Cara Kimia

Menggunakan pereaksi tertentu. Suatu zat akan memberikan reaksi yang spesifik seperti pembentukan gas, endapan, warna atau perubahan-perubahan tertentu.

B. Kimia Analisa Kuantitatif

Analisa kuantitatif yaitu analisis kimia yang dilakukan untuk mengetahui kuantitatif (jumlah) zat dalam sampel yang dianalisis, yang hasilnya dapat dinyatakan dalam persen, normalitas, molaritas atau satuan konsentrasi lainnya..

Analisa kuantitatif terhadap suatu sampel terdiri atas empat tahapan pokok :

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

Teknik laboratorium dibedakan analisa klasik dan instrumentasi. Analisa klasik berdasarkan interaksi materi dengan materi. Contoh analisa klasik adalah titrimetri (volumetri) dan gravimetri. Analisa instrumentasi berdasarkan interaksi energi dengan materi. Contoh analisa instrumentasi adalah Spektrofotometri Infra Merah, Spektrofotometri Serapan Atom, dan lain-lain.

Analisa titrimetri berkaitan dengan pengukuran volume suatu larutan untuk mengetahui kadar suatu analit. Pada cara gravimetri pengukuran berhubungan dengan berat suatu sampel.

Metode yang baik dalam suatu analisis kuantitatif memiliki kriteria :

1. Peka (*sensitive*), artinya metode harus dapat digunakan untuk menetapkan kadar suatu senyawa dalam jumlah yang relatif kecil.
2. Presisi (*precise*), merupakan keterulangan metode analisis dimana pada suatu seri pengukuran diperoleh hasil yang berdekatan.
3. Akurat (*accurate*), merupakan ketelitian metode analisis atau kedekatan antara nilai terukur dengan nilai sebenarnya/nilai rujukan
4. Selektif, artinya untuk penetapan kadar senyawa tertentu, metode tersebut tidak banyak terpengaruh oleh adanya senyawa lain.
5. Praktis, artinya mudah dikerjakan, tidak membutuhkan waktu yang lama dan biaya yang mahal

Pemilihan metode yang memenuhi semua syarat diatas hampir tidak mungkin kita peroleh sehingga perlu diperhatikan kriteria yang sesuai dengan sampel yang akan dianalisis. Faktor –faktor yang harus diperhatikan adalah tujuan analisis, macam dan jumlah bahan yang dianalisis, ketepatan dan ketelitian yang diinginkan, peralatan yang tersedia, dan lain-lain.

BAB II METODE ANALISIS KUALITATIF

Analisis kualitatif untuk menentukan komponen-komponen bahan yang dianalisis. Dalam melakukan analisis diperhatikan sifat fisika dan sifat kimia. Misalnya ada suatu sampel cairan maka ditentukan sifat fisis sampel yakni warna, bau, indeks bias, titik didih, massa jenis dan kelarutan. Bila sampel berupa padatan bias ditentukan warna, bau, warna nyala, titik leleh serta kelarutannya.

Dalam Physical and Chemical Data Hand Book , berdasarkan metodenya analisis kualitatif dapat dikelompokkan dalam dua kelompok. Pertama, analisis bahan berdasarkan karakterisasi fisis (yaitu penentuan sifat fisis) dan keasaman. Kedua, analisis bahan berdasarkan metode H₂S yaitu analisis kation dan anion. Pada bab ini akan diuraikan pemisahan kation dan anion.

Berdasarkan berat atau volume sampel yang dianalisis, analisis kimia kualitatif dapat diklasifikasikan dalam tiga kelompok :

1. Cara makro, bila jumlah sampel yang dianalisis 0,5-1,0 gram padatan atau 50-100 mL larutan.
2. Cara semimikro, bila jumlah sampel yang dianalisis 10-100 mg padatan atau 1-10 mL larutan.
3. Cara mikro, bila jumlah sampel yang dianalisis kurang dari 5 mg padatan atau 0,1 mL larutan

A. Pemeriksaan secara Organoleptis

1. Bentuk

Perhatikan bentuk sampel, apakah berupa padatan atau larutan. Bila sampel berupa padatan atau Kristal perhatikan bentuknya secara mikroskopis.

2. Warna

Perhatikan warna padatan atau larutan sampel

Padatan :

Merah : Pb₃O₄, HgO, HgI₂, HgS, Sb₂S₃, CrO₃,
K₃[Fe(CN)₆].

Merah jingga : K₂Cr₂O₇.

Merah keunguan : KMnO₄

Kuning : CdS, As₂S₃, PbI₂, K₄[Fe(CN)₆], K₂CrO₄, FeCl₃,

	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$
Hijau	: Cr_2O_3 , Hg_2I_2 , $\text{Cr}(\text{OH})_3$, garam-garam ferro (Fe^{2+}), garam-garam nikel (Ni^{2+}), $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, CuCO_3 .
Biru	: garam-garam kobalt (CO^{2+}) anhidrat, garam-garam tembaga (Cu^{2+}) terhidrat.
Coklat	: PbO_2 , CdO , Fe_3O_4 , Fe_2O_3 , $\text{Fe}(\text{OH})_3$.
Hitam	: PbS , CuS , CuO , HgS , FeS , MnO_2 , CoS , NiS , dan C (karbon).
Larutan:	
Merah muda	: Co^{2+} , Mn^{2+} .
Merah jingga	: $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$.
Kuning	: CrO_4^{2-} , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$, Fe^{3+} .
Hijau	: Ni^{2+} , Fe^{2+} , Cr^{3+} .
Biru	: Cu^{2+} (dari garam-garam terhidrat).
Ungu	: MnO_4^- .

3. Sifat

Perhatikan apakah sampel bersifat higroskopis atau tidak. Zat-zat yang bersifat higroskopis antara lain CaCl_2 , MgCl_2 , NaOH . Periksa reaksinya terhadap lakmus merah atau lakmus biru, apakah bersifat netral atau basa.

4. Bau

Cium baunya (hati-hati bila bau menusuk). Zat-zat yang berbau khas misalnya H_2S , CH_3COOH , NH_4OH , dan Cl_2 .

5. Rasa

Sebaiknya cara ini tidak dilakukan karena pada umumnya zat-zat kimia berbahaya

B. Pemeriksaan Pendahuluan untuk Kation (Tes Kering)

1. Uji Nyala

Uji nyala adalah pemeriksaan sampel dengan membakarnya pada nyala api oksidasi/reduksi pembakar Bunsen. Tiap-tiap uap senyawa logam akan memberikan warna yang khas

Tabel 2.1 Warna Nyala beberapa Unsur Logam

Unsur	Warna nyala tanpa kaca kobal	Warna nyala dengan kaca kobal
Natrium	Kuning	Tidak berwarna
Kalium	Ungu	Merah padam
Kalsium	Merah bata	Merah padam
Stronsium	Merah padam	Ungu
Barium	Hijau-kekuningan	Hijau kebiruan
Litium	Merah karmin	-
Tembaga	Hijau kebiruan	-
As,Sb,Bi,Pb	Biru keabuan	-

Cara kerja :

- Letakkan 3-4 mg zat diatas kaca arloji, basahi dengan sedikit HCl pekat.
- Kawat platina atau Ni-Cr yang melingkari batang gelas dibersihkan dengan mencelupkannya ke dalam larutan HCl pekat, lalu membakarnay pada nyala oksidasi. Pekerjaan ini diulangi beberapakali sampai nyala api tidak berwarna.
- Kawat yang telah bersih dicelupkan ke dalam sampel yang telah dibasahi HCL pekat, lalu dibakar pada nyala api tak bercahaya.
- Warna yang muncul diamati.

Warna nyala natrium menutupi warna nyala logam-logam lain, misalnya kalium. Bila dalam sampel juga terdapat natrium, maka warna nyala logam lainnya dapat diamati dengan memandang nyala melalui lapisan kaca kobal yang akan menyerap warna natrium dan warna-warna lainnya diubah.

2. Uji Mutiara Boraks

Beberapa senyawa logam akan membentuk metaborat dengan boraks, yang berwarna khas. Warna tersebut akan terjadi dalam nyala api oksidasi atau reduksi

Cara kerja :

- Kawat platina bersih dan ujungnya membentuk lingkaran kecil (loop) dibersihkan dengan mencelupkan ke dalam HCl pekat
- Pijarkan hingga bersih
- Celupkan ujung kawat dalam padatan boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)
- Panaskan pada nyala api oksidasi
- Boraks yang menempel pada kawat akan mengembang kemudian keluar air dan mengkerut kembali menyerupai tetesan jernih yang disebut mutiara/manik borak

Tabel 2.2 Warna mutiara boraks dari berbagai unsur logam

Logam	Nyala Oksidasi		Nyala reduksi	
	Panas	Dingin	Panas	Dingin
Al	Tak berwarna	Tak berwarna	Tak berwarna	Tak berwarna
Au	Ungu muda	Ungu muda	Merah	Ungu
Bi	Kuning muda	Tak berwarna	Abu-abu	Abu-abu
Co	Biru	Biru	Biru	Biru
Cr	Kuning hijau	Hijau	Hijau	Hijau
Cu	Hijau	Biru	Tak berwarna	Merah kusam
Fe	Coklat kuning	Kuning	Hijau	Hijau
Mn	Ungu	Coklat	Tak berwarna	Tak berwarna
Ni	Coklat ungu	Ungu	Abu-abu	Abu-abu hijau
Sb	Kuning muda	Coklat merah	Abu-abu	Abu-abu

Sn	Tak berwarna	Tak berwarna	Tak berwarna	-
----	--------------	--------------	--------------	---

Bila sampel terdiri atas campuran unsur-unsur logam, mutiara boraks sukar atau bahkan tidak dapat digunakan untuk identifikasi.

Disamping mutiara boraks dikenal pula mutiara fosfat. Garam fosfat ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ *microcosmic salt*), bila dipanaskan akan kehilangan H_2O dan NH_3 dan terbentuk natriummetafosfat NaPO_3 . Metafosfat ini akan bereaksi dengan oksida logam akan membentuk ortofosfat yang sering berwarna. Dalam mutiara ini SiO_2 tak dapat larut, bila zat yang diuji mengandung silikat, maka dalam mutiara fosfat terlihat bagian-bagian yang tak larut. Mutiara fosfat harus diamati dalam keadaan panas.

3. Uji Pemanasan

Uji pemanasan dilakukan dalam suatu tabung pijar yang terbuka pada kedua ujungnya dengan panjang 6 cm dan diameter 10 mm. Sedikit sampel dimasukkan ke dalam bagian tengah tabung, lalu dipijarkan. Pada saat pemijaran tabung dipegang dalam posisi hampir horizontal. Peristiwaperistiwa yang mungkin terjadi adalah perubahan warna, pelelehan, larut dalam air hablurnya, penyubliman, dan pembebasan gas. Uji ini tidak dilakukan karena tabung pijarnya tidak tersedia.

4. Uji Reduksi Pada Blok Arang (Uji Pipa Tiup)

Oksida-oksida yang kurang elektropositif (Mn, Zn, Cd, Fe, Ni, Pb, Cu, Bi, Hg, dan Ag) dapat direduksi oleh karbon menjadi logam bebas. Untuk uji ini dilakukan sepotong blok arang yang diberi lubang kecil. Sampel yang diuji dimasukkan ke dalam lubang tersebut dan dicampur dengan soda kering sebanyak dua kali jumlah sampel. Untuk memanaskan sampel tersebut diperlukan nyala reduksi dari pipa tiup. Hasil pengamatan yang didapatkan adalah titik leleh, titik didih, penyubliman, pembentukan butiran logam, dan warna oksida logam. Uji ini tidak dilakukan karena tidak tersedianya pipa tiup.

BAB III ANALISIS KATION

Larutan sampel mengandung bermacam-macam kation. Ada beberapa cara pemeriksaan kation secara sistematis, misalnya cara fosfat dari Remy, cara Peterson, dan cara H₂S. Pada bab ini akan dibahas pemisahan kation berdasarkan skema H₂S menurut Bergman (abad 18) yang diperluas oleh Fresenius, Treadwell dan Noyes. Dalam cara H₂S kation-kation diklasifikasikan dalam lima golongan berdasarkan sifat-sifat kation terhadap beberapa pereaksi.

Pereaksi golongan yang sering dipakai adalah asam klorida, hidrogen sulfida, ammonium sulfida, dan ammonium karbonat. Jadi, klasifikasi kation didasarkan atas perbedaan dari klorida, sulfida, dan karbonat kation tersebut. Penambahan pereaksi golongan akan mengendapkan ion-ion dalam golongan tersebut. Masing-masing golongan dipisahkan menurut ion-ion golongan masing-masing dan dilakukan identifikasi terhadap masing-masing ion.

Pada analisis sistematis dari kation maka golongan logam-logam yang akan diidentifikasi dipisahkan menurut golongan berikut :

1. Golongan I, disebut golongan asam klorida terdiri atas : Pb^{2+} , Ag^+ , Hg_2^{2+} .
2. Golongan II, disebut golongan hidrogen sulfida yang terdiri atas : As^{3+} , Sn^{2+} , Sb^{3+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} , Hg^{2+} , Cd^{2+} .
3. Golongan III, disebut golongan ammonium sulfida yang terdiri atas : Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , dan Ca^{2+} .
4. Golongan IV, disebut golongan ammonium karbonat yang terdiri atas : Ba^{2+} , Sr^{2+} , dan Ca^{2+} .
5. Golongan V, disebut golongan sisa yang terdiri atas : Mg^+ , K^+ , NH_4^+ .

Ada beberapa cara sistematika kation, antara lain :

1. Metode H₂S (Metode Klasik)

Tabel 3.1 Pemisahan Kation

Larutan sampel dalam air + HCl encer (4N) berlebih, lalu saring				
Endapan (golongan HCl)	Filtrat dipanaskan, dialiri gas H ₂ S			
	Endapan (golongan H ₂ S)	Filtrat dididihkan + NH ₄ Cl & NaOH sampai basa + (NH ₄) ₂ S, saring		
<ul style="list-style-type: none"> • AgCl • Hg₂Cl₂ • PbCl₂ 		<ul style="list-style-type: none"> • CuS ↓Hitam • SnS ↓Coklat • FeS ↓Hitam • HgS ↓Hitam • As₂S₃ ↓Kuning 	Endapan (golongan (NH ₄) ₂ S)	Filtrat dididihkan (hingga sisa H ₂ S hilang) + NH ₄ Cl + NH ₄ OH + (NH ₄) ₂ CO ₃
	<ul style="list-style-type: none"> • ZnS ↓Putih • MnS ↓Kuning • CuS ↓ • Al(OH)₃ ↓Putih 			Endapan (golongan (NH ₄) ₂ CO ₃)
			<ul style="list-style-type: none"> • CaCO₃ ↓Putih • BaCO₃ ↓Putih • SrCO₃ ↓Putih 	<ul style="list-style-type: none"> • Mg⁺ • K⁺ • Na⁺ • NH₄⁺ (larutan)
Kation Golongan I	Kation Golongan II	Kation Golongan IIIa dan IIIb	Kation Golongan IV	Kation Golongan V

Selanjutnya dari endapan-endapan diatas atau larutan golongan sisa dilakukan identifikasi masing-masing kation dengan reaksi yang spesifik.

2. Metode non H₂S

Metode ini dilakukan berdasarkan kelarutan oksida logam dalam pelarut asam yang digunakan. Zat yang diperiksa dipijarkan di dalam krus porselin diatas nyala Bunsen, kecuali untuk memeriksa kation-kation yang mudah menguap/menyublim (NH₄⁺, As³⁺, Bi³⁺, Hg²⁺).

Tabel 3.2 Pemisahan kation

Sampel dipijar dalam cawan pijar, setelah dingin larutkan sampel dengan air lalu disaring			
Filtrat	Residu + HNO ₃ encer, panaskan, kocok kemudian saring		
K ⁺ Ca ²⁺ Mg ²⁺ Na ⁺ Ba ²⁺ Zn ²⁺ Li ⁺ Sr ²⁺ Cu ²⁺	Filtrat	Residu + HCl encer panaskan, kocok kemudian saring	
	Ag ⁺ Cr ³⁺	Filtrat	Residu
	Bi ³⁺ Hg ²⁺	Sb ₂ ³⁺	SiO ₂
	As ³⁺ Bi ³⁺		
	Mn ²⁺ No ³⁺		
	Al ³⁺ Co ²⁺		
	Cd ²⁺ Pb ²⁺		
Sn ⁴⁺ Bi ³⁺			

Dengan cara ini, setiap filtrat atau residu hanya mengandung ion-ion seperti table namun masih ada kemungkinan ion-ion lain terikut didalamnya dalam jumlah relatif kecil. Selanjutnya lakukan identifikasi untuk setiap kation.

BAB IV KATION GOLONGAN I

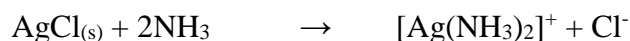
Reaksi-reaksi yang terjadi pada pengendapan dan pemisahan kation golongan I adalah sebagai berikut :

1. Reaksi Pengendapan



2. Pemisahan

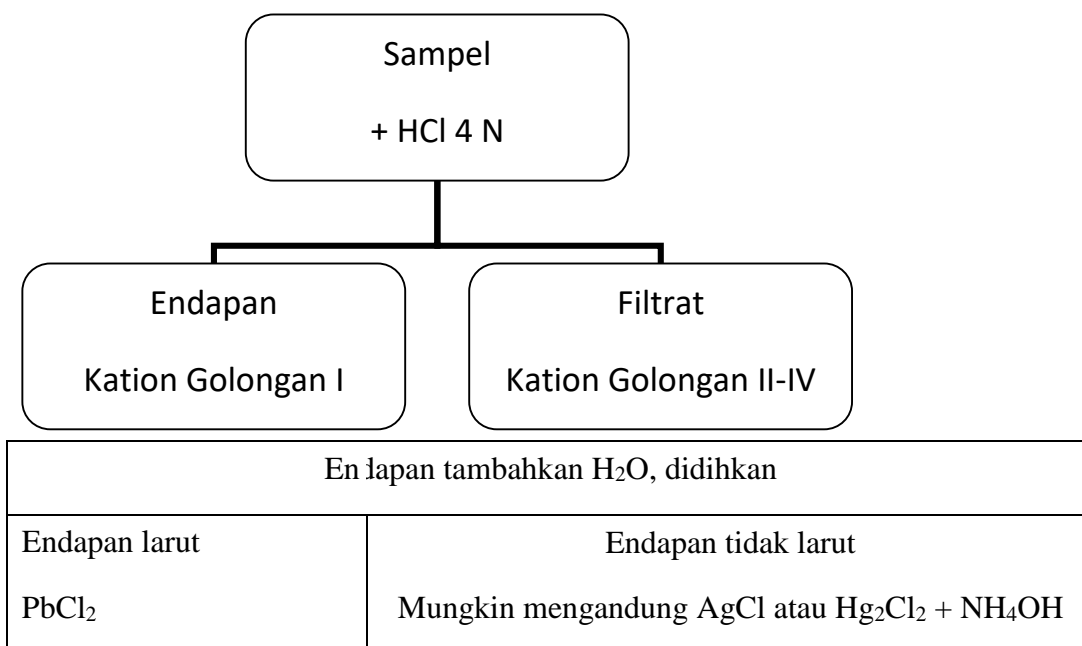
Endapan PbCl_2 larut dalam air panas tetapi membentuk Kristal seperti jarum setelah dingin. Sedangkan AgCl larut dalam ammonia encer membentuk ion kompleks diaminargentat.



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



Pemisahan Kation Golongan I



	Endapan larut [Ag(NH ₃) ₂]Cl	Endapan tidak larut Hg ⁺ + Hg(NH ₂)Cl
--	---	---

Pemisahan

1. Tambahkan HCl encer, amati warna endapan
2. Endapan ditambahkan air dan dipanaskan, bila larut kemungkinan adalah Pb²⁺, bila masih berupa endapan maka kemungkinan adalah Ag⁺ dan Hg⁺.

Reaksi Identifikasi Kation Golongan I

1. Ag⁺

- a. Tambahkan larutan HCl encer, terbentuk endapan putih. Endapan larut dalam larutan NH₄OH encer, bila kedalam larutan tersebut ditambahkan HNO₃ encer terbentuk endapan putih.
- b. Tambahkan larutan KI, terbentuk endapan putih kuning.
- c. Tambahkan larutan K₂CrO₄ terbentuk endapan merah coklat.
- d. Tambahkan larutan NaOH terbentuk endapan coklat.
- e. Tambahkan larutan NaOH encer, mula-mula terbentuk endapan putih yang segera berubah menjadi coklat dari Ag-oksida yang sukar larut dalam larutan NH₄OH encer berlebih.
- f. Tambahkan larutan Na₂S terbentuk endapan hitam.

2. Pb²⁺

- a. Tambahkan larutan HCl encer terbentuk endapan putih. Endapan larut dalam air panas (dipanaskan). Jika didinginkan akan terjadi endapan seperti jarum.
- b. Tambahkan larutan KI, terbentuk endapan kuning.
- c. Tambahkan larutan K₂CrO₄ 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 NH₄OH encer berlebih.
- e. Tambahkan larutan Na₂S terbentuk endapan hitam.

- f. 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 kecil Cu + HNO_3 encer dipanaskan, permukaan Cu 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 akan terbentuk endapan coklat. Jika dididihkan endapan akan menjadi kristal-kristal merah.
- e. Tambahkan larutan Na_2S terbentuk endapan hitam.

LEMBAR KERJA

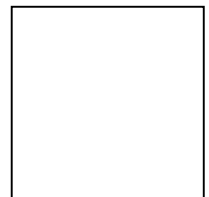
Nama :

Tanggal :

No.Sampel :

1. Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation



3. Kesimpulan

No.Sampelmengandung....

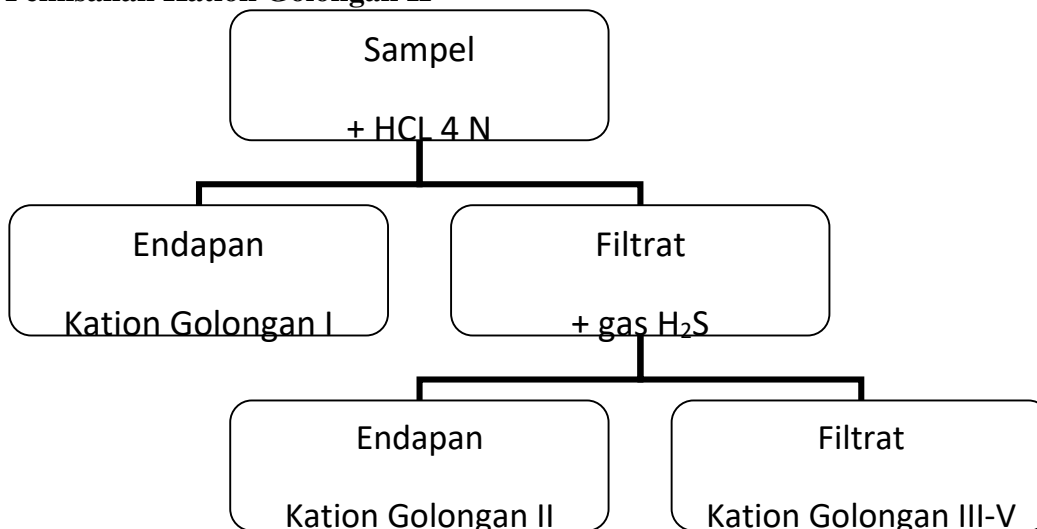
BAB V KATION GOLONGAN II

Kation Golongan II membentuk endapan dengan hidrogen sulfida dalam suasana asam mineral encer. Endapan yang terbentuk adalah : HgS (hitam), PbS(hitam), CuS(hitam), CdS(kuning), Bi₂S₃ (coklat), As₂S₃ (kuning), As₂S₅ (kuning), Sb₂S₃ (jingga), Sb₂S₂ (jingga), SnS (coklat), SnS₂ (kuning).

Kation Golongan II dibagi lagi menjadi dua sub golongan berdasarkan kelarutan endapan tersebut dalam ammonium polisulfida, yakni Golongan Tembaga (golongan IIA) dan golongan Arsenik (golongan IIB). Sulfida dari golongan tembaga (ion Hg²⁺, Pb²⁺, Bi³⁺, Cu²⁺, Cd²⁺) tidak larut dalam ammonium polisulfida, sedangkan golongan Arsenik (As³⁺, As⁵⁺, Sb³⁺, Sb⁵⁺, Sn²⁺, Sn⁴⁺) larut membentuk garam-garam kation.

Ion-ion golongan IIB bersifat amfoter, oksidanya membentuk garam dengan asam dan basa. Semua sulfida dari golongan IIB larut dalam (NH₄)₂S tidak berwarna kecuali SnS.

Pemisahan Kation Golongan II



Endapan kation golongan II + (NH ₄) ₂ S, panaskan	
Endapan tak larut (golongan Cu)	Endapan larut (golongan As)
CuS, HgS, PbS, Bi ₂ S ₂ , CdS (kuning)	(NH ₄) ₃ AsS ₄ , (NH ₄) ₃ SbS ₄ , (NH ₄) ₂ SnS ₃

Reaksi Identifikasi Kation Golongan II

1. Cu^{2+}

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

2. Cd^{2+}

- Tambahkan gas H_2S terbentuk endapan kuning yang sukar larut dalam larutan KCN. Endapan kuning mudah larut dalam HNO_3 encer panas dan dalam H_2SO_4 panas
- Tambahkan larutan NaOH encer, terbentuk endapan putih yang tidak larut dalam NaOH berlebih.
- Tambahkan larutan ammonia encer terbentuk endapan putih yang larut dalam ammonia berlebih.
- Tambahkan larutan KCN encer terbentuk endapan putih yang larut dalam larutan KCN encer berlebih.
- 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 :
 - 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 .

- b. Tambahkan larutan KI, terbentuk endapan merah orange yang larut dalam larutan KI berlebih.
- c. Tambahkan larutan NaOH encer terbentuk endapan kuning.
- d. Tambahkan larutan ammonia encer terbentuk endapan putih yang sukar larut dalam air namun mudah larut dalam asam nitrat dan larutan pekat NH_4Cl .
- e. Tambahkan larutan SnCl_2 , terbentuk endapan putih yang akan berubah menjadi hitam bila ditambahkan larutan SnCl_2 berlebih.
- f. 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+}

- a. Tambahkan gas H_2S terbentuk endapan coklat
 - Sukar larut dalam larutan asam encer dingin, larutan $(\text{NH}_4)_2$, larutan KOH.
 - Mudah larut dalam HCl mendidih dan HNO_3 panas.
- b. Tambahkan larutan NaOH encer terbentuk endapan putih yang sukar larut dalam NaOH berlebih.
- c. Tambahkan larutan ammonia encer terbentuk endapan putih yang sukar larut dalam ammonia berlebih.
- d. Tambahkan larutan KI, terbentuk endapan coklat yang larut dalam larutan KI berlebih.
- e. Tambahkan larutan reduktor seperti formaldehida/natrium stanat(I) terbentuk endapan hitam.
- f. Tambahkan larutan Natrium hidrophospat terbentuk endapan putih yang sukar larut dalam asam kuat encer.

5. Sb^{3+}

- a. Tambahkan gas H_2S terbentuk endapan merah jingga yang larut dalam larutan HCl pekat panas, larutan $(\text{NH}_4)_2$, larutan KOH.
- b. 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 aquades terbentuk endapan putih yang larut dalam larutan HCl/asam tartarat.
- e. Tambahkan kawat seng atau besi (larutan tidak terlalu asam) direduksi menjadi antimony (hitam).

6. Sn²⁺

- a. Tambahkan gas H₂S terbentuk endapan coklat
 - Sukar larut dalam larutan NH₄OH atau larutan KOH, larutan (NH₄)₂.
 - Larut dalam HCl pekat.
- b. Tambahkan larutan NaOH/NH₄OH terbentuk endapan putih kental yang larut dalam NaOH berlebih.
- c. Tambahkan HgCl₂ terbentuk endapan putih. Bila sampelnya berlebih terbentuk endapan hitam/abu-abu.

LEMBAR KERJA

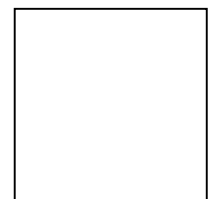
Nama :

Tanggal :

No.Sampel :

1. Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation



3. Kesimpulan

No.Sampelmengandung....

LEMBAR KERJA

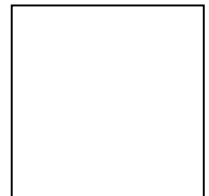
Nama :

Tanggal :

No.Sampel :

1. Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation



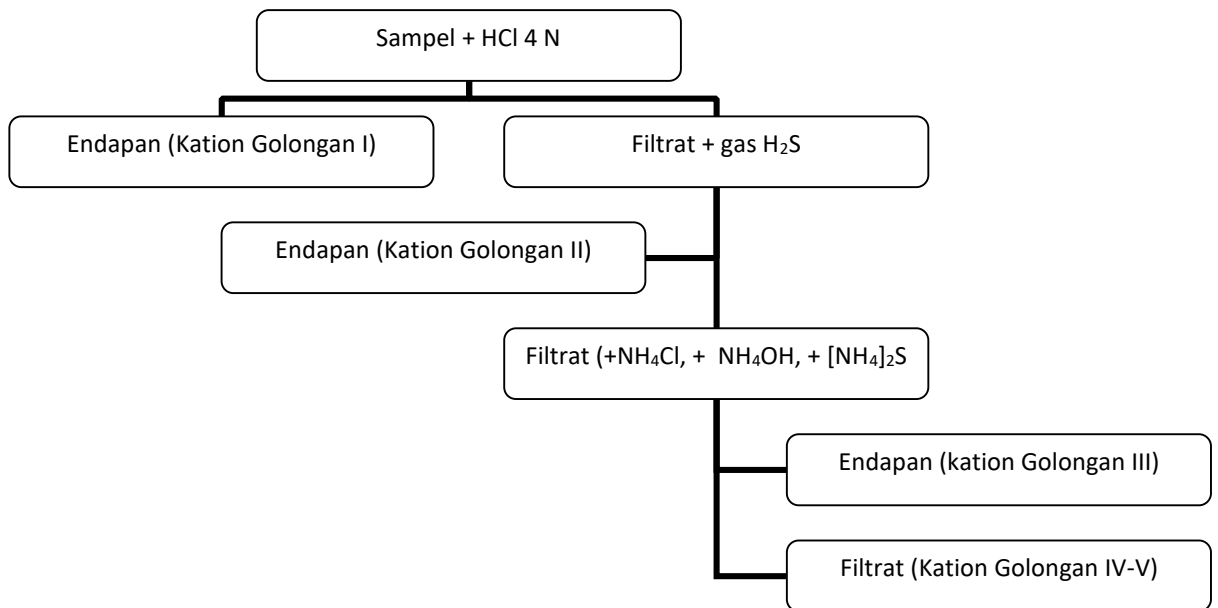
3. Kesimpulan

No.Sampelmengandung....

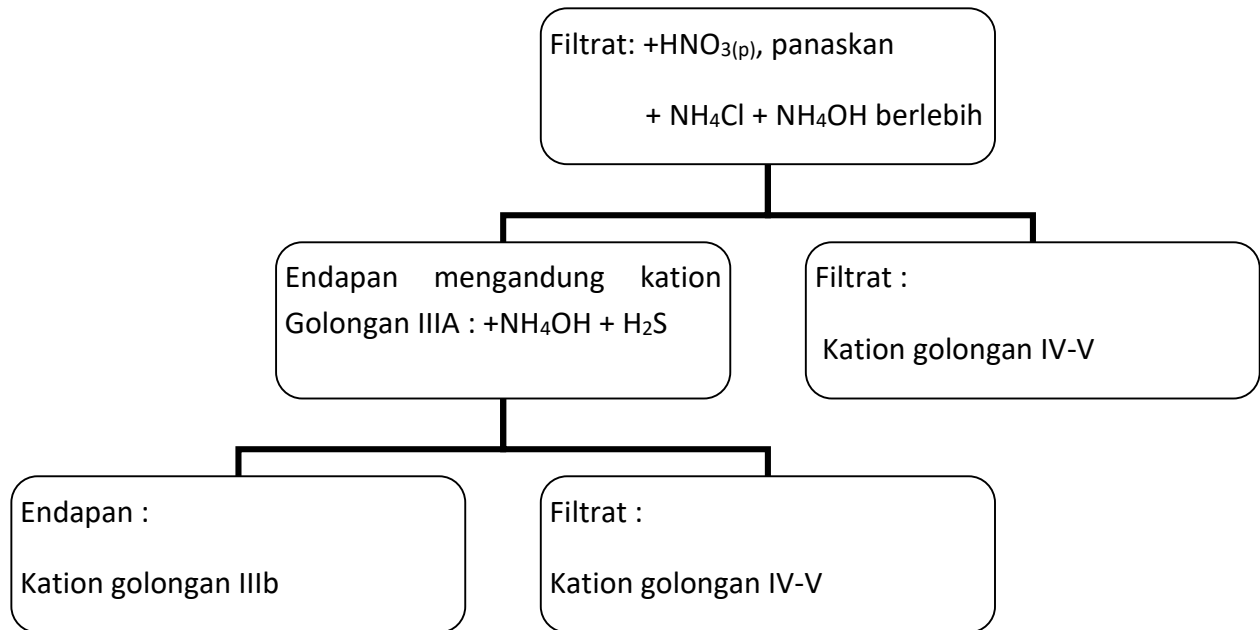
BAB VI KATION GOLONGAN III

Apabila hendak melakukan pengendapan golongan ini dilakukan dahulu pemeriksaan terhadap 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 endapan dengan ammonium sulfide dalam suasana netral atau amoniakal. Endapan yang terbentuk adalah FeS (hitam), $\text{Al}(\text{OH})_3$ (putih), $\text{Cr}(\text{OH})_3$ (hijau) 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 : $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$ +NaOH berlebih, + H_2O_2 , panaskan Dinginkan + H_2O_2 /NaOH berlebih	
Endapan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (coklat)	Endapan larut Kemungkinan berisi : NaAlO_2 atau Na_2CrO_4 a. Bila larutan berwarna kuning : Cr^{3+} b. Bila larutan tidak berwarna : Al^{3+} Larutan dinetralkan dengan HCl, NH_4Cl dan NH_4OH hingga bau NH_3 tercium
	Endapan $\text{Al}(\text{OH})_3$ (putih)

Pemisahan Kation Golongan IIIB (Zn)

Endapan kemungkinan berisi ZnS, MnS, NiS, CoS			
a. Endapan + HCl encer			
b. + NaOH berlebih + H ₂ O ₂ , panaskan			
Endapan larut Na ₂ ZnO ₂	Endapan MnO ₂ , Ni(OH) ₂ , Co(OH) ₂ + HCl encer		
	Endapan MnO ₂ (coklat)	Endapan larut NiCl ₂ , CoCl ₂ + Asam asetat + KNO ₃	
		Endapan K ₃ [Co(NO ₂) ₆] (kuning)	Edapan larut NiCl ₂

Reaksi Identifikasi Kation Golongan III

1. Fe²⁺

- a. Tambahkan larutan Na₂S terbentuk endapan hitam.
- b. Tambahkan larutan K₃[Fe(CN)₆] terbentuk endapan biru tua
- 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 .
- 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 Na₂S 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 yang akan larut dalam pereaksi berlebih dan dalam keadaan dingin, 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 H₂O₂ 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 nitri 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 dimetilglyoxim 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 % + larutan ammonium mercury tiosianant (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 merah seperti daging.
- c. Tambahkan larutan NaOH terbentuk endapan putih yang segera berubah menjadi coklat karena pengaruh udara.

LEMBAR KERJA

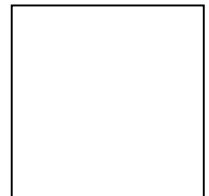
Nama :

Tanggal :

No.Sampel :

1. Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation



3. Kesimpulan

No.Sampelmengandung....

LEMBAR KERJA

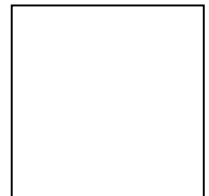
Nama :

Tanggal :

No.Sampel :

1. Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation

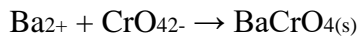


3. Kesimpulan

No.Sampelmengandung....

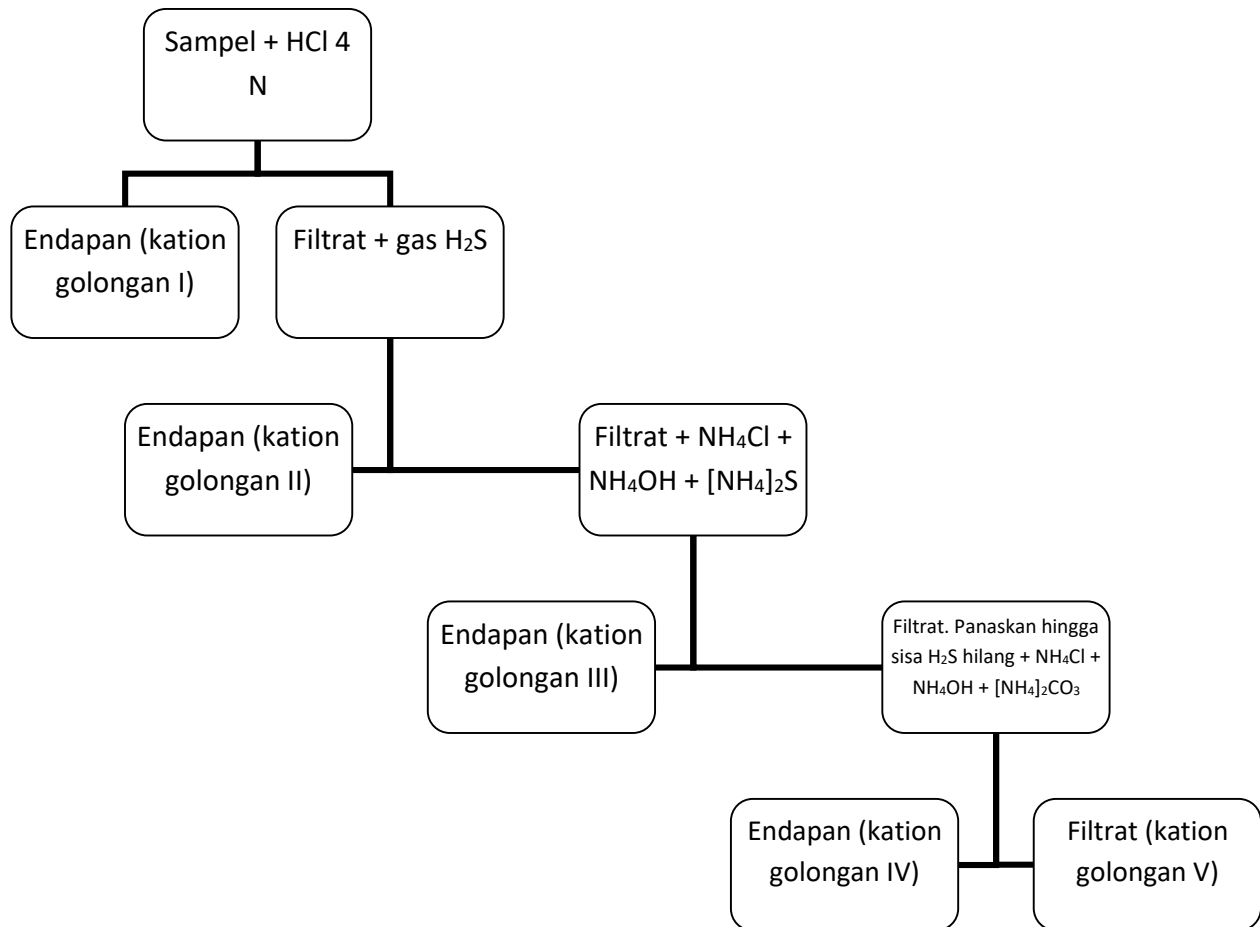
BAB VII KATION GOLONGAN IV

Kation golongan IV (Ca^{2+} , Sr^{2+} , dan Ba^{2+}) mengendap sebagai karbonatnya dalam suasana netral atau sedikit asam dengan ammonium klorida. Endapan yang terbentuk ialah 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 asam 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 kemudian uji nyala.

Pemisahan Kation Golongan IV



Endapan kemungkinan berisi CaCO_3 , SrCO_3 , BaCO_3 + asam asetat encer dan K_2CrO_4 berlebih		
Endapan BaCrO_4 (kuning)	Filtrat 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 panaskan	
	Endapan SrSO_4 (putih)	Filtrat $(\text{NH}_4)_2[\text{CaSO}_4]_2 + (\text{COONH}_4)_2$ $\downarrow \text{Ca}^{2+}$ (putih)

Reaksi Identifikasi 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 ammonium encer, tidak terbentuk endapan, lama kelamaan menjadi keruh karena pengaruh udara.
- Tambahkan ammonium oksalat terbentuk endapan putih yang larut dalam asam mineral namun tidak larut dalam asam asetat encer.
- Tambahkan asam sulfat terbentuk endapan putih yang tidak larut dalam asam mineral maupun dalam larutan ammonium sulfat.
- Tambahkan natrium/ammonium karbonat terbentuk endapan putih.
- Reaksi nyala dengan kawat Ni-Chrom terjadi nyala hijau kekuningan.

2. Ca^{2+}

- Tambahkan larutan asam sulfat terbentuk endapan putih yang bila dilihat dibawah mikroskop bentuknya seperti jarum,
- Tambahkan larutan kalium kromat tidak terbentuk endapan (bedakan dengan ion Ba^{2+}).
- Tambahkan larutan $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ terbentuk endapan putih/kuning.
- Tambahkan larutan ammonium oksalat terbentuk endapan putih.
- Tambahkan larutan natrium karbonat terbentuk endapan putih.

- f. Tambahkan larutan ammonium karbonat terbentuk endapan putih amorf yang bila :
- Amonia ditambah asam mineral akan larut, bila dipanaskan akan mengendap.
 - Amonia 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 kekuningan.
- i. Tambahkan larutan K_2CrO_4 tidak terbentuk endapan kuning/ hanya larutan kuning.
- j. Tambahkan larutan $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ terbentuk endapan kuning/putih kekuningan.

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.

LEMBAR KERJA

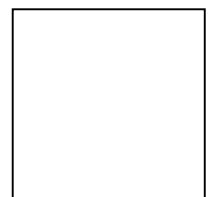
Nama :

Tanggal :

No.Sampel :

1. Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation



3. Kesimpulan

No.Sampelmengandung....

LEMBAR KERJA

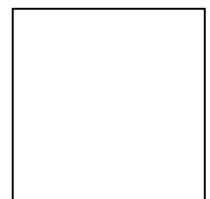
Nama :

Tanggal :

No.Sampel :

1. Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation



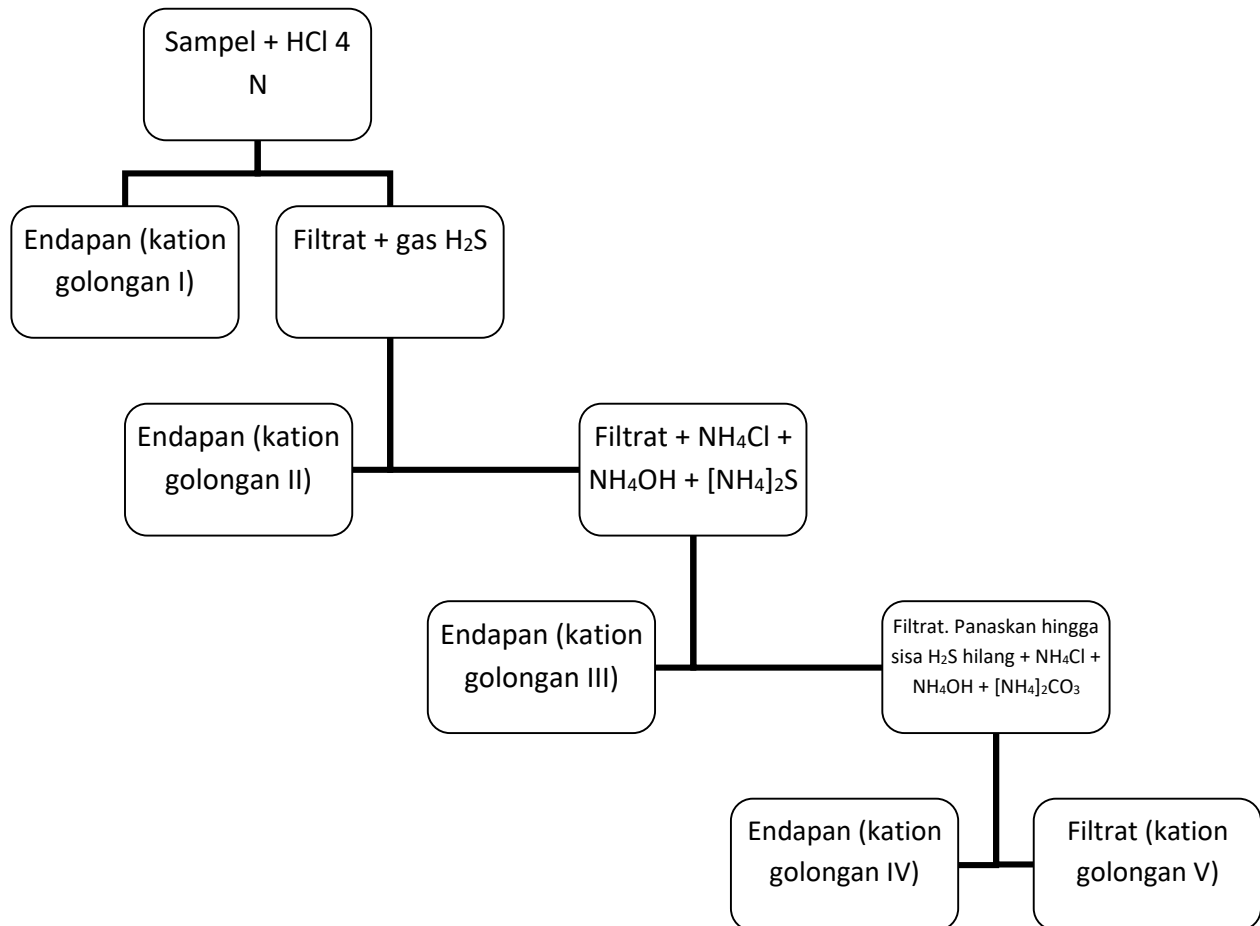
3. Kesimpulan

No.Sampelmengandung....

BAB VIII KATION GOLONGAN V (GOLONGAN SISA)

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 IV.

Pemisahan kation Golongan IV



Filtrat kemungkinan mengandung Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , NH_4^+ + Na_2HPO_4		
Residu	Uapkan filtrat Pijarkan + $Ba(OH)_2$	
	Residu dibuang	Filtrat kemungkinan Na^+ , K^+ - Reaksi identifikasi terhadap Na^+ - Reaksi identifikasi terhadap K^+

Catatan :

- a. Identifikasi Na^+ : filtrat + $\text{K}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7 \rightarrow \downarrow$ putih
- b. Identifikasi K^+ : filtrat + asam tatarat $\rightarrow \downarrow$ putih
- c. Identifikasi NH_4^+ tidak dapat diperiksa dari golongan sisa, namun harus diperiksa dari larutan asal (sampel langsung).

Reaksi Identifikasi Kation Golongan V

1. Mg^{2+}

- a. Tambahkan Titan yellow + NaOH terbentuk endapan merah.
- b. Tambahkan larutan ammonia 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 hydrogen fosfat + larutan 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 tartrat terbentuk endapan putih yang larut dalam 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. Tambahkan NaOH, didihkan, amati :
 - Perubahan pada kertas lakmus merah basah berubah 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 natrium karbonat terbentuk endapan putih.
- b. Tambahkan NH_4OH terbentuk endapan putih.
- c. Hati-hati dengan penambahan ammonium karbonat akan terbentuk 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.

LEMBAR KERJA

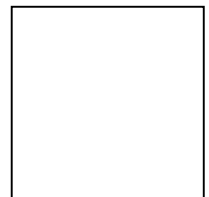
Nama :

Tanggal :

No.Sampel :

1. Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation



3. Kesimpulan

No.Sampelmengandung....

LEMBAR KERJA

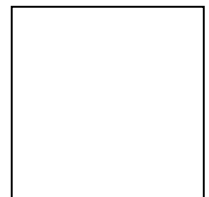
Nama :

Tanggal :

No.Sampel :

1. Pemisahan Kation

2. Reaksi Identifikasi Kation



3. Kesimpulan

No.Sampelmengandung....

BAB IX GOLONGAN ANION

Pada pemeriksaan anion harus dilakukan reaksi terhadap masing-masing anion.

Secara umum anion dapat dibagi dalam dua golongan besar, yakni :

1. Anion yang menghasilkan gas bila direaksikan dengan larutan HCl encer. :
 - Bikarbonat, tiosulfat, sulfida.
 - Nitrit dan sianida.
2. Anion yang tidak menghasilkan gas bila direaksikan dengan HCl encer :
 - Klorida, bromide, iodide, nitrat, sulfat, fosfat.
 - Asetat, kromat, bikromat.
 - Anion-anion anorganik : asetat, oksalat, formiat, dll.

Pemeriksaan anion dilakukan dengan dua tahap, yakni :

1. Analisis Pendahuluan

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-golongan IV) bereaksi membentuk garam natrium yang mudah larut sehingga ion logam tidak mengganggu dan anion mudah diidentifikasi.

Cara membuat ekstrak soda

Lebih kurang 1 gram zat dimasukkan dalam beaker glass 100 mL, tambahkan 20 mL larutan Na_2CO_3 jenuh, didihkan 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

Pada 1 mL larutan sampel ditambah HCl encer hingga asam, tambahkan lagi 1 mL, didihkan dan tambahkan 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 tambahkan 0,5 mL lagi. Setelah itu tambah 1 tetes 0,05 N KMnO_4 .

Jika warna ungu hilang maka ada sulfid, thiosianat, sulfida, nitrit, bromida, iodida, arsenit. Jika warna itu hilang pada pemanasan maka ada oksalat.

3. Uji untuk oksidator

1 mL larutan sampel ditambah 0,5 mL HCl pekat dan 1 mL larutan jenuh MnCl_2 . Jika larutan coklat/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.

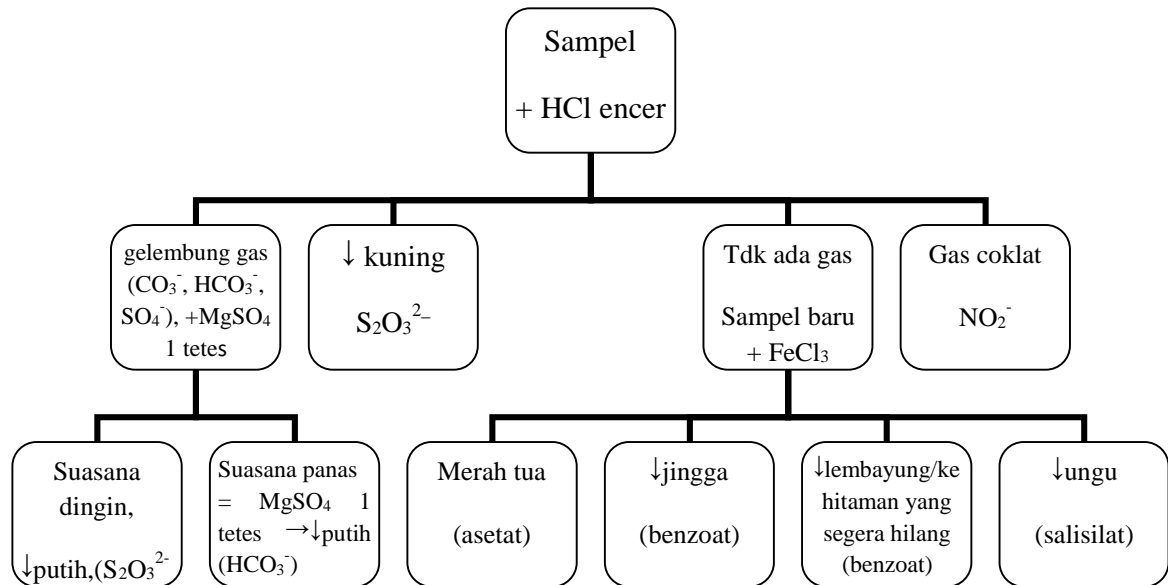
5. Uji reaksi nyala halogenida

Dikenal dengan “reaksi Belistein” untuk membedakan ion-ion iodida, bromida, dan klorida. Caranya kawat Cu dipijar pada nyala Bunsen sampai tidak ada nyala hijaunya. Kawat yang masih panas dicelupkan pada sampel, bakar pada nyala maka akan tampak warna hijau terang. Uji ini akan terganggu oleh ion Na^+ , K^+ , Ba^{2+} .

6. Reaksi pengenalan borat. Sedikit sampel dimasukkan dalam cawan uap + 3 tetes asam sulfat pekat dan sedikit metanol, dibakar akan terjadi nyala hijau.

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

B. Pemisahan Anion



Bila negatif lakukan identifikasi lanjutan

1. Sampel + Pb asetat → ↓ kuning (I⁻).
2. Sampel + HNO₃ + AgNO₃ → ↓ putih kekuningan (Br⁻).
3. Sampel + HNO₃ + AgNO₃ → ↓ putih (Cl⁻).
4. Sampel + AgNO₃ → ↓ kuning muda + NH₄OH → ↓ larut (fosfat).
5. Sampel + BaCl₂ → ↓ putih + HCl → ↓ larut (SO₃²⁻).
6. Sampel + AgNO₃ → ↓ putih + NH₄OH berlebih → ↓ larut (PO₄³⁻).

Bila negatif lakukan identifikasi lanjutan dengan reaksi nyala

7. Sampel + methanol + H₂SO₄, pijarkan → nyala hijau (BO₃⁻)

Identifikasi ion halogen

8. Sampel + H₂SO₄ + KMnO₄ + CHCl₃ → lapisan kloroform berwarna ungu.
9. Sampel + H₂SO₄ + KMnO₄ + CHCl₃ → lapisan kloroform berwarna kuning/jernih (Br⁻ atau I⁻).
10. Sampel + HgCl₂ → ↓ jingga (I⁻).

Reaksi Identifikasi Anion

1. Cl^-

- a. Tambahkan larutan 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 ke mulut 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 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 akan berwarna coklat merah.
 - Kertas saring yang dibasahi dengan fluoresen akan menjadi merah jingga jika diletakkan diatas tabung reaksi.

3. I^-

- a. Tambahkan larutan perak nitrat terbentuk endapan kuning muda
- b. Tambahkan larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ terbentuk endapan kuning. Jika diencerkan dengan akuades lalu dipanaskan, endapan akan larut dan akan terbentuk kembali jika didinginkan. Endapan berbentuk keping-keping kuning seperti sisik ikan.
- c. Tambahkan larutan HgCl_2 terbentuk endapan merah jingga. Jika ditambah KI berlebih endapan akan larut.
- d. Tambahkan larutan asam sulfat pekat, akan timbul uap berwarna ungu. Uap ini dapat dibuktikan dengan cara :

- Kedalam tambahkan kloroform maka lapisan kloroform akan berwarna ungu.
- Kertas saring yang dibasahi dengan larutan amilum akan menjadi biru jika diletakkan diatas 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 HgCl_2 encer terbentuk endapan merah coklat.
- d. Tambahkan larutan 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 HgCl_2 encer terbentuk endapan.
- d. Tambahkan larutan 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 , 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 HCl encer, terbentuk gas warna coklat bila mulut tabung ditutup.
- d. Tambahkan larutan KI + asam asetat encer/asam sulfat encer, terbentuk gas yang dapat dilihat pada kertas saring yang dibasahi dengan larutan amilum yang menjadi warna biru.

- e. Tambahkan larutan KMnO_4 dan H_2SO_4 encer, akan menyebabkan warna ungu hilang.
- f. Tambahkan asam sulfanilat dan naftil amina, terbentuk warna merah.

7. BO_3^{2-}

- a. Dalam cawan uap tambahkan methanol 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 pekat.
- c. Tambahkan larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 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 hilang.
- c. Tambahkan larutan BaCl_2 terbentuk endapan putih yang jika ditambahkan HCl endapan akan larut.
- d. Tambahkan larutan BaCl_2 terbentuk endapan putih. Tidak larut dengan penambahan pereaksi berlebih.

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-}

- Tambahkan larutan AgNO_3 terbentuk endapan kuning yang larut jika ditambahkan NH_4OH encer.
- Tambahkan larutan HNO_3 encer + ammonium molibdat terbentuk endapan kuning.
- Tambahkan larutan FeCl_3 terbentuk endapan putih kekuning-kuningan yang larut jika ditambahkan HCl .

12. CH_3COO^-

- Tambahkan asam sulfat pekat tercium bau asam asetat.
- Tambahkan asam sulfat pekat + etanol, tercium bau pisang ambon.
- Tambahkan larutan AgNO_3 terbentuk endapan putih yang akan larut jika dipanaskan.
- Tambahkan larutan BaCl_2 tidak terjadi apa-apa.
- Tambahkan larutan FeCl_3 terbentuk larutan merah yang akan berubah menjadi endapan coklat jika dipanaskan.

13. MnO_4^-

- Tambahkan asam sulfat + H_2O_2 , dalam keadaan dingin warna ungu akan segera hilang
- Tambahkan asam sulfat pekat + natrium bisulfit, dalam keadaan dingin warna ungu akan segera hilang.
- Tambahkan asam sulfat pekat + asam oksalat, dalam keadaan panas warna ungu akan segera hilang.
- Tambahkan asam sulfat pekat + ferro sulfat, dalam keadaan dingin warna ungu akan segera hilang.
- Tambahkan asam sulfat pekat dialirkan gas H_2S , dalam keadaan panas warna ungu akan segera hilang.

LEMBAR KERJA

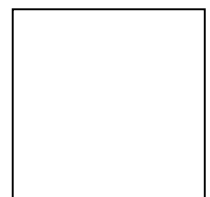
Nama :

Tanggal :

No.Sampel :

1. Pemisahan Anion

2. Reaksi Identifikasi Anion



3. Kesimpulan

No.Sampelmengandung....

LEMBAR KERJA

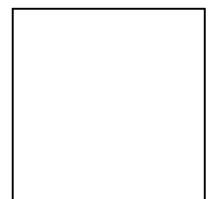
Nama :

Tanggal :

No.Sampel :

1. Pemisahan Anion

2. Reaksi Identifikasi Anion



3. Kesimpulan

No.Sampelmengandung....

BAB X VOLUMETRI

Volumetri atau Titrimetri adalah suatu cara analisa kuantitatif dengan reaksi kimia. Pada analisa ini zat yang akan ditentukan kadarnya, direaksikan dengan zat lain yang telah diketahui konsentrasinya, sampai tercapai suatu titik ekivalen sehingga kadar (konsentrasi) zat yang dicari dapat dihitung.

Larutan yang diketahui konsentrasinya dengan pasti disebut dengan larutan standar. Larutan standar biasanya diteteskan dari buret ke dalam erlemeyer yang berisi zat yang akan ditentukan kadarnya sampai reaksi selesai. Zat yang berada dalam buret disebut Titran (zat pentitrasi), sedangkan zat yang berada dalam erlemeyer disebut Titrat (zat yang dititrasi)

Proses tersebut dinamakan dengan TITRASI. Titik dimana reaksi tepat selesai disebut *Titik Ekivalen* atau titik akhir teoritis.

Titik dimana terjadi perubahan warna indikator dalam proses titrasi disebut Titik Titrasi. Secara ideal, titik akhir titrasi seharusnya sama dengan titik akhir teoritis (titik ekivalen).

Berdasarkan reaksi yang terjadi, analisis titrimetri digolongkan menjadi :

- a. Reaksi Netralisasi (asidimetri dan alkalimetri)
- b. Reaksi Oksidasi – Reduksi (Redoks) (ex. Permanganometri, Iodometri)
- c. Reaksi Pengendapan (Argentometri)
- d. Reaksi Komplek (Kompleksometri)

TITIK AKHIR TITRASI

Proses titrasi dihentikan ketika tercapai titik ekivalen di mana jumlah titran setara dengan jumlah titrat, atau titrat tepat habis bereaksi dengan titran yang disebut dengan Titik ekivalen. Hanya saja, titik ini tidak dapat diamati dalam pelaksanaan proses titrasi sehingga titik ekivalen disebut titik akhir teoritis. Selesainya suatu proses titrasi dapat diketahui dengan terjadinya perubahan warna. Perubahan ini dapat dihasilkan oleh larutan sendiri (misal KMnO_4) atau karena penambahan suatu zat lain yang disebut dengan Indikator. Suatu Indikator berubah warna pada saat titrat telah habis bereaksi sehingga kelebihan 1 tetes titran. Saat dimana terjadi perubahan warna indikator dalam proses titrasi disebut Titik Akhir

Titrasi.

LARUTAN STANDAR

Larutan standar adalah larutan yang mengandung suatu zat dengan berat tertentu dalam volume tertentu dan dinyatakan dalam satuan molar atau normal

Larutan molar : Larutan yang mengandung 1 mol zat per liter (M)

Larutan normal : Larutan yang mengandung 1 gram ekuivalen zat per liter larutan (N)

Jenis Larutan Standar:

1. Larutan Standar Primer (LSP)

Larutan Standar Primer (LSP) adalah larutan yang disiapkan dengan cara menimbang secara akurat suatu zat yang memiliki kemurnian tinggi dan melarutkannya dengan sejumlah tertentu pelarut dalam labu ukur. Larutan standar yang dipersiapkan dengan cara seperti ini disebut sebagai larutan standar primer.

Syarat zat yang bisa dijadikan standar primer:

- a. Harus 100% murni
- b. Zat tersebut harus stabil baik pada suhu kamar ataupun pada waktu dilakukan pemanasan, standar primer biasanya dikeringkan terlebih dahulu sebelum ditimbang.
- c. Mudah diperoleh
- d. Biasanya zat standar primer memiliki Masa molar (MR) yang besar hal ini untuk memperkecil kesalahan relatif atau eror pada waktu proses penimbangan. Menimbang zat dalam jumlah besar memiliki kesalahan relatif yang lebih kecil dibanding dengan menimbang zat dalam jumlah yang kecil.
- e. Zat tersebut juga harus memenuhi persyaratan teknik titrasi

2. Larutan Standar Sekunder (LSS)

Larutan Standar Sekunder (LSS) adalah larutan standar yang konsentrasinya ditetapkan dengan cara distandarisasi dengan larutan standar primer.

Dalam analisa volumetric lebih mudah dipakai sistem ekivalen (Normal) sebab pada titik akhir titrasi jumlah ekivalen dari zat yang dititrasi = jumlah ekivalen zat Pentitrasi. Berat ekivalen suatu zat tergantung pada jenis reaksinya. Kadang-kadang senyawa yang sama mempunyai berat ekivalen berbeda dalam reaksi berlainan.

BERAT EKIVALEN DALAM VOLUMETRI

A. Reaksi Netralisasi

BE dari asam adalah berat (massa) asam tersebut yang mengandung 1 atom hydrogen (=1,008 gram) yang dapat diganti.

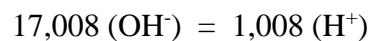
Jadi BE dari HCl, HBr, HNO₃ = M R nya

1 mol HCl = 1 ek HCl

BE dari H₂SO₄ = ½ MR nya

1 mol H₂SO₄ = ½ ek H₂SO₄

BE dari basa adalah berat (massa) basa tersebut yang mengandung satu ion hidroksil(OH⁻) (= 17,008 g)



Jadi BE dari NaOH, KOH, NH₄OH = MR nya

1 mol NaOH = 1 ek NaOH

Sedangkan BE dari Ba(OH)₂, Ca(OH)₂ = ½ MR nya

1 mol Ba(OH)₂ = ½ ek Ba(OH)₂

B. Reaksi Pengendapan

BE adalah berat (massa) zat yang mengandung atau bereaksi dengan 1 mol kation bervalensi 1 atau $\frac{1}{2}$ mol kation bervalensi 2 atau $\frac{1}{3}$ mol kation bervalensi 3. Sedangkan untuk garam yang terbentuk :

$$\text{Ekivalen} = \frac{\text{mol}}{\text{Valensi ion garam}}$$

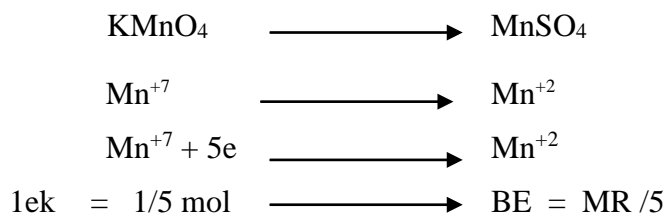
$$\text{BE AgNO}_3 = \text{MR AgNO}_3$$

$$1 \text{ mol} = 1 \text{ grek}$$

C. Reaksi Oksidasi-Reduksi

BE dari suatu oksidator ditentukan oleh perubahan bilangan oksidasi zat tersebut.

Misal : Oksidator KMnO_4 dalam suasana asam akan berubah menjadi MnSO_4



Umumnya :

BE dari suatu zat garam reaksi oksidasi reduksi = MR dibagi dengan perubahan bilangan oksidasi.

TAHAPAN ANALISA VOLUMETRI

1. Standarisasi

Standarisasi adalah proses penentuan konsentrasi larutan standar sekunder dengan menggunakan larutan standar primer.

Pada Buret : Larutan Standar Sekunder

Pada Elemeyer : Larutan Standar Primer

Perhitungan :

Pada akhir titrasi jumlah ek dari zat yang dititrasi = jumlah ek zat pentitrasi, maka akan diperoleh suatu hubungan :

$$\text{Jumlah ek} = \text{Normalitas} \times \text{Volume}$$

$$\text{Jumlah m ek} = \text{Normalitas} \times \text{mL}$$

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

Dimana $V_1 =$ Volume zat pentitrasi ; $V_2 =$ Volume zat yang dititrasi

$N_1 =$ Normalitas zat pentitrasi ; $N_2 =$ Normalitas zat yang dititrasi

2. Penetapan Kadar

Penentuan kadar dalam suatu sampel dengan menggunakan larutan standar sekunder yang sudah distandardisasi

Pada Buret : Larutan Standar Sekunder

Pada Elemeyer : Sampel

Perhitungan:

1.) Kadar sampel dalam % b/v

$$\% \text{ b/v} = \frac{N_{LSS} \times V_{LSS} \times \text{BE. Sampel} \times 1 \text{ g/1000 mg} \times Fp \times 100 \%}{\text{Volume Sampel (mL)}}$$

2.) Kadar sampel dalam % b/b

a. $\% \text{ b/v} = \frac{N_{LSS} \times V_{LSS} \times \text{BE.Sampel} \times 1 \text{ g/1000 mg} \times Fp \times 100 \%}{\text{Berat Sampel (gr)}}$

b. $\% \text{ b/v} = \frac{N_{LSS} \times V_{LSS} \times \text{BE.Sampel} \times Fp \times 100 \%}{\text{Berat Sampel (gr)}}$

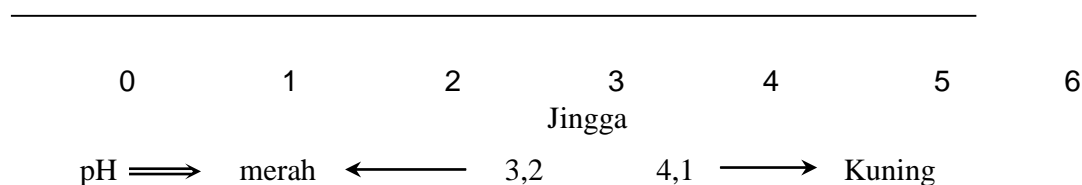
Indikator

Definisi : Asam organik lemah atau basa organik lemah dalam larutan akan terion sebagian, di mana warna ionnya berbeda dengan warna yang tidak terionisasi

Daerah perubahan warna indikator :

Yakni : Jarak nilai pH antara warna bentuk asam dan warna bentuk basa

Misal : Metil Jingga pH = 3,2 – 4,0 = warna : merah – jingga



pH dibawah 3 (< 3) : Warna bentuk asam ----- merah

pH diatas 3 (> 3) : Warna bentuk basa ----- kuning

Indikator Asidimetri

Perubahan warna indikator disebabkan terjadi perubahan pH dari asam menjadi basa karena kelebihan satu tetes titran yang bersifat basa. Indikator yang digunakan : Metil Merah (MM) 0,1 % atau Metil Orange dalam pelarut Alkohol 96%.

Dalam suasana basa karena adanya Borax (sebelum titrasi) indikator MM (MO) berwarna kuning sedangkan dalam suasana asam karena borax telah habis bereaksi dengan HCl pada titik akhir titrasi terjadi kelebihan satu tetes HCl (setelah titrasi) akan memberikan warna merah.

Indikator Alkalimetri:

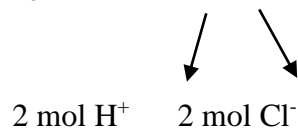
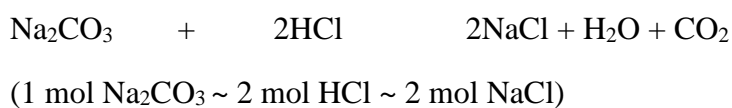
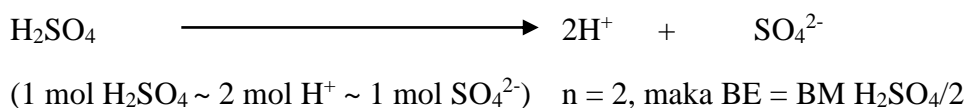
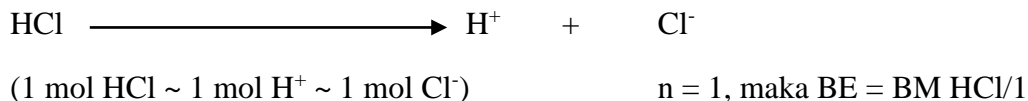
Perubahan warna indikator disebabkan terjadi perubahan pH dari asam menjadi basa karena kelebihan satu tetes titran yang bersifat basa.

Indikator yang digunakan adalah Phenophtalein (PP) 1 % dalam pelarut Alkohol 96%. **Fenoftalin** : Tergolong asam organik lemah, dalam keadaan tidak terionisasi indikator ini tidak berwarna, sedangkan dalam lingkungan basa, fenoftalin akan terionisasi lebih banyak, dan akan memberikan warna merah terang karena ionnya. Oleh karena itu, dalam lingkungan asam karena adanya asam oksalat (sebelum titrasi) indikator PP tidak berwarna, sedangkan dalam lingkungan basa karena asam oksalat telah habis bereaksi dan kelebihan satu tetes NaOH (setelah titrasi) akan memberikan warna merah muda (rose).

EKIVALEN REAKSI ASAM BASA (NETRALISASI)

Nilai ekivalen (n) suatu asam adalah jumlah mol ion hidrogen (H^+) yang dimiliki oleh satu mol asam atau jumlah mol ion hidrogen yang terlibat dalam reaksi netralisasi satu mol asam tersebut.

Contoh:



$$n (Na_2CO_3) = 2,$$

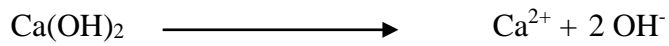
$$\text{maka BE} = \frac{BM Na_2CO_3}{2}$$

Nilai ekivalen (n) suatu basa adalah jumlah mol ion Hidroksil (OH^-) yang dimiliki oleh satu mol basa atau jumlah mol ion hidroksil yang terlibat dalam reaksi netralisasi setiap mol basa tersebut .

Contoh :



(1 mol NaOH ~ 1 mol Na^+ ~ 1 mol OH^-) n = 1, maka BE = BM NaOH /1



(1 mol Ca(OH)_2 ~ 1 mol Ca^{2+} ~ 2 mol OH^-) n= 2, maka BE = BM Ca(OH)_2 /2

BAB XI TITRASI ASIDIMETRI

Pada titrasi diperlukan buret, beaker glass. Untuk penggunaan buret ada hal-hal yang harus diperhatikan, yakni :

- Periksa dahulu kondisi buret (tidak pecah atau tidak bocor). Berikan vaselin pada kran agar pengaturan penetesannya dilakukan.
- Bersihkan buret dengan air sebelum digunakan kemudian bilas sedikit dengan zat kimia yang akan digunakan.
- Masukkan zat kimia yang akan digunakan menggunakan corong. Lakukan pengisian sampai seluruh buret terisi zat kimia dan tidak terdapat gelembung gas.
- 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).

Zat yang akan dititrasi disebut sebagai titrat (ditampung dalam erlenmayer), sedangkan larutan yang digunakan untuk menitrasi disebut sebagai titran (dimasukkan ke dalam buret). Untuk pembacaan volume titrasi mata harus sejajar miniskus, gunakan miniskus bawah untuk menentukan volume titrasi. 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 0,05 mL. Jika syarat-syarat ini tidak tercapai, maka harus dilakukan titrasi ulang sampai diperoleh selisih yang tidak lebih dari 0,05 mL.

Prosedur :

1. Pembuatan larutan titer HCl 0,1 N

Asam klorida pekat (berat jenis 1,18, BM 36,5). Biasanya dijual dipasaran dengan konsentrasi 36 %. Bila akan dibuat sebanyak 1000 mL maka HCl pekat yang diperlukan sebanyak :

$$\frac{\text{Volume (mL)} \times \text{Bj} \times \text{P} (\%)}{\text{BM (HCl)} \times 100} = \text{volume (liter)} \times \text{N}$$

$$\text{Volume (mL)} = \frac{\text{volume (liter)} \times \text{N} [\text{BM HCl} \times 100]}{\text{Bj} \times \text{P} (\%)}$$

2. Pembakuan larutan titer HCl 0,1 N

Timbang seksama 150 mg Na₂CO₃ anhidrat larutkan dengan 10 mL air. Titrasi dengan asam klorida menggunakan indicator metal merah. Lakukan pembakuan duplo. Hitung normalitas larutan.

3. Penetapan kadar

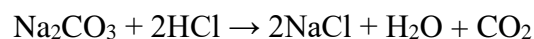
Sampel dipipet sebanyak 10 mL masukkan kedalam erlenmayer. Titrasi dengan asam klorida menggunakan indicator metal merah. Lakukan penetapan kadar (duplo)

4. Data pembakuan

BM : Zat/sampel (mL)	Volume titarn (mL)	Paraf

5. Perhitungan pembakuan

- a. Reaksi



b. Perhitungan

$$\text{Normalitas HCl} = \frac{\text{mg Na}_2\text{CO}_3}{\text{BE Na}_2\text{CO}_3 \times \text{V HCl (mL)}}$$

$$\text{BE Na}_2\text{CO}_3 \times \text{V HCl (mL)}$$

6. Data penetapan kadar

(BM :)		Volume titran (mL)	Paraf
Volume sampel	Warna		

7. Perhitungan

BAB XII TITRASI ALKALIMETRI

Prosedur percobaan

1. Pembuatan larutan titer NaOH 0,1 N

$$V \times N = \text{mgrek NaOH}$$

$$1000 \text{ mL} \times 0,1 \text{ N} = \text{gram/BE}$$

$$\text{Gram} = 100/40 = 4 \text{ gram}$$

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

2. Pembakuan larutan titer NaOH 0,1 N

Timbang 150 mg asam oksalat dilarutkan dengan 10 mL air bebas CO₂. Titrasi dengan NaOH menggunakan indicator penolftalein, titrasi hingga warna merah jambu.lakukan duplo. Hitung normalitas larutan.

3. Penetapan sampel

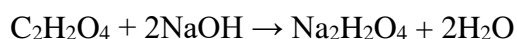
Sampel dimasukkan sebanyak 10 mL ke dalam erlenmayer. Titrasi dengan NaOH menggunakan indicator fenolftalein. Lakukan duplo

4. Data pembakuan

(BM :)	Volume titran (mL)	Paraf
Zat/sampel (mL)		

5. Perhitungan pembakuan

- a. Reaksi



- b. Perhitungan

6. Data Penetapan Kadar

(BM :)		Volume titran (mL)	Paraf
Volume sampel	Warna		

7. Perhitungan

BAB XIII TITRASI KOMPLEKSOMETRI

A. Tujuan

Penetapan kadar ion logam dengan prinsip reaksi pembentukan kompleks.

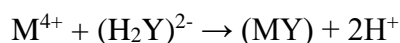
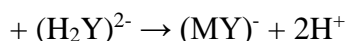
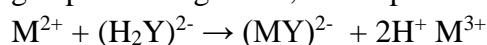
B. Prinsip

Pembentukan garam kompleks yang larut antara ion logam dengan zat pembentuk kompleks.

C. Teori

Titration kompleksometri adalah titration yang didasarkan atas pembentukan kompleks yang larut dari komponen zat uji dengan titran. Untuk dapat dipakai sebagai dasar dari suatu titration, reaksi pembentukan kompleks harus memenuhi persyaratan umum untuk titration, kompleks yang terjadi harus stabil dan merupakan kompleks 1:1.

Titration 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 $(H_2Y)^{2-}$ adalah garam dinatrium edetat

Titik akhir titration 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 titration ini harus dijaga untuk mempertahankan kestabilan kompleks Metal-EDTA sehingga indikator dapat bekerja dengan baik. Indikator yang digunakan adalah :

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 titration 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.

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

D. Prosedur

1. Pembuatan larutan titer Dinatrium Edetat 0,05 M

Larutkan 18,61 gram Dinatrium Edetat dalam air, hingga volume larutan 1000 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 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 methanol
- 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 mL, masukkan ke dalam erlenmayer.

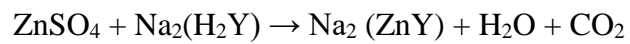
Tambahkan 10 mL dapar salmiak dan indikator EBT. Titrasi dengan Dinatrium EDTA sampai terjadi warna biru. Lakukan titrasi triplo. Pada saat titrasi pH harus dijaga. Hitung kadar sampel

6. Data pembakuan larutan Na₂EDTA

(BM :)		Volume titran (mL)	Paraf (Dosen/asisten)
Volume zat baku (mL)	pH		

7. Perhitungan Molaritas EDTA

a. Reaksi :



b. Perhitungan

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

$$\text{BE ZnSO}_4 \times \text{mL EDTA}$$

8. Data penetapan kadar

(BM :)		Volume titran (mL)	Paraf (Dosen/asisten)
Volume sampel	Warna		

9. Perhitungan penetapan kadar sampel

a. Reaksi :

b. Perhitungan

BAB XIV TITRASI PERMANGANOMETRI

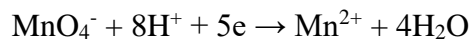
A. Tujuan

Penetapan kadar sampel yang bersifat reduktor berdasarkan pada reaksi reduksi oksidasi dengan KMnO_4

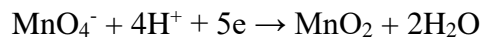
B. Teori

Kalium permanganate merupakan senyawa anorganik dengan rumus KMnO_4 . Garam yang terdiri dari K^+ dan MnO_4^- . Kalium permanganate merupakan oksidator (zat pengoksidasi) kuat yang dapat bereaksi dengan cara berbeda-beda tergantung pada pH larutannya. Titrasi permanganometri digunakan untuk menetapkan kadar reduktor dalam suasana asam sulfat encer.

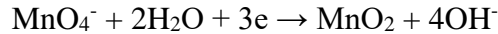
Dalam suasana penetapan basa atau asam lemah akan terbentuk endapan coklat MnO_2 yang mengganggu. a. Dalam asam sulfat encer



b. Dalam asam lemah



c. Dalam larutan netral atau basa



Pada prinsipnya titrasi permanganometri dilakukan dengan bantuan pemanasan (70°C) untuk mempercepat reaksi. Pada awal reaksi titrasi warna merah untuk beberapa saat menandakan reaksi berlangsung lambat.

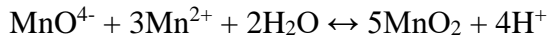


Pada penambahan titran selanjutnya, warna merah hilang makin cepat karena ion Mangan (II) yang terjadi berfungsi untuk mempercepat reaksi. Selanjutnya titran dapat ditambahkan lebih cepat sampai titik akhir tercapai yaitu sampai pada tetesan dimana merah jambu pucat. Akhir titrasi ditandai dengan timbulnya warna merah muda yang disebabkan kelebihan permanganat. Titrasi permanganometri tidak memerlukan indikator karena larutan KMnO_4 sendiri sudah berfungsi sebagai indikator (autoindikator).

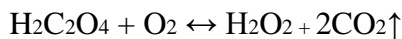
Reaksi ini berjalan lambat pada temperature kamar dan biasanya diperlukan pemanasan hingga 60°C . Bahkan bila pada temperature yang lebih tinggi reaksi berjalan makin lambat dan bertambah cepat setelah terbentuknya ion mangan (II). Pada penambahan tetesan titrasi selanjutnya warna merah hilang semakin cepat karena ion mangan (II) yang terjadi berfungsi sebagai katalis (katalis berfungsi mempercepat reaksi). Sumber-sumber kesalahan pada titrasi permanganometri antara lain terletak pada larutan KMnO_4 pada buret. Apabila percobaan dilakukan dalam waktu yang lama, larutan KMnO_4 pada buret yang terkena sinar akan terurai menjadi MnO_2 sehingga

pada titik akhir titrasi akan diperoleh pembentukan presipitat coklat yang seharusnya adalah larutan berwarna merah rosa.

Penambahan KMnO_4 yang terlalu cepat pada larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang telah ditambahkan H_2SO_4 dan telah dipanaskan cenderung menyebabkan reaksi antara MnO_4^- dengan Mn^{2+}



Penambahan KMnO_4 yang terlalu lambat pada larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang telah ditambahkan H_2SO_4 dan telah dipanaskan mungkin akan terjadi kehilangan oksalat karena membentuk peroksida yang kemudian terurai menjadi air.



Hal ini dapat menyebabkan pengurangan jumlah KMnO_4 yang diperlukan untuk titrasi yang pada akhirnya akan timbul kesalahan titrasi permanganometri yang dilaksanakan.

C. Prosedur

1. Pembuatan larutan titer KMnO_4 0,1 N

Masukkan 3,161 gram KMnO_4 dalam labu ukur, encerkan dengan akuades hingga 1000 mL, didihkan selama 15-30 menit, dinginkan pada suhu kamar. Simpan dalam botol coklat.

2. Pembakuan larutan titer KMnO_4 0,1 N

Timbang seksama 150 mg asam oksalat. Masukkan dalam erlenmayer 100 mL, tambahkan 15 mL H_2SO_4 2 N. Titrasi dengan KMnO_4 0,1 N hingga warna merah jambu mantap. Panaskan 70°C sampai warna hilang. Lanjutkan titrasi dengan KMnO_4 0,1 N sampai timbul warna merah muda. Lakukan pembakuan triplo. Hitung normalitas larutan.

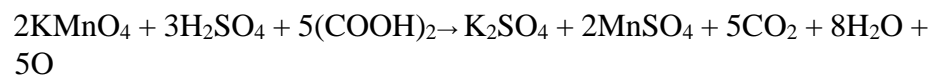
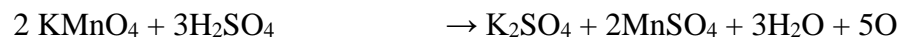
3. Penetapan kadar

Timbang seksama 150 mg sampel, tambahkan 10 mL asam sulfat encer. Titrasi dengan larutan KMnO_4 0,1 N. Lakukan titrasi triplo. Hitung kadar sampel.

4. Data pembakuan

....(BM)			Volume titran (mL)	Paraf (Dosen/asisten)
Zat+kertas perkamen (mg) A	Kertas perkamen + sisa zat (mg) B	Berat zat (mg) (A-B)		

5. Perhitungan pembakuan



6. Data Penetapan Kadar

(BM)			Volume titran (mL)	Paraf (Dosen/asisten)
Zat + kertas perkamen(mg) A	Kertas perkamen + sisa zat (mg) B	Berat zat (mg) (A-B)		

7. Perhitungan penetapan kadar Reaksi :

BAB XV TITRASI IODO-IODOMETRI

A. Tujuan

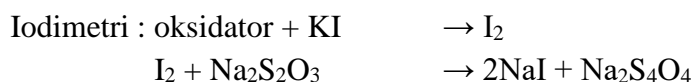
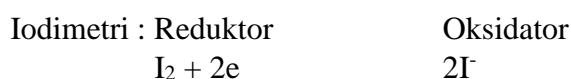
Untuk mengetahui kadar sampel dengan prinsip oksidasi dan reduksi melalui titrasi iodo-iodometri.

B. Prinsip reaksi : titrasi zat reduktor dengan iodium

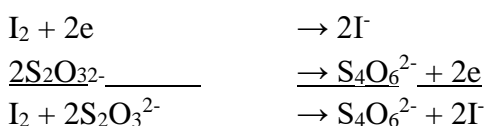
C. Teori

Apabila zat uji (reduktor) langsung dititrasi dengan larutan iodium, maka penetapan kadar ini disebut dengan iodimetri. Bila zat uji (reduktor) mula-mula direaksikan dengan iodide berlebih, kemudian iodium yang terjadi dititrasi dengan larutan tiosulfat maka cara ini dinamakan iodimetri. Metode ini dapat digunakan untuk menetapkan kadar oksidator maupun reduktor, disamping itu cara ini akurat karena titik akhir titrasi jelas.

Reaksi



Atau



Bila tidak terdapat zat pengganggu berwarna, sebenarnya larutan iodium sendiri dapat berfungsi sebagai indikator meskipun warna terjadi tidak sejelasa $KMnO_4$. Umumnya lebih disukai larutan kanji sebagai indikator yang dengan larutan iodium memberikan warna biru cerah. Bobot ekuivalen pada iodimetri adalah banyaknya mol zat yang setara dengan 1 mol I^- .

D. Prosedur

1. Pembuatan larutan titer I_2 0,1 N

Larutkan 18 gram KI dalam 30 mL air dalam labu tertutup. Timbang sekitar 12,69 gram I_2 dalam gelas arloji, tambahkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan KI. Tutup labu dan kocok hingga Iodium larut. Diamkan larutan dalam dalam suhu kamar dan tambahkan air hingga 1000 mL.

2. Pembuatan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N
Timbang kurang lebih 26 gram natrium tiosulfat dan 200 mg natrium karbonat dalam air bebas karbondioksida segar secukupnya hingga 1000 mL.
3. Pembuatan indicator kanji
10 gram amylum dalam 100 mL air panas
4. Pembakuan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
Timbang seksama 100 mg KIO_3 , tambahkan 300 mg KI dan 10 mL asam sulfat encer. Titrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampai warna kuning muda. Tambahkan indicator kanji, titrasi kembali sampai timbul perubahan warna. Lakukan triplo . Hitung normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
5. Pembakuan larutan titer I_2 dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
Pipet 15 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang telah dibakukan , masukkan dalam erlenmayer, tambahkan indicator kanji, titrasi dengan larutan I_2 sampai berwarna biru. Lakukan triplo. Hitung normalitas I_2 .
6. Penetapan kadar
Timbang seksama 150 mg sampel, masukkan dalam erlenmayer 100 mL tambahkan 5 mL larutan asam sulfat encer, titrasi dengan I_2 0,1 N dengan indikator amylum hingga warna biru. Lakukan titrasi triplo. Tetapkan kadar sampel

KIO ₃ (BM :)			Volume titran (mL)	Paraf (Dosen/asisten)
Zat+kertas perkamen (mg)	Kertas perkamen+sisa zat (mg)	Berat zat (mg)		
A	B	(A-B)		

8. Perhitungan normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

a. Reaksi

b. Perhitungan

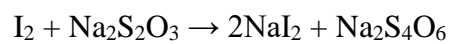
$$\text{Normalitas } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{(\text{NxV}) \text{ Kalium Yodat}}{\text{Volume } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$$

9. Data pembakuan I_2

Volume larutan baku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)	Volume titran I_2 (mL)	Paraf (Dosen/asisten)

10. Perhitungan normalitas I_2

a. Reaksi



b. Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{mgrek } \text{I}_2 &= \text{mgrek } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \\ V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \end{aligned}$$

11. Data penetapan kadar

(BM:)			Volume titran (mL)	Paraf (Dosen/asisten)
Zat+kertas perkamen (mg) A	Kertas perkamen + sisa zat (mg) B	Berat zat (mg) (A-B)		

12. Perhitungan penetapan kadar sampel
Reaksi

Perhitungan

BAB XVI SPEKTROFOTOMETRI

Teknik spektrofotometri telah lama digunakan sebagai suatu teknik yang handal untuk mendeteksi, identifikasi dan pengukuran kadar suatu senyawa kimia dalam larutan tertentu. Teknik ini didasarkan pada :

1. Bahan kimia dapat menyerap dan menghantarkan cahaya
2. Suatu larutan mempunyai warna tertentu karena larutan ini dapat menyerap semua warna kecuali warna yang dapat ditangkap oleh mata

Suatu fotometer adalah piranti untuk mengukur intensitas radiasi yang diteruskan atau suatu fungsi intensitas ini. Bila digabung dalam spektrofotometer, akan menghasilkan suatu isyarat yang berpadanan dengan selisih antara radiasi yang diteruskan oleh bahan pembanding dan radiasi yang diteruskan oleh contoh pada panjang gelombang yang terpilih.

Keuntungan utama spektrofotometri adalah metode ini memberikan cara sederhana menetapkan kuantitas zat yang sangat kecil. Metode analisis ini didasarkan pada absorpsi radiasi elektromagnet. Cahaya ini merupakan radiasi yang sesuai dengan kepekaan mata manusia. akan menyusun cahaya putih. Cahaya putih akan meliputi seluruh spectrum tampak 400 -700 nm.

Pada teknik spektrofotometrim, cahaya dari sumber cahaya diuraikan dengan menggunakan prisma sehingga diperoleh cahaya monokromatis (cahaya dengan satu warna dan satu panjang gelombang) yang diserap oleh zat yang diserap oleh larutan dapat diukur.

Hubungan antara konsentrasi dengan cahaya yang diserap dinyatakan dengan hukum Lambert-Beer yang menyatakan “Pengurangan intensitas cahaya monokromatis yang melalui suatu larutan berwarna berlangsung secara eksponensial dan bergantung pada panjang larutan yang dilalui cahaya dan kadar zat dalam larutan.

Hukum Lambert-Beer akan menghasilkan persamaan sebagai berikut :

$$\text{Log } I/I_0 = - k.c. l$$

I = Intensitas cahaya keluar

I_0 = Intensitas cahaya masuk

k = Konstanta yang didasarkan pada sifat zat dalam larutan

c = konsentrasi zat tersebut

l = Panjang larutan yang dilalui cahaya

Perbandingan I/I_0 disebut sebagai transmittansi (T) yang dinyatakan dalam persen (%). Serapan (absorbansi) = A atau disebut kerapatan optik. Hubungan absorbansi cahaya dan transmisi sinar dinyatakan dengan persamaan :

$$\boxed{A = -\log I/I_0} \quad \text{Maka dapat dinyatakan} \quad \boxed{A = k.c.l}$$

Pada alat spektrofotometer yang lebih canggih, sinar yang datang benar-benar diusahakan berupa sinar monokromatis dengan cara membuat container larutan (kuvet) sedemikian rupa, sehingga tidak ada sinar yang tertahan. Jika jalur sinar pada setiap bagian kuvet sama, maka nilai k untuk berbagai senyawa dalam berbagai larutan dan berbagai panjang gelombang dapat dihitung. Bila konsentrasi dalam mol/L, jarak tempuh cahaya dalam cm, maka nilai k disebut koefisien ekstinsi molar. Koefisien ekstinsi pada masing-masing alat dapat dihitung pada tabel indeks. Pada alat yang tak begitu canggih, cahaya tidak benar-benar monokromatis, sehingga k dapat diganti dengan k' maka persamaan Lambert-Beer dapat dinyatakan dengan :

$$\boxed{A = k'.c.l}$$

Dalam pemeriksaan, maka nilai k' sama dengan nilai l, sehingga persamaan menjadi :

$$\boxed{A = k'.c}$$

Dengan membuat satu atau rangkaian larutan standar dapat diperiksa kadar suatu zat. Untuk sampel dengan jumlah sedikit digunakan satu larutan standar dan kadar zat ditentukan dengan cara membandingkan absorbansi cahaya standar dengan absorbansi sampel. Sedangkan sampel dengan jumlah banyak ditentukan dengan membuat serangkaian larutan standar sehingga dapat dibuat suatu kurva kalibrasi standar. Dengan demikian, kadar sampel yang tidak diketahui dapat ditentukan dari kurva standar tersebut dengan menggunakan perhitungan regresi linier.

Tahap pemeriksaan dengan metode spektrofotometer sebagai berikut :

1. Penentuan panjang gelombang maksimum zat yang akan diperiksa
2. Pembuatan kurva kalibrasi
3. Pembuatan kadar sampel

PENENTUAN KONSENTRASI LARUTAN CuSO₄

Tujuan:

1. Menentukan panjang gelombang maksimum
2. Membuat kurva standar
3. Menentukan konsentrasi larutan CuSO₄

Alat dan Bahan:

1. Spektrofotometer UV-Vis
2. Kuvet
3. Tabung reaksi
4. Pipet volum 5 mL
5. Larutan standar CuSO₄ 0,05%; 0,1% ; 0,15%; 0,2%; 0,25%
6. Sampel larutan CuSO₄ “Unknown”
7. Kalkulator

Prosedur:

- 1. Penentuan Panjang gelombang Maksimum (λ_{maks})**
 - a. Nyalakan spektrofotometer 15 menit sebelum digunakan
 - b. Sediakan 2 kuvet, tandai dengan 1 dan 2
 - c. Masukkan 5 mL aquades (sebagai blanko) pada kuvet 1 dan masukkan 5 mL larutan CuSO₄ 0,1 % pada kuvet 2
 - d. Tepatkan jarum penunjuk panjang gelombang pada angka 500 nm
 - e. Masukkan kuvert blanko ke dalam spektrofotomer
 - f. Putar tombol transmitemen hingga 100% (= absorbansi 0)
 - g. Keluarkan kuvet blanko, dan masukkan kuvet CuSO₄ 0,1 %
 - h. Baca absorbansi sinar yang diserat oleh larutan CuSO₄ tersebut
 - i. Ganti panjang gelombang dengan memutar tombol λ pada 510 nm
 - j. Ulangi langkah pengukuran λ di atas (poin a s/d h)
 - k. Baca serapan pada panjang gelombang 500 – 600 nm dengan interval 10 nm (PERHATIKAN : pada setiap pengukuran absorbansi harus ditera dengan blanko)

2. Pembuatan Kurva standar berdasar hukum Lambert-Beer

- Sediakan 6 tabung reaksi dan beri label 0,1%; 0,2%; 0,3%; 0,4%; 0,5% dan aquades
- Sediakan larutan standar CuSO_4 dengan konsentrasi 0,1%; 0,2%; 0,3%; 0,4%; 0,5% dan aquades
- Isikan larutan standar CuSO_4 dan aquades di atas ke dalam tabung reaksi sesuai labelnya
- Pipet dari masing-masing tabung reaksi tersebut 5 mL larutan standar dan blangko ke dalam kuvet
- Baca dan catat serapan masing-masing larutan standar dan blangko pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh dari prosedur di atas
- Buatlah kurva standar pada kertas millimeter dengan absorbansi (A) sebagai sumbu y dan konsentrasi (c) sebagai sumbu x
- Tentukan slope, intersep dan persamaan garis dari grafik tersebut

3. Penentuan Kadar larutan CuSO_4

- Sediakan 2 kuvet, tandai dengan 1 dan 2
- Masukkan 5 mL aquades (sebagai blangko) pada kuvet 1 dan masukkan 5 mL larutan CuSO_4 Unknown
- Baca serapan larutan CuSO_4 Unknown pada panjang gelombang maksimum
- Hitung konsentrasi larutan CuSO_4 UnKnown tersebut berdasarkan persamaan kurva standar

DATA PENGAMATAN

A. PENENTUAN PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM (λ_{Maks})

Panjang Gelombang (λ)	Absorbansi

Grafik: (Kertas Milimeter)

B. PEMBUATAN KURVA STANDART

Konsentrasi Larutan Standar (C) dalam Molar	Absorbansi (A)

Grafik:

C. PENENTUAN KADAR SAMPEL

Absorbansi Sampel
.....
.....

Perhitungan

1. Penentuan Persamaan Kurva standar :Penentuan nilai slope (b) dan Intersep

(a)

$$Y = b X + a$$

Transformasi data :

X adalah data konsentrasi larutan standar

Y adalah Absorbansi larutan standar

n	X	Y	X ²	Y ²	X.Y
1					
2					
3					
4					
:					
:					
:					
dst					
	ΣX =.....	ΣY =.....	ΣX ² =.....	ΣY ² =.....	ΣXY =.....

Dengan Nilai:

$$b = \frac{n \sum X.Y - (\sum X) \cdot (\sum Y)}{n \sum X^2 - (\sum X)^2}$$

$$a = \frac{n(\sum Y)(\sum X^2) - (\sum X) \cdot (\sum Y)}{n \sum X^2 - (\sum X)^2}$$

dan Persamaan Regresi:

$$Y = \dots\dots\dots x + \dots\dots\dots$$

$$A = \dots\dots\dots C + \dots\dots\dots$$

Penentuan Konsentrasi Larutan Sampel Persamaan Kurva Standar:

$$A = b C + a$$

$$C = \underline{A - a}$$

b

$$\frac{\dots\dots\dots - \dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} = \dots\dots\dots = \dots\dots\dots$$

Kesimpulan

1. Panjang gelombang maksimum
2. Persamaan kurva standar.....
3. Konsentrasi larutan CuSO₄ Unknown.....

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.

Harjadi, W. 1993, Ilmu Kimia Analitik Dasar, PT Gramedia, Jakarta.

Harvey,D., 2000, Modern Analytical Chemistry, McGraw-Hill Higher Education, North America

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.

Sudjadi & Rohman,A., 2004, Analisis Obat dan Makanan, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.

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