



Penuntun Praktikum

KIMIA ANALITIK

Oleh :

Diny A Sandrasari, ST., M.Si

Ir. Enny Fitri., M.Si

Hamidatun, STP., M.Si

Program Studi Teknologi Pangan
Fakultas Teknologi Pangan dan Kesehatan
Universitas Sahid Jakarta
Tahun 2022



KATA PENGANTAR

Panduan Praktikum Kimia Analitik adalah petunjuk tata laksana praktikum yang harus dilaksanakan oleh mahasiswa Program Studi Teknologi Pangan, Fakultas Teknologi Pangan dan Kesehatan. Panduan ini bukan merupakan satu-satunya referensi yang dapat dijadikan sebagai daftar pustaka untuk penyusunan laporan, dengan demikian praktikan diharapkan tetap untuk mempelajari buku-buku Kimia Analitik lain guna menambah pengetahuan dan memperkuat pemahaman atas modul-modul yang dikerjakan.

Praktikum Kimia Analitik yang dilaksanakan dibagi pada dua golongan utama yaitu analisis kualitatif dan analisis kuantitatif. Analisis kualitatif meliputi analisis kation dan anion, sementara analisis kuantitatif untuk metoda gravimetri dan volumetri

Panduan Praktikum Kimia Analitik ini merupakan pengembangan dari panduan praktikum sebelumnya, terdapat beberapa perubahan isi terutama prosedur yang lebih disesuaikan dengan kondisi laboratorium. Mudah-mudahan penuntun praktikum Kimia Analitik ini dapat bermanfaat bagi yang memerlukannya khususnya bagi mahasiswa Program Studi Teknologi Pangan.

Sebagai penutup, penyusun mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah ikut membantu dalam mewujudkan penuntun praktikum ini.

Penyusun



TATA TERTIB LABORATORIUM KIMIA

I. Tempat dan Waktu Praktikum

- 1) Waktu praktikum dilakukan sesuai dengan jadwal praktikum yang telah ditentukan.
- 2) Setiap praktikan tidak diperkenankan ikut praktikum pada waktu lain kecuali atas izin dosen praktikum, kepala laboratorium atau asisten.
- 3) Setiap praktikan harus hadir 15 menit sebelum kegiatan praktikum berlangsung dan sudah siap dengan alat dan bahan yang akan digunakan. Apabila praktikan terlambat lebih dari 15 (lima belas) menit dari waktu yang telah ditentukan, maka ia tidak diperkenankan mengikuti praktikum pada hari itu.
- 4) Sebelum melakukan percobaan semua praktikan harus mempelajari teori dan petunjuk praktikum dengan membuat ringkasan praktikum pada buku jurnal demi kelanjutan kerja.
- 5) Praktikan bekerja sesuai Prosedur Kerja yang ditentukan.

II. Alat-Alat dan Reagen

- 1) Sebelum dan sesudah praktikum semua praktikan harus mengecek dan mengembalikan alat-alat inventarisnya.
- 2) Semua alat-alat yang hilang/pecah harus diganti dengan alat-alat yang sama oleh yang bersangkutan/kelompoknya.
- 3) Botol-botol reagen harus ditempatkan pada tempat yang telah ditentukan dan pengambilan reagen harus dilakukan dengan menuangkan pada wadah lain terlebih dahulu secukupnya untuk menghindari kontaminasi dan dilarang memasukkan kembali kelebihan pengambilan reagen.
- 4) Setiap praktikan tidak diperkenankan mengambil reagen dari meja lain kecuali atas ijin dosen praktikum ataupun laboran, hal ini untuk menjaga kelancaran praktikum.
- 5) Botol-botol reagen yang kosong harus segera diberitahukan kepada laboran untuk diisi kembali.



- 6) Jangan mencoba atau mencicipi bahan kimia karena kebanyakan bahan kimia itu racun bila ditelan atau terabsorpsi kulit.
- 7) Bila ingin mengamati bau zat, janganlah langsung muka Anda didekatkan pada tempat zat itu, tetapi kibaskanlah dengan tangan Anda di atas tempat zat itu.
- 8) Periksalah dengan hati-hati label yang tercantum pada botol pereaksi sebelum menuangkan isinya. Jangan membawa botol pereaksi jauh dari tempatnya.
- 9) Jauhkanlah dari api semua bahan cairan organik untuk menghindari terjadinya kebakaran. Sisa bahan organik hendaklah dibuang dalam lemari asam pada tempat yang telah disediakan.
- 10) Jagalah alat-alat Anda dan meja kerja bersih dan rapih. Bersihkanlah dan keringkan selalu meja kerja praktikum Anda. Semua alat-alat yang dipakai harus dicuci bersih. Alat-alat seperti sabun, korek api, lap, dsb, harap membawa sendiri.

III. Kebersihan Laboratorium

- 1) Selama mengikuti praktikum, peserta harus memakai sepatu (dilarang mengenakan sandal atau sepatu sandal) dan jas praktikum yang bersih dan dikancingkan dengan rapi.
- 2) Praktikan tidak diperkenankan membawa barang-barang ke dalam laboratorium kecuali untuk kepentingan praktikum. Barang yang tidak dipergunakan harus diletakkan pada tempat yang telah ditentukan.
- 3) Tidak diperkenankan membuang sampah, kertas saring dan batu didih pada bak cuci, buanglah pada tempat yang telah ditentukan.
- 4) Jika ada zat-zat kimia yang tumpah cepat dibersihkan dengan air, karena akan berbahaya dan kalau terjadi kecelakaan cepat memberitahukan kepada asisten yang bertugas.
- 5) Selama praktikum semua praktikan tidak diperkenankan merokok dalam ruangan laboratorium dan tidak dibenarkan memakai sandal selama praktikum.
- 6) Setiap peserta harus mengembalikan alat-alat yang telah dipakai dalam keadaan bersih dan kering. Sebelum meninggalkan ruang praktikum, peserta harus mengembalikan botol-botol bahan kimia yang telah ditutup rapat ke



tempat semula dan menginventaris ulang jumlah serta kondisi alat-alat yang telah digunakan.

- 7) Setiap peserta harus menjaga kebersihan Laboratorium, bekerja dengan tertib, tenang dan teratur. Selama mengikuti praktikum, peserta harus bersikap sopan, baik dalam berbicara maupun bergaul.
- 8) Setiap peserta harus melaksanakan semua mata praktikum dan mematuhi buaya Kesehatan dan Keselamatan Kerja (K3).

IV. Laporan Praktikum

- 1) Praktikan harus menyerahkan laporan sementara setelah menyelesaikan praktikum.
- 2) Setiap praktikan wajib membuat laporan praktikum yang formatnya sudah ditentukan antara lain: tujuan praktikum, teori, alat dan bahan, data pengamatan, pembahasan dan referensi. Kemudian ditandatangani asisten setelah selesai praktikum.
- 3) Laporan praktikum harus dibuat pada kertas folio dengan tulisan yang jelas dan terang.
- 4) Laporan praktikum harus diserahkan kepada dosen praktikum/asisten seminggu setelah melakukan percobaan. Jika dalam dua minggu belum memberikan laporan percobaan maka praktikan yang bersangkutan tidak diizinkan mengikuti praktikum selanjutnya sampai praktikan menyerahkan laporan.

V. Penilaian Praktikum

1. Penilaian akhir ditentukan oleh hasil sebagai berikut :
 - a. Laporan praktikum
 - b. Aktivitas selama praktikum
 - c. Pre Test praktikum
 - d. Quis yang dilakukan selama praktikum
 - e. Post Test penutup praktikum
 - f. Ujian Tengah Semester
 - g. Ujian Akhir Semester.
2. Praktikan yang tidak mengikuti praktikum kurang dari 75% kehadirannya diwajibkan untuk mengulang praktikum.



DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	ii
TATA TERTIB LABORATORIUM KIMIA	iii
DAFTAR ISI	vi
BAGIAN I -KIMIA ANALISIS KUALITATIF	
A - LANGKAH-LANGKAH ANALISA KUALITATIF	1
1. ANALISA PENDAHULUAN	1
2. ANALISA SISTEMATIS	6
B - ANALISA SISTEMATIK PADA KATION	7
1. ANALISA KATION GOLONGAN I	8
2. ANALISA KATION GOLONGAN II	11
3. ANALISA KATION GOLONGAN III	17
4. ANALISA KATION GOLONGAN IV & V	22
5. ANALISA ANION	26
BAGIAN II -KIMIA ANALISIS KUANTITATIF	
A - GRAVIMETRI	30
B - VOLUMETRI	34
1. PENENTUAN ASIDITAS DAN ALKALINITAS	34
2. PENENTUAN TOTAL ZAT ORGANIK (<i>PERMANGANOMETRI</i>)	38
3. PENENTUAN CHLOR (<i>IODOMETRI & IODIMETRI</i>)	41
4. PENENTUAN CHLORIDA (<i>ARGENTOMETRI</i>)	43
5. PENENTUAN KESADAHAN (<i>KOMPLEKSOMETRI</i>)	46
DAFTAR PUSTAKA	50





Teknik Kerja Laboratorium

A. Teknik Analisis Kualitatif

1. *Reaksi pembentukan warna atau pembentukan endapan.* Jika tidak dinyatakan lain, ambil kira-kira 1 ml (20 tetes) larutan sampel, masukkan tabung reaksi (jika masih ada proses selanjutnya, tambahkan pereaksi secukupnya secara bertetes-tetes sampai terjadi perubahan warna. Jika pereaksi yang digunakan sudah cukup banyak (± 1 ml) tetapi tidak terjadi perubahan warna ataupun menghasilkan endapan, maka hasil reaksi dinyatakan negatif.
2. *Cara memanaskan zat dalam cawan porselin/erlenmeyer/gelas beker*

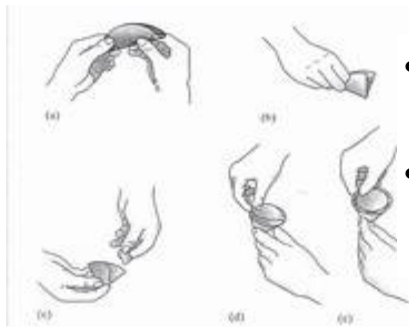


- ambillah kaki tiga dan letakkan kasa kawat di atasnya
- letakkan gelas kimia yang berisi larutan di atas kasa dan panaskan dengan pemanas spiritus

3. *Cara memanaskan zat dalam tabung reaksi*

- Jepit tabung reaksi yang berisi larutan dengan penjepit kayu/besi,
- Panaskan dengan nyala api spiritus.
- Goyangkan tabung reaksi agar pemanasan merata
- Arahkan mulut tabung reaksi pada tempat yang aman agar percikannya tidak melukai orang lain maupun diri sendiri

4. *Cara menyaring endapan*



- Gunakan kertas saring yang dibentuk seperti gambar disamping
- Saringlah larutan sedikit demi sedikit, kira-kira banyaknya larutan adalah sepertiga tinggi kertas

5. *Cara mencuci endapan pada kertas saring.* Arahkan aliran air dari sebuah botol pencuci pertama-tama di sekitar pinggir atas kertas saring menyusul gerakan spiral (memutar ke arah dalam) menuju endapan dan tiap pencucian kertas saring terisi antara separuh sampai dua pertiganya
6. *Cara reaksi kristal dengan mikroskop.* 1 tetes larutan sampel pada objek glass, tambahkan 1 tetes pereaksi, tutup dengan deck glass. Tempatkan pada mikroskop, atur perbesaran hingga gambar kristal terlihat jelas

B. Teknik Analisis Kuantitatif

1. Pengendapan.

- Gunakan pereaksi secukupnya sampai tidak terjadi endapan lagi. Untuk mengetahui apakah pereaksi sudah berlebihan atau tidak, dapat dilakukan dengan menguji cairan yang bening diatas endapan, Jika tidak lagi membentuk endapan menunjukkan pereaksi sudah berlebih

2. Penimbangan.

- Gunakan sendok untuk mengambil zat yang akan ditimbang. Pilih timbangan 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.



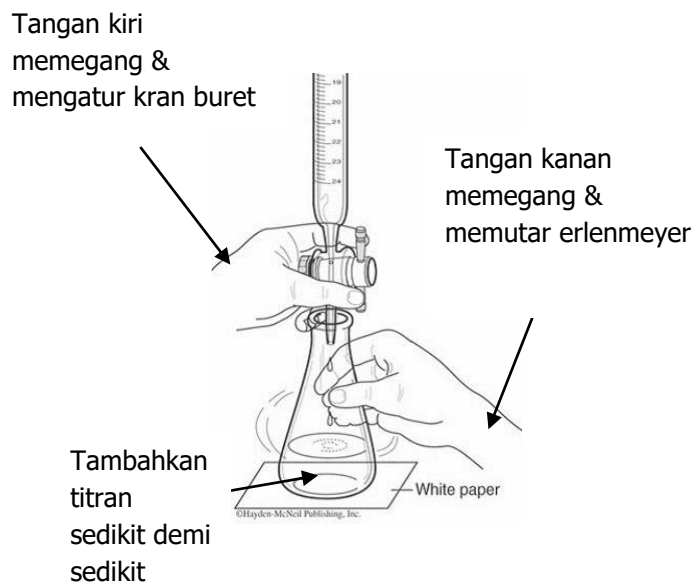
* “Timbang dengan seksama...” artinya: deviasi penimbangan tidak boleh lebih dari 0,1% dari jumlah yang ditimbang. Misalnya dengan pernyataan timbang seksama 500 mg, berarti batas kesalahan penimbangan tidak boleh lebih dari 0,5 mg. Oleh karena itu, penimbangan harus dilakukan dengan neraca analitik kepekaan minimal 0,5 mg.

3. *Pengukuran.* Pengukuran volume larutan bisa menggunakan gelas ukur, kecuali jika dinyatakan perintah “ukur dengan seksama...”, dimaksudkan bahwa pengukuran dilakukan dengan memakai pipet standar dan harus digunakan sedemikian rupa sehingga kesalahannya tidak melebihi batas yang ditetapkan. Penggunaan pipet dapat diganti dengan buret yang sesuai dan memenuhi standar. Pengukuran seksama dapat juga dinyatakan dengan menambahkan angka 0 di belakang angka koma terakhir bilangan yang bersangkutan. Misalnya dengan pernyataan pipet 10,0 ml atau ukur 10,0 ml dimaksudkan bahwa pengukuran harus dilakukan dengan seksama.
4. *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

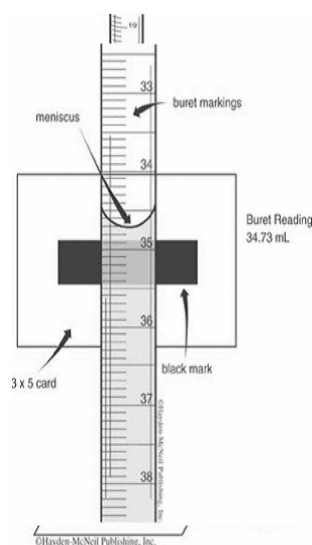


- Bersihkan buret sebelum digunakan dengan air, bilaslah buret tersebut dengan sedikit zat kimia yang akan dimasukkan ke dalamnya.
- Masukkan zat kimia yang akan digunakan ke dalam buret dengan menggunakan corong. Lakukan pengisian sampai seluruh bagian buret terisi (perhatikan bagian bawahnya) dan tidak terdapat gelembung gas pada buret.
- Pasang buret pada statif dan klem agar posisinya stabil seperti gambar disamping

5. *Cara titrasi.* Zat yang akan dititrasi disebut sebagai **titrat** (ditampung dalam erlenmeyer), sedangkan larutan yang digunakan untuk menitrasi disebut sebagai **titran** (dimasukkan ke dalam buret). Posisi tangan pada saat titrasi ditunjukkan seperti gambar dibawah.



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





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 0,05 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 :

- 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.
- Banyaknya desimal hasil penjumlahan atau pengurangan sama dengan faktor yang mengandung desimal paling sedikit.
- Banyaknya desimal hasil perkalian atau pembagian sama dengan satu angka lebih banyak daripada yang terdapat pada faktor yang mengandung desimal paling sedikit.
- Penulisan hasil akhir yang memerlukan pembulatan angka desimal, maka angka desimal 5 atau lebih dibulatkan ke atas, sedangkan angka desimal < 5 dibulatkan ke bawah.



Bagian I

Kimia Analisis Kualitatif

Analisa kualitatif disebut juga **analisa jenis**, karena bertujuan untuk menentukan :

- Jenis unsur : Na, Ag, Cl, Cu,
- Jenis gugus : Eter, ester alkil,
- Jenis anion : Cl, CO_4^{2-} , NO^3- ,
- Jenis Kation : Ag^+ , Cu^+ , Na^+ ,
- Jenis senyawa : NaCl, BaNO_3 , dalam suatu zat atau campuran zat

A LANGKAH ANALISA KUALITATIF

1. ANALISA PENDAHULUAN

Pemeriksaan pendahuluan dari suatu zat yang akan dianalisa memberikan petunjuk yang sangat penting. Kesimpulan peristiwa yang diamati dari uji sederhana dengan suatu zat asli dapat memudahkan pemeriksaannya.

- a. Analisa organoleptis, yaitu analisa dengan menggunakan panca indera. Analisa ini dapat dilakukan dengan memperhatikan :
 - 1) Bentuk zat : padat, cair, serbuk, kristal, pasta, cream
 - 2) Warna zat : merah, kuning, biru, dll
 - 3) Rasa zat : asin, manis, sepat, menggigit, pedas, dll (jarang dilakukan)
 - 4) Bau zat : spesifik/aromatik menyerupai essence (misal bau melati, karamel), menusuk (con, formalin), bau rambut terbakar menunjukkan adanya protein, dll.
- b. Analisa dengan menggunakan sifat kimia dan fisika
 - 1) Analisa dengan menggunakan sifat kimia, yaitu analisa yang dapat dilakukan dengan memperhatikan : sifat higroskopis, sifat mudah menguap, titik didih dan titik lebur, sifat menyublim (iod), sifat elektrolit.



- 2) Analisa dengan menggunakan sifat fisika, analisa ini dapat dilakukan dengan memperhatikan sifat basa, asam dan netral suatu zat (dapat diketahui dengan menggunakan kertas lakmus atau indicator lainnya) dan sifat kelarutannya.

Catatan :

Pemanasan (sampai 100°C), dilakukan dengan menggunakan cawan penguap, akan diperoleh bau khusus, misalnya :

- Menunjukkan adanya gula/karbohidrat, bau caramel
- Menunjukkan adanya senyawa ammonia, bau ammonia
- Menunjukkan adanya arsen, bau bawang putih
- Menunjukkan adanya senyawa/unsur belerang, bau telur busuk
- Menunjukkan adanya protein, bau rambut terbakar

Pemijaran (lebih dari 400°C)

Dilakukan dengan menggunakan cawan pijar atau oven. Bila pada zat diperoleh sisa, maka zat tersebut adalah zat anorganik dan apabila tidak diperoleh sisa maka zat tersebut seluruhnya terdiri dari zat organik.

Untuk zat sisa, warna zat ketika panas berbeda dengan warna zat pada waktu dingin. Perubahan ini dapat terjadi oleh keluarnya air kristal atau dengan keluarnya air kristal, atau dengan terbentuknya modifikasi.

Contoh perubahan warna zat disertai/disebabkan oleh keluarnya air kristal

Zat	Dingin	Panas	Perub. Lain
$\text{CuSO}_4, 5 \text{H}_2\text{O}$	Biru	Putih (CuSO_4)	-
$\text{NiCl}_2, 6 \text{H}_2\text{O}$	Hijau	Kuning (NiCl_2)	-
$\text{CoCl}_2, \text{H}_2\text{O}$	Merah	Biru (CoCl_2)	-

Contoh perubahan warna zat dengan tidak disertai oleh keluarnya air kristal

Zat	Dingin	Panas	Perub. Lain
ZnO	Putih	Kuning	-
ZnO ₂	Putih kekuningan	Kuning	-
Cr ₂ O ₃	Hijau	Hijau + Hitam	Tidak meleleh
K ₂ CeO ₄	Kuning	Merah tua	Meleleh



Reaksi Nyala

Beberapa logam, khususnya alkali dan alkali tanah, akan memberikan warna khusus dalam nyala Bunsen tidak berwarna, terutama klorida-klorida. Reaksi nyala terjadi adanya pemancaran gelombang sebagai hasil dari pemberian sejumlah energy yang menyebabkan adanya eksitasi energi. Untuk melakukan reaksi ini digunakan kawat nikrom yang sebelumnya telah dibersihkan dengan HCl pekat. Alasan penggunaan kawat nikrom didasarkan pada sifat-sifatnya yaitu tidak mengalami perubahan dan tidak teroksidasi.

Cara :

Celupkan kawat ke dalam HCl pekat, pijarkan, ulangi sampai pemijaran tidak memberikan warna nyala lagi. Kawat yang sudah bersih dicelupkan ke dalam larutan yang diuji dan dipijarkan.

Contoh reaksi nyala beberapa unsur :

Na = kuning

K=ungu

Ba=hijau kekuningan






Sr = merah cermin

Ca=kuning merah

Cu=hijau kebiruan

Asam borat = hijau menyala

Tabel 1. Warna nyala beberapa unsur logam

	Lithium	Natrium	Kalium	Rubidium	Caesium
Warna nyala	merah	orange cemerlang terus menerus	lilac (pink)	merah (lembayung kemerah-merahan)	biru lembayung
					



LAPORAN SEMENTARA

Judul Percobaan :

I. Tujuan :

II. Prinsip :

III. Data Pengamatan ;

A. Analisa Organoleptik

Zat	Bentuk	Warna	Rasa	Bau
CuSO ₄				
NiSO ₄				
FeCl ₃				
CH ₃ COOH				
NH ₃				

B. Analisa Kimia

Zat	Sifat		
	Higroskopis	Menyublim	Menguap
H ₂ C ₂ O ₄			
NaOH			
NH ₃ NO ₃ / CdSO ₄ 8 H ₂ O			
ZnCl ₂			
CdCl ₂			
AgCl ₂			

C. Pemijaran / Pemanasan

Zat	Bentuk Mula Ujud Warna	Perubahan yang Terjadi		
		Setelah dipanaskan	Dingin	Lain-lain
CuSO ₄				
NaCl				
CoCl ₂				
ZnO				
Hgl ₂				



D. Tes Reaksi Nyala :

Na : # K :
Sn²⁺ : # Cu : # Asam Berat :

IV. Kesimpulan :



2. ANALISA SISTEMATIS (REAKSI KIMIA/SPEKIFIK)

Dalam analisa sistematis dikenal dua reaksi :

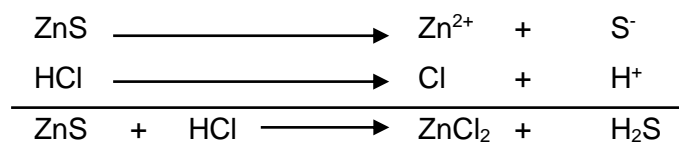
- 1) Reaksi Pemisahan
- 2) Reaksi Pengenalan (Identifikasi)

Reaksi Pemisahan

Ada beberapa konsep yang digunakan dalam reaksi pemisahan ini, yaitu :

- 1) Reaksi pengendapan, yaitu pembentukan zat yang suka laut, misalnya pembentukan endapan AgCl, PbCl₂ dan HgCl.
- 2) Reaksi pembentukan elektroit lemah.

Contoh : pembentukan ZnCl₂ dan ZnS dan HCl



ZnS adalah asam lemah yang reversible dan sukar larut. Dengan menambahkan larutan HCl, Ion S²⁻ dari ZnS akan bergabung dengan Ion H⁺ dari HCl membentuk senyawa H₂S (g). Sebagai akibatnya, konsentrasi S²⁻ dalam system berkurang yang berarti pula harga K_{sp} menjadi turun. Dengan demikian ZnS akan terurai/larut/ menjadi ikatannya.

- 3) Reaksi pembentukkan kompleks
- 4) Reaksi pembentukan redoks

Reaksi Pengenalan (Identifikasi)

Reaksi pengenalan adalah reaksi yang bertujuan untuk lebih meyakinkan hasil yang diperoleh pada analisa sebelumnya. Dalam melakukan reaksi ini digunakan reagen-reagen tertentu, misal : K₂CrO₄, NaOH, amilum, dll. Adapun syarat-syarat baru dipenuhi oleh suatu larutan pengenal adalah sebagai berikut :



- 1) Harus dapat dipercaya —————> telah diuji terlebih dahulu
- 2) Harus khusus/spesifik —————> dapat menghasilkan reaksi yang positif dengan zat yang telah diuji
- 3) Harus sensitive/peka —————> dapat menunjukkan reaksi yang positif walaupun dengan konsentrasi kecil
- 4) Tidak terganggu oleh ion lain (dengan ion yang diperiksa)

Hal-hal yang harus diperhatikan dalam melakukan langkah-langkah analisa kuantitatif adalah :

- 1) Bila zat yang akan dianalisa tersedia dalam bentuk kristal atau bubuk, maka larutan pekat harus diencerkan terlebih dahulu sesuai dengan konsentrasi yang dikehendaki.
- 2) Dalam melakukan setiap reaksi pemisahan, harus dilakukan secara kuantitatif di dalam larutan tidak boleh ada endapan, begitu juga sebaliknya.
- 3) Endapan yang terjadi disetiap pemisahan harus dicuci dengan aquadest beberapa kali.
- 4) Air cucian yang disatukan dengan filtrat yang diperoleh pada reaksi pemisahan bila jumlahnya terlalu besar, uapkan sampai volumenya menjadi 20-30 ml agar konsentrasi larutan menjadi lebih besar.
- 5) Bekerjalan dengan alat-alat yang benar-benar bersih agar tidak terganggu jalannya analisa.

B. ANALISA SISTEMATIK PADA KATION

Kation-kation diklasifikasikan dalam lima golongan berdasarkan sifat-sifat kation terhadap beberapa reagensia.

Reagensia golongan yang dipakai untuk klasifikasi kation yang umum adalah HCl, H₂S, (NH₄)CO₃, (NH₄)₂S. Klasifikasi ini berdasarkan atas apakah suatu kation bereaksi dengan reagens dengan membentuk endapan atau tidak. Dapat dikatakan bahwa klasifikasi kation yang paling umum adalah berdasarkan atas perbedaan kelarutan dari klorida, sulfide dan karbonat dari kation tersebut.



Kelima golongan kation dan ciri-ciri khas golongan ini adalah sebagai berikut :

- Golongan I : Terdiri dari Hg^{2+} , Pb^{2+} dan Ag^+ . Terendapkan dengan HCl encer
- Golongan II : Terdiri dari Cu^{2+} , Bi^{3+} , CD^{2+} (Gol. IIA) dan As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} (Gol. IIB) merupakan senyawa-senyawa yang mengendap sebagai sulfide.
- Golongan III : Terdiri Fe^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} (Gol. IIIA) dan Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} (Gol.IIIB) terendapkan dengan $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$, $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.
- Golongan IV : Terdiri dari Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , terendapkan dengan $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$ dan $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.
- Golongan V : Terdiri dari Na^+ , K^+ , dan Mg^{2+} dan NH_4^+ . Kation yang tidak bereaksi dengan reagen-reagen golongan kation sebelumnya.



ANALISA KATION GOLONGAN I

A. Dasar

Analisa golongan I sering disebut juga dengan “analisa golongan khlorida”. Merupakan golongan kation yang membentuk senyawa khlorida yang sukar larut dalam air dingin dan asam kuat encer. Yang perlu diperhatikan bahwa dalam setiap percobaan, urutan pemberian reaksi harus seperti yang tertera. Jika pemberian dilakukan tidak sesuai dengan prosedur maka kation yang dicari kemungkinan besar akan sulit ditemukan.

B. Alat dan Bahan

- | | | |
|----------------------------|--------------|----------------|
| - Tabung reaksi dan raknya | - K_2CrO_4 | - Na_2CO_3 |
| - Pipet tetes | - KI | - KCN |
| | - H_2SO_4 | - H_2S / HCl |

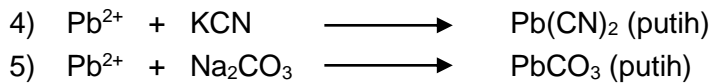
C. Cara Kerja

- 1) Larutkan zat yang akan dianalisa
- 2) Tambahkan larutan HCl 6 M tetes demi tetes sampai terbentuk endapan $PbCl_2$ dan $HgCl$
- 3) Endapan dipisahkan dari filtratnya dengan menggunakan kertas saring yang telah dibasahi dengan aquadest
- 4) Gunakan endapan untuk pemeriksaan dan filtratnya disimpan untuk analisa golongan berikutnya. Cuci endapan dengan HCl encer agar zat yang belum mengendap akan mengendap
- 5) Tambahkan air panas pada endapan, kemudian disaring dengan cepat. Gunakan filtrat untuk mengidentifikasi Pb^{2+} .
- 6) Endapan yang diperoleh pada langkah (e) ditambahkan dengan ammonia 4 N, Gunakan endapan untuk mengidentifikasi Hg_2^{2+} , sebelum dilakukan identifikasi dengan Hg_2^{2+} , terlebih dahulu endapan dilarutkan dengan menambahkan aquaregia (campuran HCl pekat dengan HNO_3 pekat dengan perbandingan 3 : 1)

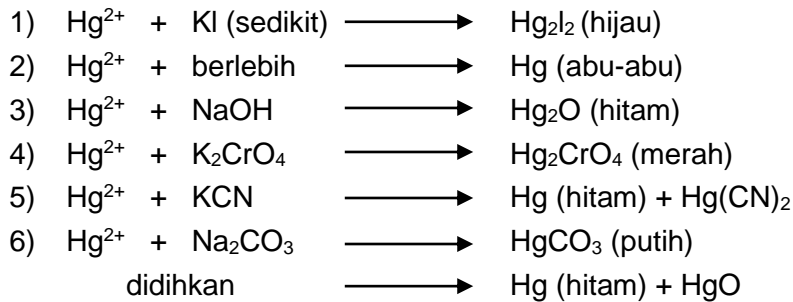
D. Reaksi Identifikasi

Kation Pb^{2+}

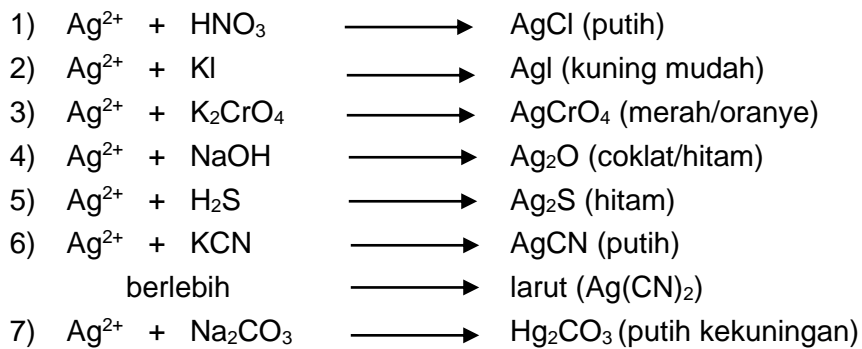
- 1) $Pb^{2+} + K_2CrO_4 \longrightarrow PbCrO_4$ (kuning)
- 2) $Pb^{2+} + KI \longrightarrow PbI_2$ (kuning kontras)
- 3) $Pb^{2+} + H_2SO_4 \longrightarrow PbSO_4$ (putih)



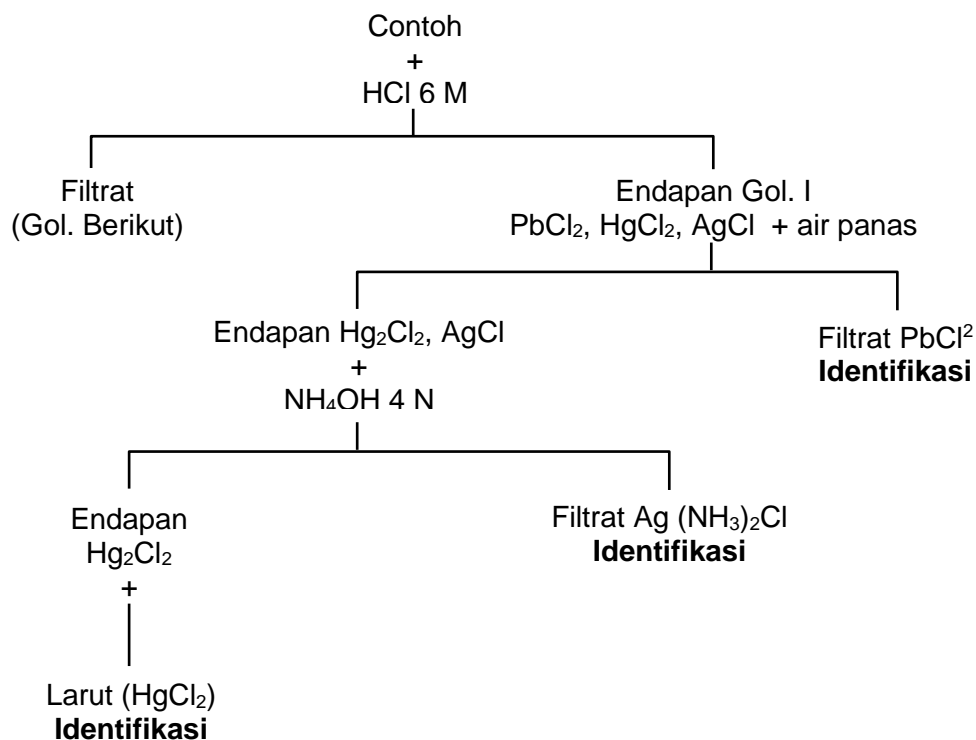
Kation Hg^{2+}



Kation Ag^+



E. Skema Pemisahan Kation Golongan I





LAPORAN SEMENTARA

Judul Percobaan :

I. Tujuan :

II. Prinsip :

III. Data Pengamatan ;

1) Identifikasi Pb^{2+}

2) Identifikasi Hg^{2+}

3) Identifikasi Ag^{2+}

IV. Kesimpulan :



ANALISA KATION GOLONGAN II

A. Dasar

Analisa kation golongan II dilakukan terhadap filtrat yang diperoleh pada pemisahan golongan I. Kation golongan II ini terdiri atas : Hg^{2+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} , Cd^{2+} , As, Sb dan Sn^{4+} . Mengendap dengan sulfide (H_2S) membentuk senyawa-senyawa sebagai berikut : HgS , CuS , Bi_2S_3 , CdS , As_2S_3 , Sb_2S_3 , As_2S_5 dan SnS .

Dalam mengerjakan analisa sistematis golongan II ini, ion-ion Pb dari golongan I masih kita temukan, disebabkan oleh kelarutan PbCl_2 yang relatif tinggi. Pada reaksi pengendapan dengan H_2S , Pb akan turut mengendap membentuk senyawa PbS .

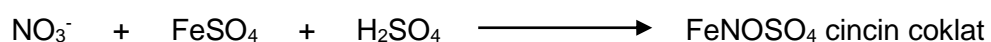
Beberapa hal yang perlu dilakukan sebelum melakukan analisa :

- a. Memeriksa apakah dalam zat yang akan dianalisa masih terdapat anion-anion oksidator seperti MnO_4^- , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, NO_3^- , dll. Anion-anion ini perlu dihilangkan, karena dapat menimbulkan hal-hal sebagai berikut :
 - 1) S^{2-} dari H_2S yang bertugas mengendapkan kation-kation golongan II akan dioksidasi menjadi sulfur, sehingga kation-kation ini tidak mengendap.
 - 2) Menurunkan derajat keasaman
 - 3) Jika filtrat terdapat sulfit, maka akan dioksidasi menjadi sulfat
- b. Memeriksa konsentrasi H^+ (pH) zat yang akan dianalisa.

Konsentrasi ion H zat yang akan dianalisa harus sama dengan 0.3 M atau pH 3 (dapat diketahui dengan menggunakan indikator universal). Hal ini penting sebab :

 - 1) Jika pH lebih besar dari 3, maka Sn yang seharusnya mengendap akan larut
 - 2) Jika pH kurang dari 3, maka Fe dan Sn akan mengendap

Untuk mengetahui adanya anion oksidator ini, dapat digunakan reagen tertentu atau dengan memeriksa warna zat yang akan dianalisa. Misalnya untuk mengetahui apakah suatu sampel mengandung anion nitrat atau tidak kita dapat menggunakan larutan FeSO_4 dan H_2SO_4 . Bila terbentuk cincin coklat menunjukkan bahwa contoh positif mengandung ion nitrat, menurut persamaan reaksi :



Anion nitrat ini dapat dihilangkan dengan cara dipanaskan demikian juga dengan ClO_3^- .



Untuk anion-anion berwarna, dapat diketahui dengan memeriksa warnanya. Contohnya seperti warna ungu menunjukkan adanya ion permanganat, warna jingga adanya anion dikromat. Kedua anion yang dicontohkan dapat dihilangkan dengan menambahkan alcohol dalam suasana asam.

B. Alat dan Bahan

- Tabung reaksi dan raknya
- Pipet tetes
- Pereaksi yang terdapat dalam cara kerja

C. Cara Kerja

- 1) Filtrat yang berasal dari golongan I ditambahkan larutan HCl 0.2 M, kemudian dialiri gas H_2S . Fungsi penambahan asam untuk menghindari golongan III mengendap.
- 2) Pisahkan endapan yang terjadi dari filtratnya dengan kertas saring yang telah dibasahi dengan aquades, kemudian cuci dengan aquades dan HCl encer. Gunakan endapan untuk pemeriksaan golongan II dan filtratnya disimpan untuk pemeriksaan golongan berikut.
- 3) Tambahkan larutan $(NH_4S)_2S$ pada endapan As, Sb dan Sn (gol. As) akan larut membentuk senyawa kompleks, sedangkan kation sisanya (gol. Cu) tetap tinggal sebagai endapan. Beri nama filtrat 1 dan endapan 1 untuk masing-masing filtrat dan endapan yang terjadi.

Catatan : $(NH_4S)_2S$ yang digunakan harus baru yang dibuat dari $((NH_4OH + H_2S))$.

Fungsi dari penambahan ini adalah untuk menggunakan S^{2-} sebagai indikator.

- 1) Asamkan filtrat 1 dengan HCl encer, kemudian tambahkan HCl pekat. As akan mengendap sebagai As_2S_3 , sedangkan Sb dan Sn dalam bentuk filtrat.
- 2) Pisahkan endapan As_2S_3 dari filtratnya (Sb dan Sn), kemudian larutkan dengan pelarut yang sesuai (mis : alkali hidroksida). Lakukan identifikasi terhadap As.
- 3) Untuk Sb dan Sn filtrat dipanaskan sampai semua gas H_2S nya habis (menggunakan kertas saring yang telah dibasahi Pb asetat), filtrat dibagi 2 untuk identifikasi Sb dan Sn.



- 4) Endapan 1 dicuci dengan aquades kemudian dialiri gas H_2S , tambahkan larutan asam nitrat encer dan panaskan sampai suhu 80°C . Hg akan mengendap sebagai $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ sedangkan Cu, Cd, Bi dan Pb dalam bentuk filtrat.
- 5) Pisahkan endapan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, dari filtratnya kemudian larutkan dengan pelarut yang sesuai. Lakukan identifikasi Hg seperti terhadap Hg^{2+} .
- 6) Untuk filtrat yang mengandung Cu, Cd, Bi dan Pb tambahkan larutan H_2SO_4 . Pb mengendap membentuk senyawa PbSO_4 , sedangkan kation lainnya sebagai filtrat.
- 7) Pisahkan endapan tersebut dari filtratnya, kemudian larutkan dengan pelarut yang sesuai. Lakukan identifikasi seperti pada pemeriksaan gol. I.
- 8) Tambahkan larutan NH_4OH pada filtrat yang mengandung Cu, Cd, Bi. Bi menengendap membentuk kompleks tidak stabil dari $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ dan $\text{Cd}(\text{NH}_3)_4^{2+}$.
- 9) Pisahkan endapan $\text{Bi}(\text{OH})_3$ dari kompleks Cu dan Cd. Larutkan dengan pelarut yang sesuai. Lakukan identifikasi.
- 10) Untuk kompleks Cu dan Cd yang tidak stabil, tambahkan larutan KCN agar terbentuk kompleks stabil dari $\text{Cu}(\text{CN})_4^{2-}$ dan $\text{Cd}(\text{CN})_4^{2-}$. Bagilah filtrat menjadi 2 bagian untuk pemeriksaan Cu dan Cd.

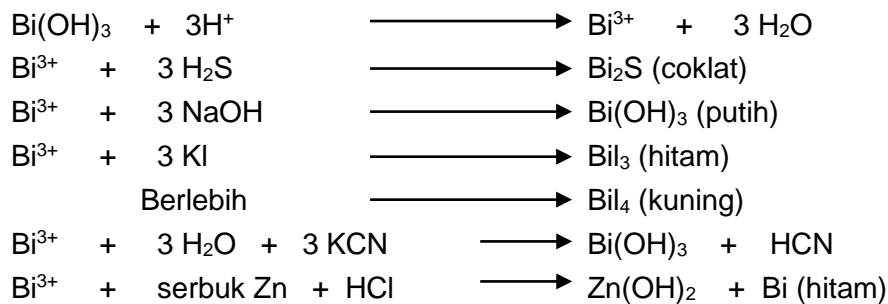
D. Reaksi Identifikasi

Kation Sb^{3+}

- 1) Jadikan larutan tepat basa dengan larutan NH_3 encer dan tambahkan 1-2 gram kristal oksalat. Didihkan dan alirkan gas H_2S selama 1 menit ke dalamnya, maka terbentuk sindur merah/jingga dari Sb_2S_3 . Pada penambahan asam oksalat padat dan NH_3 , Sn^{4+} membentuk trioksaaitostanat yang tidak menghasilkan endapan dengan gas H_2S .
- 2) Tambahkan logam deret volta (con : Fe) untuk mereduksi Sb^{3+} menjadi Sb (hitam). Keping hitam logam Sb dilarutkan dengan aquaregia, kemudian identifikasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ (10%) akan menjadi Sb_2OS_2 .

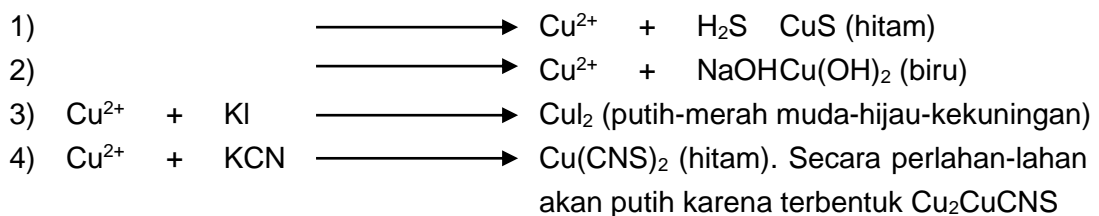
Kation Pb^{3+} : sama seperti pemeriksaan gol. I

Kation Bi^{3+} : sebelum reaksi identifikasi, endapan $\text{Bi}(\text{OH})_3$ dilarutkan dalam suasana asam.

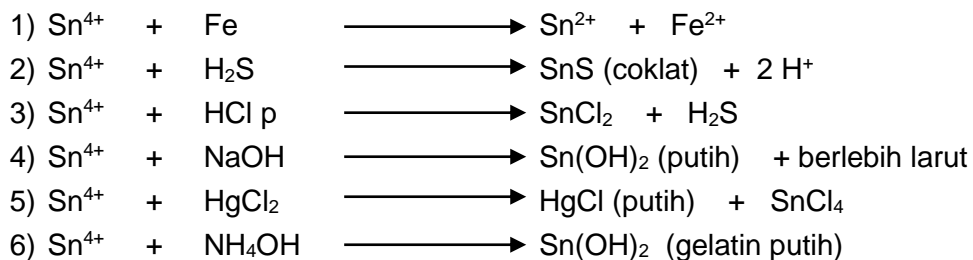


Kation Hg²⁺ : sama seperti pemeriksaan gol. I

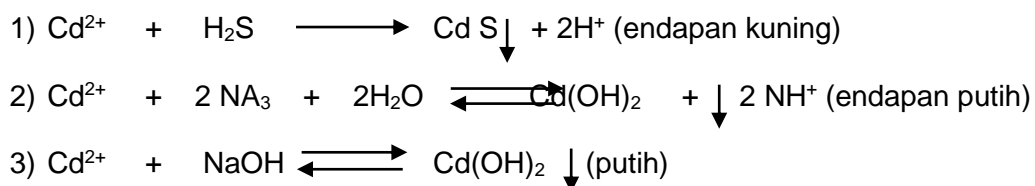
Kation Cu²⁺



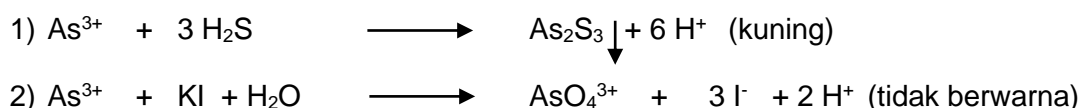
Kation Sn²⁺



Kation Cd²⁺ : tidak berwarna

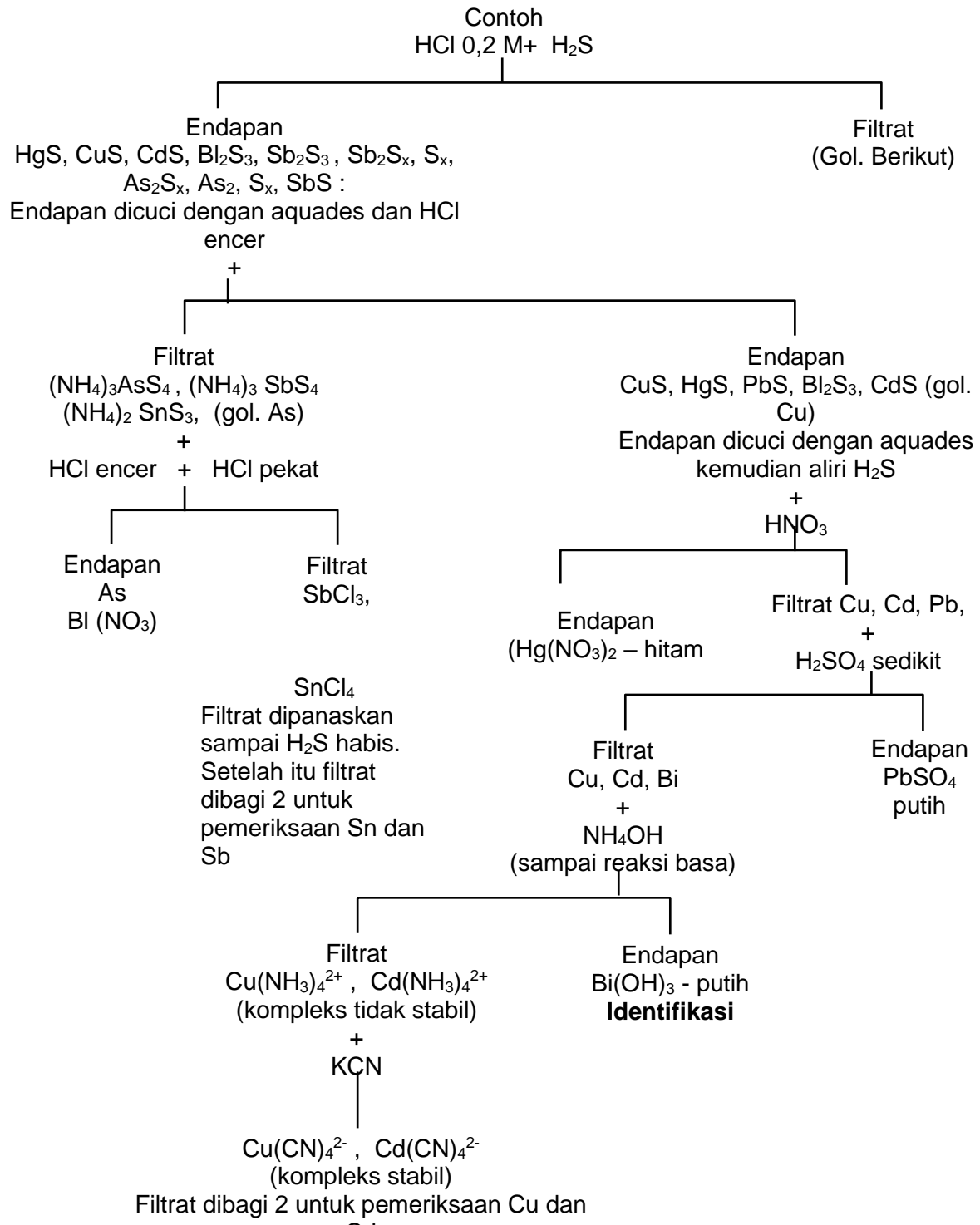


Kation As³⁺





E. Skema Pemisahan Kation Golongan II





LAPORAN SEMENTARA

Judul Percobaan :

I. Tujuan :

II. Prinsip :

III. Data Pengamatan ;

1) Identifikasi Hg^{2+}

2) Identifikasi Cu^{2+}

3) Identifikasi Pb^{2+}

4) Identifikasi Sn^{2+}

5) Identifikasi Cd^{2+}

6) Identifikasi Ag^{2+}

IV. Kesimpulan :



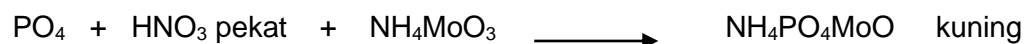
ANALISA KATION GOLONGAN III

A. Pendahuluan

Kation golongan III yang terdiri dari Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Al^{2+} dan Cr^{3+} akan mengendap bila ditambahkan buffer salmiak yaitu campuran ($\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$) dan $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.

Apabila contoh yang akan dianalisa gol. II, maka hal-hal yang perlu diperhatikan sebelum melakukan analisa golongan III adalah :

- Filtrat yang berasal dari gol. II dibebaskan dari gas H_2S dengan cara dipanaskan. Timbulnya bau khas seperti bau busuk atau bercak hitam (PbS) pada kertas saring yang dibasahi dengan pb-asetat menandakan adanya H_2S .
- Filtrat harus bebas dari ion fosfat karena ion tersebut dapat mengendapkan golongan III. Untuk menyelidiki adanya ion fosfat adalah dengan menambahkan larutan ammonium molibdat. Jika terbentuk endapan kuning maka menandakan adanya ion fosfat.



Cara memisahkan ion fosfat dari filtrat yaitu dengan menambahkan larutan HCl encer kemudian dipanaskan hingga mendidih. Setelah itu ditambahkan Sn_4Cl Jika terbentuk endapan hijau, kemungkinan ion PO_4^{3-} ada (endapan hijau juga dapat menandakan adanya ion Cr^{3+}).



Untuk mengetahui apakah endapan mengandung Cr^{3+} , panaskan endapan dan tambahkan NaOH, dinginkan kemudian tambahkan H_2O_2 dan $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}$. Jika terbentuk endapan biru, ion Cr^{3+} ada. Sn_4Cl yang mungkin tersisa pada filtrat dipisahkan dengan jalan menambahkan HCl encer dan H_2S . Sisa H_2S dihilangkan dengan jalan dipanaskan.



- Jika Filtrat mengandung ion Fe^{2+} , oksidasikan menjadi Fe^{3+} dengan jalan menambahkan H_2O_2 atau air brom. Kelebihan H_2O_2 (oksidator) harus dihilangkan karena dapat mengoksidasikan Mn^{2+} menjadi Mn^{4+} yaitu dengan pemanasan.



F. Cara Kerja

- Sampel ditambahkan buffer salmiak sehingga reaksi alkalis (pH 8-9) yang dapat dicek dengan kertas lakmus.
- Tambahkan $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, kation golongan III akan mengendap sebagai CoS , NiS dan MnS , $\text{Al}(\text{OH})_3$ dan $\text{Cr}(\text{OH})_3$ berupa endapan amfoter.
- Endapan disaring, gunakan untuk analisa golongan III.
- Endapan yang dihasilkan dicuci dengan aquades dan ditambahkan HCl pekat, ion Co dan Ni mengendap (CoS , NiS) sedangkan ion-ion lainnya larut.
- Endapan dilarutkan dengan aquaregia lalu ditambahkan NH_4OH hingga reaksinya alkalis. Larutan dibagi dua untuk identifikasi Zn.
- Filtrat di atas ditambah H_2O_2 dan NH_4OH . Maka Al, Fe, Mn dan Cr mengendap sebagai senyawa hidroksida, Mn sebagai MnO . Sedangkan Zn larut membentuk senyawa kompleks $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{2+}$. Lakukan identifikasi Zn.
- Endapan ditambahkan H_2O_2 ($\text{Cr}^{3+} \longrightarrow \text{Cr}^{5+}$) dan NaOH. Fe dan Mn mengendap sebagai $\text{Fe}(\text{OH})_3$ dan MnO_2 , Al dan Cr larut membentuk $[\text{Al}(\text{OH})_4]$ dan CrO_4^{2-} .
- Untuk filtrat yang mengandung AlO_2^- dan CrO_4^{2-} ditambahkan asam asetat. Filtrat dibagi untuk pemeriksaan Al dan Cr.
- Endapan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ dan MnO_2 ditambahkan HCl pekat absolut sehingga larut. Larutan dibagi dua untuk pemeriksaan Fe dan Mn.

G. Reaksi Identifikasi

Kation Co



- 1) $\text{Co}^{2+} + \text{Cl}^- + \text{NaOH} \longrightarrow \text{Co}(\text{OH})\text{Cl}$ biru
- 2) $\text{Co}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{S} \longrightarrow \text{CoS}$ hitam
- 3) $\text{Co}^{2+} + \text{KCN} \longrightarrow \text{Co}(\text{CN})_2$ coklat kemerahan yang larut dalam reagen berlebihan
 $\text{Co}(\text{CN})_2 + \text{KCN} \longrightarrow [\text{Co}(\text{CN})_6]^{4-}$
- 4) $\text{Co}^{2+} + \text{KNO}_3 + \text{H}^+ \longrightarrow \text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ kuning + NO + H_2O
- 5) $\text{Co}^{2+} + \text{K}_2\text{CrO}_4 \longrightarrow \text{CoCrO}_4 \cdot \text{CoOH}_2\text{O}$ merah kecoklatan

Kation Cr



- 1) $\text{Cr}^{3+} + \text{NH}_4\text{OH} \longrightarrow \text{Cr}(\text{OH})_3$ abu-abu hijau + NH_4^+
- 2) $\text{Cr}(\text{OH})_3 + \text{NH}_3 \longrightarrow [\text{Cr}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ lembayung (pink) + OH^-



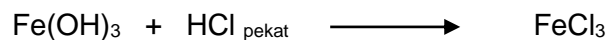
- 3) $\text{Cr}^{3+} + \text{NaOH} \longrightarrow \text{Cr(OH)}_3$ endapan larut dalam reagen berlebih $[\text{Cr(OH)}_4]$
- 4) $\text{Cr}^{3+} + \text{Na}_2\text{CO}_3 \longrightarrow \text{Cr(OH)}_3 + \text{CO}_2$
- 5) $\text{Cr}^{3+} + (\text{NH}_4)_2\text{S} \longrightarrow \text{Cr(OH)}_3 + \text{H}_2\text{S}$
- 6) $\text{Cr}^{3+} + \text{Na}_2\text{HPO}_4 \longrightarrow \text{CrPO}_4$ hijau + H^+
- 7) $\text{Cr}^{3+} + \text{BaCl}_2 \longrightarrow \text{BaCrO}_4$ kuning

Kation Al



- 1) $\text{Al}^{3+} + \text{NH}_4\text{OH} \longrightarrow \text{Al(OH)}_3$ gelatin putih + 3NH_3
- 2) $\text{Al}^{3+} + \text{NaOH} \longrightarrow \text{Al(OH)}_3$ gelatin putih endapan larut dalam reagen berlebihan $[\text{Al(OH)}_4]^-$
- 3) $\text{Al}^{3+} + \text{Na}_2\text{CO}_3 \longrightarrow \text{Al(OH)}_3 + \text{CO}_2$
- 4) $\text{Al}^{3+} + (\text{NH}_4)_2\text{S} \longrightarrow \text{Al(OH)}_3 + \text{H}_2\text{S}$
- 5) $\text{Al}^{3+} + \text{Na}_2\text{HPO}_4 \longrightarrow \text{AlPO}_4$ putih + H^+
- 6) $\text{Al}^{3+} + \text{CH}_3\text{COONa} \longrightarrow \text{Al(OH)}_2\text{CH}_3\text{COO}$ putih + CH_3COOH

Kation Fe



- 1) $\text{Fe}^{2+} + \text{NH}_4\text{OH} \longrightarrow \text{Fe(OH)}_3$ coklat merah + NH_4^+
- 2) $\text{Fe}^{2+} + \text{NaOH} \longrightarrow \text{Fe(OH)}_3$ coklat merah
- 3) $\text{Fe}^{2+} + \text{H}_2\text{S} \longrightarrow \text{Fe}^{2+} + \text{H}^+ \text{ S}$ putih susu
- 4) $\text{Fe}^{2+} + \text{KCN} \longrightarrow \text{Fe(CN)}_2$ coklat kemerahan endapan larut dalam reagen lebih
- 5) $\text{Fe}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{S} \longrightarrow \text{FeS}$ hitam + S
- 6) $\text{Fe}^{2+} + \text{K}_4[\text{Fe(CN)}_6]_3 \longrightarrow \text{Fe}_4[\text{Fe(CN)}_6]_3$ biru tua
- 7) $\text{Fe}^{2+} + \text{K}_3[\text{Fe(CN)}_6]_3 \longrightarrow \text{Fe}_4[\text{Fe(CN)}_6]_3$ coklat
- 8) $\text{Fe}^{2+} + \text{NaHPO}_4 \longrightarrow \text{FePO}_4$ putih kekuningan + H^+

Kation Mn^{2+}



- 1) $\text{Mn}^{2+} + 2 \text{NaOH} \longrightarrow \text{Mn(OH)}_2$ putih
 $\text{Mn(OH)}_2 + \text{O}_2 (\text{udara}) + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Mn(OH)}_2$ coklat + 2OH^-
 $\text{Mn(OH)}_2 + \text{H}_2\text{O}_2 \longrightarrow \text{Mn(OH)}_2$ coklat + H_2O
- 2) $\text{Mn}^{2+} + 2 \text{NH}_3 + 2 \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Mn(OH)}_2$ putih + 2NH_4^+
- 3) $\text{Mn}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{S} \longrightarrow \text{MnS}$ merah jambu
 $\text{MnS} + 2 \text{H}^+ \longrightarrow \text{Mn}^{2+} + \text{H}_2\text{S}$



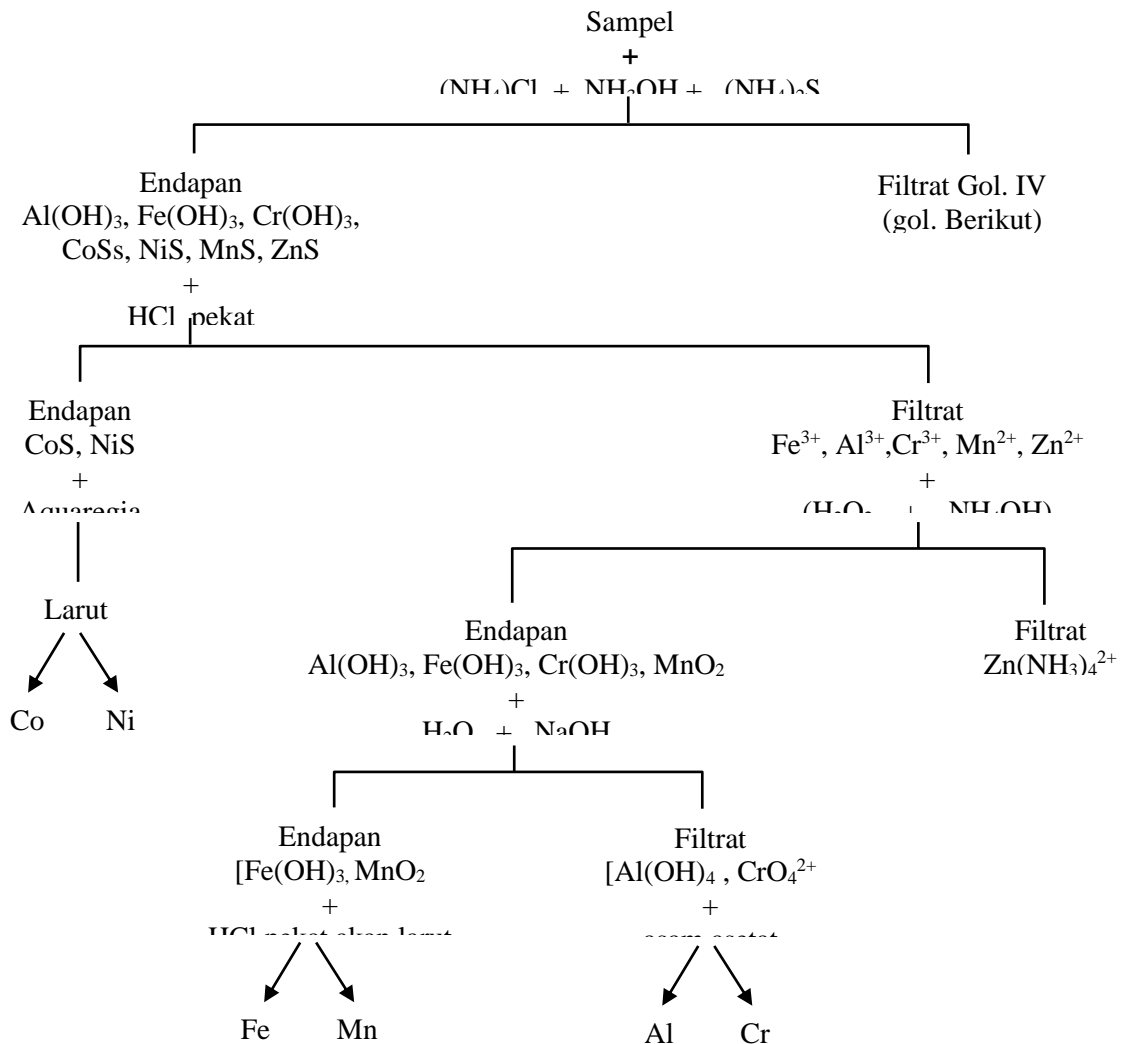
Kation Zn

- $Zn^{2+} + 2 NaOH \longrightarrow Zn(OH)_2$ gelatin putih endapan larut dalam reagensia berlebih dan asam : $Zn(OH)_2 + 2 H^+ \longrightarrow Zn^{2+} + 2 H_2O$
 $Zn(OH)_2 + 2OH^- \longrightarrow [Zn(OH)_4]^{2-}$
- $Zn^{2+} + H_2S \longrightarrow ZnS$ putih + $2H^+$ pengendapan persil
- $Zn^{2+} + 2 Na_2HPO_4 \longrightarrow Zn_3(PO)_4$ putih (gelatin) + H^+
 $Zn^{2+} + NH_4^+ + HPO_4^{2-} \longrightarrow Zn(NH_4)PO_4 + H^+$
Kedua endapan larut dalam asam encer dan ammonia
- $Zn^{2+} + (NH_4)_2S \longrightarrow ZnS$ putih

Kation Ni²⁺ : (hijau)

- $Ni^{2+} + 2 OH \longrightarrow Ni(OH)_2 \downarrow$ (hijau)
- $Ni^{2+} + KCN \longrightarrow Ni(CN)_2 \downarrow$ (hijau)

➤ Skema Pemeriksaan Kation Golongan III





LAPORAN SEMENTARA

Judul Percobaan :

I. Tujuan :

II. Prinsip :

III. Data Pengamatan ;

1) Identifikasi Zn^{2+}

2) Identifikasi Fe^{3+}

3) Identifikasi Cr^{2+}

4) Identifikasi Co^{2+}

5) Identifikasi Al^{3+}

6) Identifikasi Ni^{2+}

7) Identifikasi Mn^{2+}

IV. Kesimpulan :



ANALISA KATION GOLONGAN IV & V

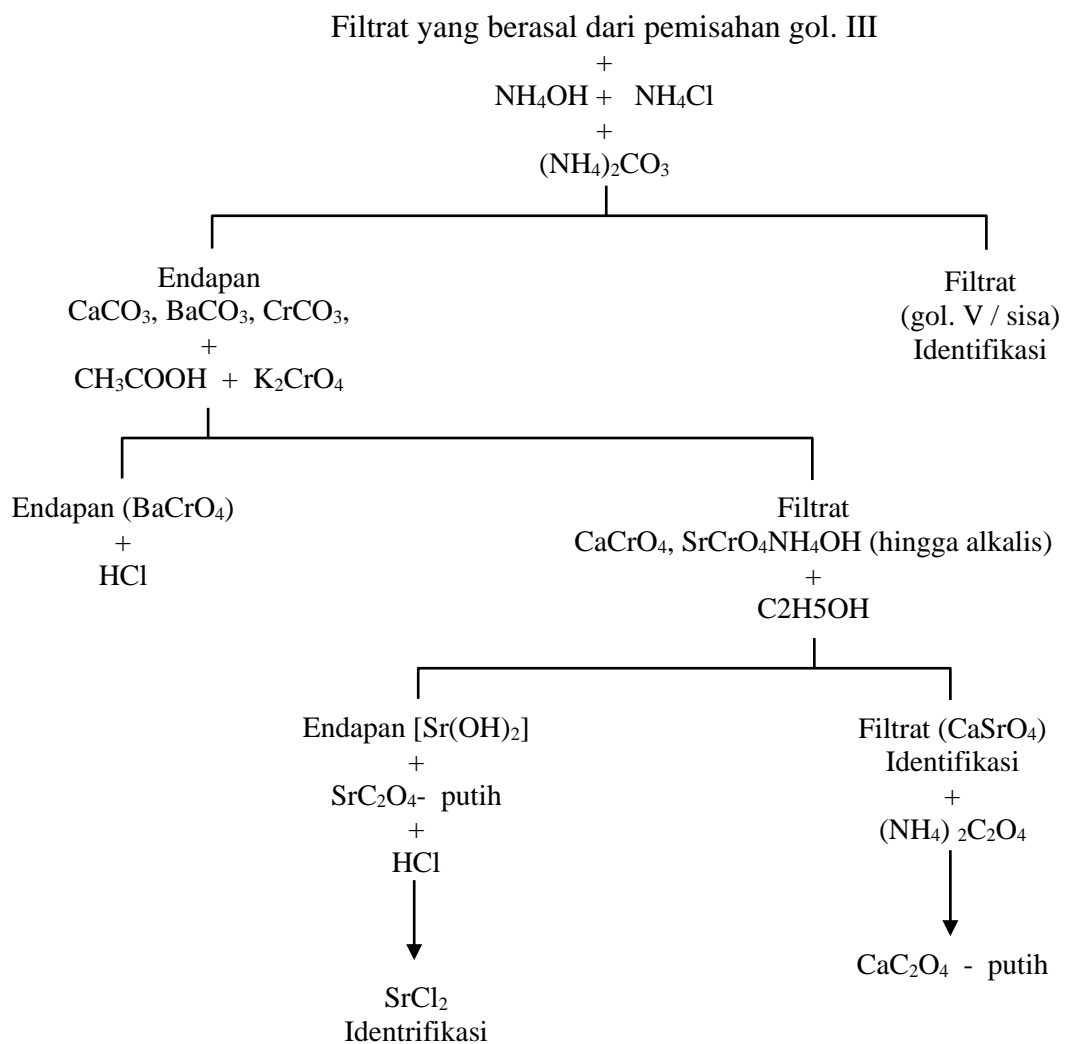
➤ Pendahuluan

Kation yang termasuk pada golongan ini adalah Ca^{2+} , Ba^{2+} dan Sr^{2+} . Dipisahkan dari golongan V dengan menambahkan buffer salmiak dan $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.

Fungsi penambahan buffer salmiak adalah untuk mengatur perubahan pH dan mengurangi ion OH sehingga Mg (gol. V) tidak mengendap sebagai MgCO_3 , sedangkan fungsi dari $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ adalah untuk mengendapkan kation-kation golongan IV.

Penambahan $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ harus dilakukan setetes demi setetes, sebab jika berlebih Mg (gol V) akan mengendap, jika kurang Ca tidak akan mengendap.

➤ Cara Kerja





➤ **Reaksi Identifikasi**

Kation Ba²⁺



- 1) $\text{Ba}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \longrightarrow \text{BaCO}_3$ putih
- 2) $\text{Ba}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \longrightarrow \text{Ba}(\text{COO}_2)_2$ putih
- 3) $\text{Ba}^{2+} + \text{H}_2\text{SO}_4 \longrightarrow \text{BaSO}_4$ putih
- 4) $\text{Ba}^{2+} + \text{CaSO}_4 \text{ jenuh} \longrightarrow \text{BaSO}_4$ putih
- 5) $\text{Ba}^{2+} + \text{K}_2\text{CrO}_4 \longrightarrow \text{BaCrO}_4$ kuning
- 6) Reaksi nyala hijau

Kation Sr

$\text{Sr}(\text{OH})_2 + (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \longrightarrow \text{SrC}_2\text{O}_4$ putih (jika dipanaskan akan membesar)



- 1) $\text{Sr}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \longrightarrow \text{SrCO}_3$ putih
- 2) $\text{Sr}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \longrightarrow \text{Sr}(\text{COO}_2)_2$ putih
- 3) $\text{Sr}^{2+} + \text{HSO}_4 \longrightarrow \text{SrSO}_4$ putih
- 4) $\text{Sr}^{2+} + \text{CaSO}_4 \longrightarrow \text{SrSO}_4$ putih
- 5) $\text{Ba}^{2+} + \text{KCrO}_4 \longrightarrow \text{SrCrO}$ kuning
- 6) Reaksi nyala : Merah karmin

Kation Ca

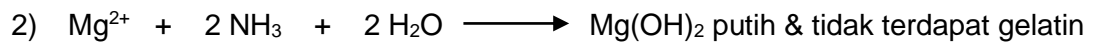
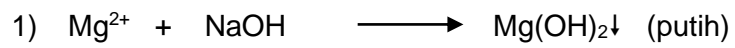
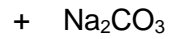
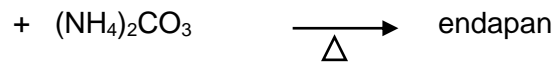
- 1) $\text{Ca}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \longrightarrow \text{Ca CO}_3$ amorf putih
- 2) $\text{Ca}^{2+} + (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \longrightarrow \text{Ca}(\text{COO}_2)_2$ putih
- 3) $\text{Ca}^{2+} + \text{HSO}_4 \longrightarrow \text{CaSO}_4$ putih
- 4) $\text{Ca}^{2+} + \text{BaF} \longrightarrow \text{CaF}_2$ putih
- 5) $\text{Ca}^{2+} + \text{KFe}(\text{CN}) \longrightarrow \text{K}_2\text{CaFe}(\text{CN})_6$ kuning
- 6) Reaksi nyala : merah bata

Catatan :

BaCrO mengendap lebih dulu dari Ca²⁺ dan Sr²⁺ karena mempunyai harga Ksp yang terkecil



Kation Mg





LAPORAN SEMENTARA

Judul Percobaan :

I. Tujuan :

II. Prinsip :

III. Data Pengamatan ;

1. Identifikasi Ba^{2+}

2. Identifikasi Sr^{3+}

3. Identifikasi Ca^{2+}

4. Identifikasi Mg^{2+}

IV. Kesimpulan :



ANALISA ANION

➤ Pendahuluan

Sebagaimana analisa kation melalui pemisahan golongan, analisa anion juga melalui pemisahan yang sesuai dengan sifat-sifat anion. Anion dapat digolongkan sebagai berikut :

1) Anion Pengoksidasi

- Yang termasuk anion pengoksidasi adalah ClO_4^- , ClO_3^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, IO_3^- dan lain-lain.
- Sampel + Na_2CO_3 (jenuh) lalu dipanaskan selama 10 menit kemudian filtrat tambahkan dengan HCl pekat dan MnCl_2 . Apabila warna sample berubah menjadi hitam atau coklat berarti sample tersebut mengandung anion pengoksidasi.

2) Anion Pereduksi

- Yang termasuk anion pereduksi adalah S^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_3^{2-} , Cl^- , CNS^- , CN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$.
- Sampel dialkalisikan dengan Na_2CO_3 kemudian filtrat diasamkan dengan asam sulfat encer dan dioksidasikan dengan kalium permanganate, jika warna ungu hilang berarti sample tersebut mengandung anion pereduksi.

➤ Alat dan Bahan

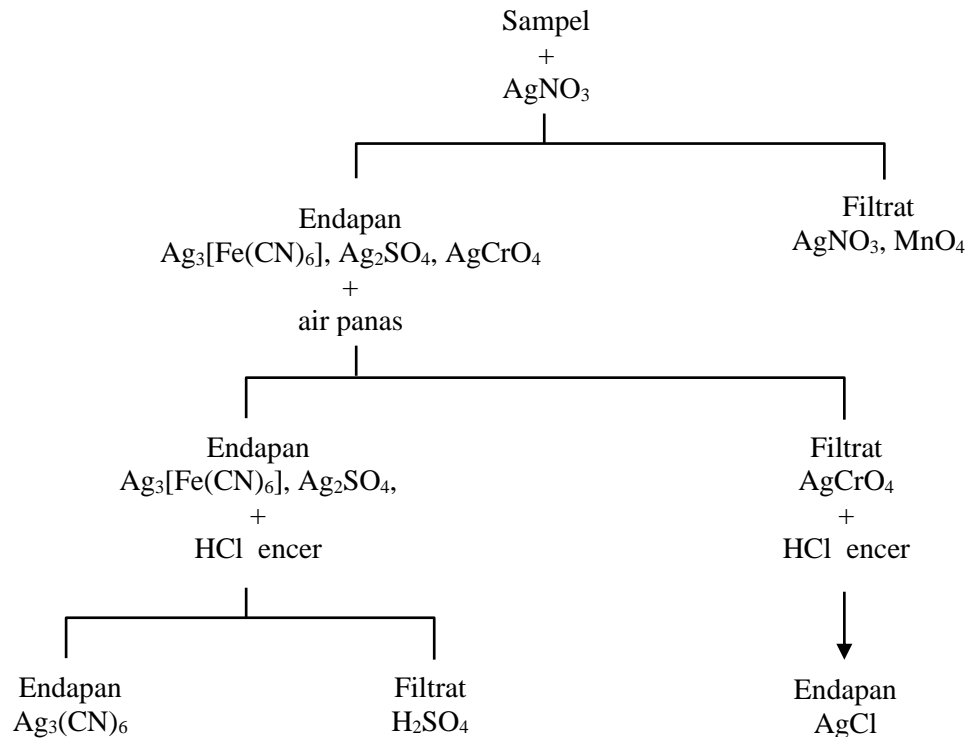
- AgNO_3 , FeSO_4 , H_2SO_4 , NH_4OH , NaOH , NaNO_3 , HCl encer, BaCl_2 .
- $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, FeCl_3 , CuSO_4 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{Ba}(\text{OH})_2$.
- Rak tabung pereaksi , tabung pereaksi, pipet tetes.

➤ Cara Kerja

- Lakukan test anion pengoksidasi atau pereduksi
- Analisa anion sebagai berikut :

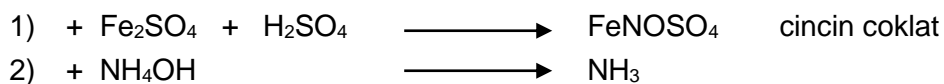


➤ **Skema Pemeriksaan Anion**

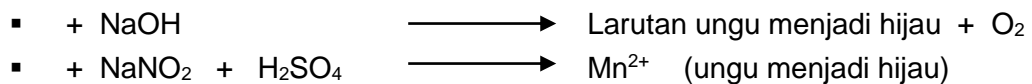


➤ **Identifikasi Anion Pengoksidasi**

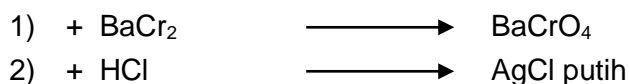
▪ **Identifikasi Nitrat**



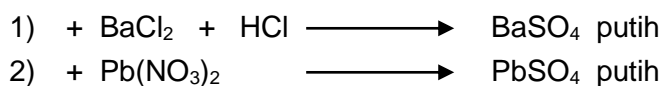
▪ **Identifikasi Permanganat**



▪ **Identifikasi Kromat**



▪ **Identifikasi Sulfat**





▪ **Identifikasi Ferisianida**

- 1) + FeCl_3 \longrightarrow $\text{Fe}[\text{Fe}(\text{CN}_6)]$ biru
- 2) + CuSO_4 \longrightarrow $\text{Cu}_3[\text{Fe}(\text{CN}_6)]_2$ coklat

▪ **Identifikasi Karbonat**

- 1) + HCl encer \longrightarrow CO_2 berbuih + H_2O
- 2) + $\text{Ca}(\text{OH})_2$ \longrightarrow CaCO_3 + H_2O
- 3) + $\text{Ba}(\text{OH})_2$ \longrightarrow BaCO_3 + H_2O

▪ **Identifikasi Asam Cuka**

- 1) Dengan bau cuka
- 2) + H_2SO_4 encer \longrightarrow CH_3COOH bau cuka
- 3) + FeCl_2 \longrightarrow Larutan merah tua

▪ **Identifikasi Mg^{2+}**

- 1) + OH \longrightarrow $\text{Mg}(\text{OH})_2$ putih
NaOH
- 2) + 2NH_3 + $2 \text{H}_2\text{O}$ \longrightarrow $\text{Mg}(\text{OH})_2$ putih seperti gelatin



LAPORAN SEMENTARA

Judul Percobaan :

I. Tujuan :

II. Prinsip :

III. Data Pengamatan :

1. Identifikasi SO_4^{2+} :

2. Identifikasi Cr_2O_4 :

3. Identifikasi MnO_4 :

4. Identifikasi NO_3 :

5. Identifikasi CO_3 :

6. Identifikasi CH_3COO :

7. Identifikasi $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$:

IV. Kesimpulan :



Bagian II
Kimia Analisis Kuantitatif

A. GRAVIMETRI

➤ **Teori Singkat**

Prinsip penetapan secara gravitasi dari suatu unsur atau zat ialah bahwa unsur atau zat tersebut diendapkan dengan suatu zat pereaksi sebagai oksida atau garam dari unsur atau zat itu yang tak perlu larut atau mengendap. Endapan itu kemudian disaring dan dicuci sehingga bersih dari kotoran-kotoran dan dipijarkan. Setelah dingin, endapan itu kemudian ditimbang untuk mengetahui beratnya. Dari berat endapan yang dihasilkan dapat diketahui kadar unsur atau zat itu. Untuk endapan yang dapat memecah bila dipijarkan endapan itu cukup dipanaskan pada suhu 100°C dalam cawan Gooch yang kering (semua airnya menguap).

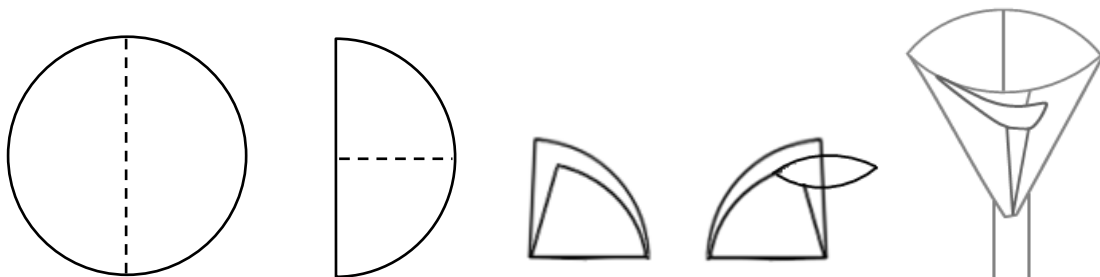
Hal-hal yang perlu diperhatikan :

1) Air Suling

Pada semua penetapan gravimetric atau volumetric harus digunakan air suling atau aquadest, sedangkan air keran hanya dipakai untuk mencuci alat-alat saja. Dalam hal inipun semua alat-alat kaca sebelum dipergunakan terutama alat yang masih basah harus dibilas terlebih dahulu dengan air suling.

2) Cara Menyaring, Mencuci Endapan dan Pemijaran

Endapan sebelum dipijarkan harus disaring dan dicuci dari kotoran. Untuk menyaring suatu endapan dipergunakan kertas saring yang sesuai dan diletakkan pada corong sedemikian rupa seperti pada gambar.



Endapan yang telah mengendap mula-mula disaring cairannya melalui suatu pengaduk kaca sampai semua cairannya habis dan kemudian endapannya dicuci dengan air pencuci. Mencuci endapan dapat dilakukan di dalam piala atau di dalam kertas saring. Bila dicuci dalam piala, endapan itu ditambahkan sejumlah air pencuci sambil terus diaduk dengan pengaduk dan setelah mengendap cairannya disaring.



Penambahan air pencuci diulang sampai beberapa kali sampai endapan bersih dari kotoran (saringannya diuji). Endapan beserta kertas saring dengan hati-hati dipindahkan ke dalam cawan porselen yang telah diketahui beratnya, kemudian diletakkan di atas segitiga dan dipanaskan dengan api kecil (lihat gambar).



Setelah kertas saringnya terbakar habis, kemudian api dibesarkan sampai noda hitam baik pada pinggan maupun pada endapan habis terbakar. Cawan beserta endapan yang telah bersih kemudian dimasukkan ke dalam eksikator (dengan menggunakan gegep besi) dan setelah dingin baru ditimbang. Pemijaran diulang beberapa kali sampai diperoleh bobot yang tetap.

3) Kertas Saring

Kertas saring ada dua jenis :

- a. **Kertas saring kualitatif** : adalah kertas saring yang digunakan untuk menyaring larutan-larutan atau pereaksi secara kualitatif.
- b. **Kertas saring kuantitatif** : adalah kertas saring yang digunakan untuk menyaring endapan-endapan secara kuantitatif. Kertas saring ini bila diabukan tidak meninggalkan abu atau meninggalkan abu yang sedikit sekali, tidak lebih dari 0.0001 g sehingga dapat diabaikan.

Kertas saring kuantitatif ada beberapa macam diantaranya :

- Kertas saring Whatman No. 41 : digunakan untuk menyaring endapan gelatin dengan penyaringan yang sangat cepat, terutama untuk endapan-endapan hidroksida seperti $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, dan $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.
- Kertas saring Whatman No. 42 : digunakan untuk menyaring endapan kristalin (fine crystalline) dengan penyaringan agak lambat seperti penyaringan endapan BaSO_4 , NiS , dsb.
- Kertas saring Whatman No. 40 : digunakan untuk menyaring endapan yang ukuran partikelnya sedang seperti MgNH_4PO_4 , PbSO_4 , Ca oksalat dan sebagainya.

Endapan-endapan lainnya kecepatan penyaringan sedang.

➤ Percobaan

PENETAPAN KHLORIDA SEBAGAI PERAK KLORIDA :



▪ **Alat dan Bahan**

- Batang pengaduk
- Pipet tetes
- Erlenmeyer 250 ml
- Kertas saring
- Kaca arloji
- klorida padat
- air destilasi
- HNO₃ padat
- AgNO₃ 0.1 M
- HCl 0.1 M

▪ **Cara Kerja**

- Timbang ± 0.2 g klorida padat ke dalam Erlenmeyer 250 ml. Tambahkan 150 ml air destilasi, aduk sampai zat melarut dan tambahkan 0.5 ml HNO₃ pekat.
- Kepada larutan yang dingin, tambahkan AgNO₃ 0.1 M perlahan-lahan dan terus diaduk. Endapkan.
- Panaskan suspensi sampai hampir mendidih, aduk terus dan jaga temperature sampai endapan berkoagulasi dan filtrat jernih (1-3 menit). Untuk memastikan pengendapan telah sempurna, tambahkan beberapa tetes perak nitrat pada filtrat. Jika tidak terbentuk endapan lagi, sisihkan ke tempat gelar dan diamkan selama ± 1 jam.
- Saring endapan dan cucui endapan 2-3 kali secara dekantasi dengan ± 10 ml asam nitrat encer. Pada filtrat diuji apakah masih terdapat endapan sehingga tidak lagi menimbulkan kekeruhan dengan 1-2 tetes asam klorida 0.1 M.
- Taruh endapan dalam oven dengan suhu 130⁰ – 150⁰ C selama kurang lebih 1 jam.
- Dinginkan dalam desikator dan timbang.
- Hitung kadar klorida yang terkandung dalam sampel.

▪ **Pertanyaan**

- (1) Mengapa asam nitrat digunakan pada waktu reaksi pengendapan?
- (2) Mengapa asam klorida ditambahkan pada filtrat akhir reaksi ?



LAPORAN SEMENTARA

Judul Percobaan :

I. Tujuan :

II. Prinsip :

III. Data Pengamatan :

Hitung kadar khlor dalam sampel :

IV. Kesimpulan



B. VOLUMETRI

Analisis volumetri adalah analisis berdasarkan pengukuran volume larutan yang diketahui konsentrasinya, untuk menentukan zat atau larutan lain yang belum diketahui konsentrasinya. Proses pengukuran konsentrasi suatu larutan yang dibutuhkan untuk bereaksi sempurna dengan suatu pereaksi lain disebut TITRASI. Pada suatu titrasi, larutan yang diketahui konsentrasinya disebut larutan standar atau larutan baku.



Keterangan : A = zat penitrasi atau titran

B = zat yang dititrasi

a dan b = jumlah mol dari masing-masing zat

Penetapan secara volumetri meliputi :

1. PENENTUAN ASIDITAS DAN ALKALINITAS

Pada penetapan secara asiditas dan alkalinitas dipakai larutan asam dan larutan basa. Bila ditentukan beberapa ml larutan asam yang titarnya diketahui, diperlukan untuk menetralkan suatu larutan basa yang titarnya ada kadarnya dicari, maka pekerjaan tersebut dinamakan titrasi secara asidimetri. Sebaliknya penitrasi dengan memakai basa yang titarnya diketahui untuk menetapkan titar atau asam maka disebut alkalimetri. Reaksi dasar di atas (Arrhenius) disebut asam bila zat itu dilarutkan dalam air menghasilkan ion H^+ dan basa bila menghasilkan ion OH^- .

➤ Tujuan Percobaan

- Mahasiswa mampu memilih indikator yang dipakai sesuai dengan perubahan pH dimana titik akhir titrasi tercapai
- Mahasiswa mampu membuat larutan baku primer dan larutan baku sekunder
- Menentukan kadar asiditas/alkalinitas sampel.

➤ Pendahuluan

Pengertian indikator secara umum adalah suatu zat penunjuk indikator asam-basa disebut juga indikator pH yaitu suatu asam atau basa organik lemah pada pH tertentu akan terjadi perubahan warna tertentu dimana salah satu faktor yang menentukan pada titik akhir titrasi.

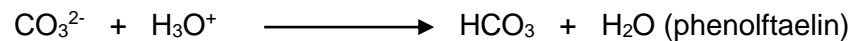
Untuk menentukan konsentrasi asam/basa digunakan suatu larutan baku. Larutan baku yang dibuat secara langsung dengan menimbang zatnya dan dengan melarutkannya dengan volume tertentu disebut larutan baku primer, sedangkan zat yang tidak diketahui konsentrasinya disebut larutan baku sekunder.



Untuk mengetahui kadar suatu zat yang tidak diketahui perlu dilakukan standarisasi. Suatu larutan yang mengandung Na_2CO_3 dalam menentukan kadarnya dapat dititrasi secara langsung dengan HCl. Indikator yang dapat digunakan dalam percobaan ini adalah indikator phenolftalein dan metil jingga.

Ion karbonat yang dititrasi HCl dapat berlangsung secara 2 tahap, yaitu :

Tahap Pertama :



Tahap Kedua :



Titik akhir titrasi pada tahap I ditandai dengan perubahan warna dari merah jambu hingga tak berwarna. Sedang tahap II terjadi perubahan warna larutan dari orange menjadi merah.

➤ Alat dan Bahan

- pH meter
- peralatan titrasi
- magnetic stirrer
- buret 50 ml
- Erlenmeyer 250 ml
- Hot plate
- lar. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.1 N
- lar. Na_2CO_3 0.05 N
- lar. H_2SO_4 atau HCl
- lar. Baku NaOH 0.1 N
- air destilata

➤ Pereaksi

1) Larutan NaOH 0.1 N

Larutkan 4 g kristal NaOH dalam 1 liter aquades yang telah dipanaskan dan didinginkan. Tentukan normalitasnya dengan larutan standar asam oksalat 0.1 N.

2) Larutan Asam Oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) 0.1 N

Larutkan 6.3 asam oksalat dalam 1 liter aquades.

3) Larutan HCl 0.1 N

Encerkan 8.3 ml HCl pekat (37%) dalam aquades, kemudian encerkan dengan aquades hingga volumenya 1 liter.

4) Larutan Natrium tetra borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) 0.1 N

Larutkan 19.071 g Natrium tetra borat p.a. dalam 1 liter aquades.

5) Indikator PP 0.035%

Larutkan 0.035 g indikator phenolftalein dalam etanol 70%, kemudian encerkan dengan etanol sampai volumenya 100 ml. Netralkan dengan larutan NaOH 0.1 N.

6) Indikator SM 0.1%

Larutkan 0.1 g metil orange atau sindur metil (SM) dalam aquades, kemudian diencerkan dengan aquades sampai volumenya 100 ml.



➤ **Cara Kerja**

1) Standarisasi NaOH dengan $H_2C_2O_4$

Pipet larutan asam oksalat 25 ml ke dalam Erlenmeyer lalu tambahkan 4 tetes indicator PP. Lakukan titrasi asam oksalat 0.1 N dengan NaOH 0.1 N sampai titik akhir berwarna merah jambu seulas. Hentikan titrasi dan catat volume yang dipakai. Lakukan minimal 2 kali.

2) Standarisasi HCl atau H_2SO_4 dengan NaOH

Pipet 25 ml HCl 0.1 N ke dalam Erlenmeyer, lalu titrasi dengan NaOH dengan penambahan indicator PP. Lakukan duplo.

3) Penentuan kadar soda kue pasar (Na_2CO_3) dalam suatu sampel.

Timbang sampel 0.75 g, larutkan ke dalam labu ukur 100 ml. Lalu pipet 25 ml dan tambahkan 3-4 tetes indicator PP. titrasikan dengan larutan HCl sampai warna merah hilang. Larutkan titrasi 2x. Pipet kemali 25 ml larutan sampel ke dalam Erlenmeyer, tambahkan 3-4 tetes indicator SM. Titrasi dengan HCl sampai warna dari kuning menjadi jingga. Hitung kadar masing-masing zat tersebut!

➤ **Pertanyaan**

1) Apakah semua indicator dapat digunakan untuk titrasi?

2) Mengapa digunakan 2 macam indicator?

3) Mengapa indikator phenolftalein ditambahkan terlebih dahulu baru kemudian indikator metil jingga?



LAPORAN SEMENTARA

Judul Percobaan :

I. Tujuan :

II. Prinsip :

III. Data Pengamatan :

1. Standarisasi NaOH dengan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$
2. Standarisasi HCl dengan NaOH
3. Penentuan kadar sampel

IV. Kesimpulan



2. PENENTUAN TOTAL ZAT ORGANIK (*PERMANGANOMETRI*)

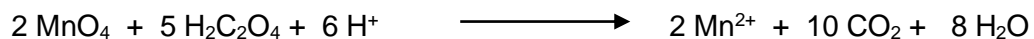
➤ Tujuan Percobaan

- Pembuatan larutan standar baku atau primer $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.01 N
- Pembuatan larutan sekunder KMnO_4 0.01 N
- Standarisasi larutan sekunder
- Penetapan kadar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ sampel

➤ Pendahuluan

Zat organik di dalam air dapat dioksidasi oleh KMnO_4 berlebihan dalam suasana asam dan panas. Kelebihan KMnO_4 dalam penentuan zat organik direduksi oleh $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ berlebih yang nantinya akan dititrasi kembali oleh KMnO_4 . Oleh karena itu, zat organik total sering disebut juga sebagai angka permanganat.

Asam oksalat dapat dipergunakan sebagai bahan baku primer dalam penetapan titer KMnO_4 . Larutan oksalat yang tertentu molaritasnya dititer dengan larutan KMnO_4 . Titrasi ini berlangsung dalam suasana asam dan panas. Persamaan reaksi yang terjadi :



Kemudian titrasi ini dilakukan dengan penambahan reduktor berlebih pada sampel dengan tujuan untuk merubah bilangan oksidasi sampel ke tingkat biloks yang terendah. Kelebihan reduktor pada penambahan 1 dapat dihitung konsentrasinya setelah dititrasi dengan KMnO_4 .

Kemudian pada percobaan ini $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dapat direduksi dengan larutan FeSO_4 dalam suasana asam. Reaksi yang terjadi :



➤ Alat dan Bahan

- | | | |
|--------------------|---|-------------------------------|
| - Buret | - Erlenmeyer 250 ml | |
| - Gelas ukur 10 ml | - Pemanas | - Pipet gondok 25 ml |
| - Labu ukur 100 ml | - Larutan KMnO_4 0.01 N | - H_2SO_4 4 N |
| - Corong | - Larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.01 N | - Statip dan klem buret |

➤ Cara Kerja

- 1) Ukurlah 25 ml contoh air ke dalam Erlenmeyer
- 2) Teteskan H_2SO_4 ± 0.5 ml
- 3) Tambahkan beberapa tetes KMnO_4 0.01 N sampai larutan berwarna sedikit merah jambu, agar semua senyawa organik yang tingkatnya rendah dioksidasi menjadi senyawa yang lebih tinggi. Misalnya ferro menjadi ferri, nitrit menjadi nitrat, dll.



Dengan senyawa-senyawa tersebut tidak lagi mengganggu oksidasi bahan organik.

- 4) Pipetlah 10 ml larutan KMnO_4 0.01 N ke dalam Erlenmeyer yang berisi contoh tadi, maka larutan menjadi merah.
- 5) Didihkan larutan itu dalam labu erlenmeyer. Setelah mendidih, catatlah jam saat itu, warna larutan akan menjadi lebih muda. Setelah dibiarkan mendidih selama 10 menit (sejak saat mendidih) angkatlah labu Erlenmeyer itu dari api.
- 6) Setelah suhunya turun menjadi $\pm 80^\circ\text{C}$, tambahkan 10 ml $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.01 N dengan pipet khusus. Larutan akan menjadi tidak berwarna karena jumlah asam oksalat berlebih.
- 7) Dalam suhu tetap berkisar $70-80^\circ\text{C}$, titarlah larutan ini dengan ukuran KMnO_4 0.01 N sampai warnanya menjadi merah jambu.

➤ **Pertanyaan**

- 1) Apakah fungsi dari pemanasan pada percobaan tersebut?
- 2) Bagaimana jika H_2SO_4 diganti dengan HCl atau HNO_3 !
- 3) Apa yang dapat disimpulkan jika pada percobaan tetes pertama titar KMnO_4 timbul warna merah muda yang tetap!



LAPORAN SEMENTARA

Judul Percobaan :

I. Tujuan :

II. Prinsip :

III. Data Pengamatan :

1. Standarisasi KMnO_4 dengan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

2. Penentuan kadar sampel

IV. Kesimpulan



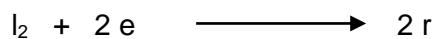
3. PENENTUAN CHLOR (*IODOMETRI & IODIMETRI*)

➤ Tujuan Percobaan

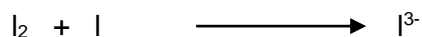
- Mengetahui kadar chlor (Cl^{2-}) dalam air
- Pembuatan larutan standar baku atau primer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 M
- Standarisasi larutan standar

➤ Pendahuluan

Suatu reaksi penting yang sering digunakan dalam analisa volumetric adalah reaksi yodium atau yodida :



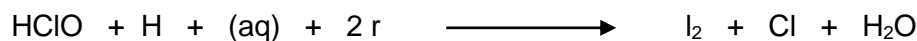
Yodium tidak larut dalam air, tetapi kelarutan yodkum akan bertambah dengan adanya ion yodida yang berlebih melalui pembentukan ion tri-todida :



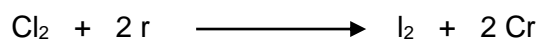
Lrutan yodium dalam air dengan adanya ion yodida berlebih sangat berguna dalam titrasi redoks yang bersifat asam, pada keadaan sedikit alkalis, maka akan terjadi reaksi hidrolis.



Dalam analisa volumetric, larutan yodium kadang-kadang secara langsung digunakan sebagai indikator tetapi tidak sebagai larutan baku pertama. Yodikum padat sangat sukar untuk didapat dan ditimbang secara kuantitatif, karena dapat menyublim di udara. Pada penyimpanan, larutan yodium cenderung untuk melepaskan uap yodium. Oleh karena itu ion yodida lebih sering digunakan dalam analisa volumetric terhadap suatu oksidan, missal : iion hipoklorit dapat dioksidasi menjadi yodium yang larut (disebabkan adanya yodida berlebih). Jadi yodikum yang dibebaskan dapat dititrasi oleh reduktan yang cocok. Reaksi keseluruhan pada pembebasan yodium adalah :



Perlu diperhatikan bahwa gas khlor yang dibebaskan oleh reaksi reduksi ion hipoklorit selanjutnya akan direduksi menjadi ion khlorida sebagai reduktan :



Titrasi yodium oleh Na tiosulfat dapat mereduksikan yodium menjadi yodida. Perlu diperhatikan bahwa larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tidak terlalu asam. Jika tidak, ion $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sendiri akan dioksidasi menjadi ion sulfit yang selanjutnya dapat direduksi menjadi belerang (S).

Perubahan warna reaksi reduksi dari yodium menjadi ion yodida adalah dari warna coklat ketidak berwarna. Bila kadar yodium itu kecil, maka larutan akan berwarna kuning



pucat. Suatu warna biru intensif akan dihasilkan bila larutan kanji ditambahkan pada larutan yodium. Karena itu, larutan kanji dipergunakan sebagai indikator pada titrasi yodium oleh $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada suhu di bawah 50°C .

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dibekukan lebih dahulu dengan larutan baku pertama KIO_3 . Bila iion yodida berlebihan ditambahkan pada suatu larutan asam yang mengandung suatu volume yang diketahui dari larutan KIO_3 dengan menggunakan larutan kanji sebagai indikator.

➤ **Alat dan Bahan**

- Erlenmeyer 250 ml
- Buret 50 ml
- Gelas piala
- Labu ukur
- H_2SO_4 2 M
- KIO_3
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.01 M
- KI padat
- Larutan kanji

➤ **Cara Kerja**

1) Pembakuan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.01 M

- Buat larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.01 M sebanyak 1 liter
- Masukkan ke dalam buret 25 ml yang sudah dibilas dengan larutan tersebut
- Masukkan 12.5 ml larutan KIO_3 ke dalam Erlenmeyer dan tambahkan 25 ml aquades dan 1 ml H_2SO_4 2 M.
- Tambahkan 1 g KI ke dalam Erlenmeyer tersebut
- Titrasi dengan larutan tiosulfat sampai terlihat warna yodium hilang (kuning muda) kemudian segera tambahkan 1-2 tetes larutan kanji dan lanjutkan sampai warna biru intensif dari kompleks larutan kanji yodium tepat hilang
- Cata volume penitraan, ulangi sebanyak 3 x

2) Penentuan kadar khlor dalam larutan sampel.

- Masukkan 25 ml sampel ke dalam Erlenmeyer dan tambahkan aquades 25 ml
- Larutan sampel diasamkan dengan ± 5 ml H_2SO_4
- Tambahkan 1 kg KI padat dan aduk kuat sehingga larutan tercampur dengan sempurna
- Titrasi dengan larutan tiosulfat sampai warna coklat berubah menjadi kuning muda
- Tambahkan segera dengan 1-2 ml larutan kanji, titrasi lanjutkan sampai warna biru intensif tepat hilang
- Catat volume yang terpakai, ulangi 2 x
- Hitung kadar khlor dalam sampel

4. PENENTUAN CHLORIDA (ARGENTOMETRI)



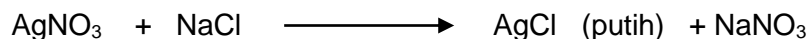
➤ **Tujuan**

- Pembuatan larutan standar baku/primer AgNO_3 0.1 M
- Standarisasi larutan AgNO_3 dengan NaCl (metode Mohr)
- Penetapan kadar khlorida dalam sampel

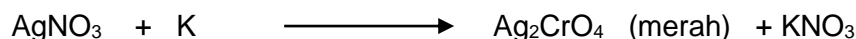
➤ **Pendahuluan**

Natrium khlorida dapat digunakan sebagai standar primer untuk larutan AgNO_3 . Standarisasi AgNO_3 dengan NaCl dapat digunakan metode Mohr dengan indikator K_2CrO_4 dimana warna kemerahan yang tetap pada endapan menunjukkan bahwa titik akhir titrasi telah tercapai. AgNO_3 yang telah ditetapkan di atas dapat dipergunakan untuk menstandarisasi larutan KCNS, dengan menggunakan indikator Fe(III) dan warna kemerahan yang tetap menunjukkan bahwa titik akhir telah tercapai.

Ion khlorida yang terdapat dalam sampel dapat ditetapkan kadarnya dengan AgNO_3 yang telah ditetapkan di atas berdasarkan reaksi sebagai berikut :



Sedangkan reaksi antara indikator K_2CrO_4 yang digunakan baru akan terjadi apabila titik akhir telah terlampaui pada penambahan AgNO_3 berlebih yang ditandai dengan timbulnya warna kemerahan pada endapan, berdasarkan reaksi :



Pada titrasi ini pH larutan terbatas antara 6-10 di samping itu juga konsentrasi sampai tidak boleh terlalu tinggi disbanding dengan konsentrasi standar.

➤ **Alat dan Bahan**

- | | |
|-----------------------------|--|
| - Buret | - Statip dan buret |
| - Pipet ukur 10 ml | - Erlenmeyer 250 ml |
| - Labu ukur 100 ml | - Larutan AgNO_3 0.1 M |
| - Corong Pipet gondok 25 ml | - Larutan K_2CrO_4 0.1 M |

➤ **Cara Kerja**

1) Standarisasi AgNO_3 dengan NaCl metode Mohr

- Cuci buret dengan aquades dan bilas dengan larutan AgNO_3 , isikan buret dengan larutan baku AgNO_3 0.1 M.
- Pipet 25 ml larutan NaCl 0.1 M ke dalam Erlenmeyer dan tambahkan 2 tetes K_2CrO_4 . Titrasi dengan AgNO_3 . catat volumenya (lakukan 2 x).

2) Penetapan kadar khlor dalam garam dapur

- Timbang 0.25 g garam dapur dan masukkan ke dalam labu ukur 50 ml. Tambahkan aquades sampai tanda batas.



- Pipet 25 ml larutan tersebut ke dalam Erlenmeyer dan tambahkan 2 tetes indikator K_2CrO_4 .
- Titrasi dengan larutan $AgNO_3$ sampai titik akhir tercapai
- Catat volume $AgNO_3$. lakukan titrasi 2x
- Hitung kadar khlor dalam sampel

➤ **Pertanyaan**

- 1) Apa yang dilakukan jika dalam pembuatan larutan standar primer tidak murni?
- 2) Mengapa konsentrasi indikator tidak boleh berlebih?
- 3) Apakah yang terjadi apabila pH terlalu asam atau basa?



LAPORAN SEMENTARA

Judul Percobaan :

I. Tujuan :

II. Prinsip :

III. Data Pengamatan :

1. Standarisasi AgNO_3

2. Penentuan kadar khlor sampel

IV. Kesimpulan



5. PENENTUAN KESADAHAN (KOMPLEKSOMETRI)

➤ Tujuan

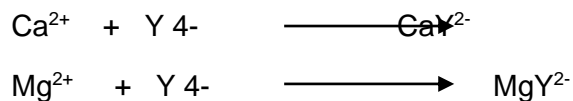
- Pembuatan larutan EDTA
- Pembuatan larutan standar primer $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$
- Standarisasi EDTA dengan MgSO_4
- Menghitung konsentrasi EDTA
- Penetapan kesadahan sampel

➤ Pendahuluan

Kesadahan total disusun oleh kation-kation logam alkali tanah, terutama ion-ion kalsium dan magnesium karbonat dan bikarbonat disebut kesadahan karbonat. Kesadahan non karbonat disebabkan oleh senyawa-senyawa logam alkali tanah sulfat dan klorida. Kesadahan total merupakan jumlah kesadahan karbonat dan non karbonat.

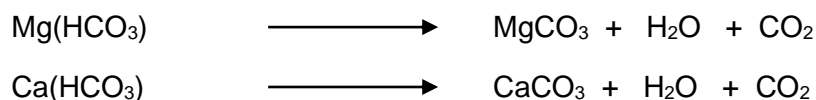
Garam Etylen Diamin Tetra Asetat (EDTA) masih mengandung partikel air, sehingga agar dapat diperoleh EDTA murni maka perlu pemanasan sampai suhu 80°C 2 H_2O . Oleh karena itu, EDTA belum dapat digunakan sebagai larutan standar primer.

Kesadahan sementara merupakan selisih antara kesadahan total dengan kesadahan tetap. Maksud kesadahan total adalah titrasi yang langsung antara ion-ion Mg^{2+} dan Ca^{2+} dengan larutan EDTA sebagai titran, reaksi sebagai berikut :



CaY^{2-} dan MgY^{2-} adalah merupakan senyawa kompleks chelat, setelah bereaksi dengan EDTA. Setelah air yang mengandung $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$ dan $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ disebut **kesadahan sementara**.

Penentuan $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$ dan $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ dilakukan dengan pemanasan terlebih dahulu untuk membentuk endapan MgCO_3 dan CaCO_3 , sebagai berikut :



Endapan disaring dan filtrat dititrasi dengan EDTA, cara ini disebut sebagai **kesadahan tetap**.

➤ Alat dan Bahan

- | | |
|-------------------------------|---|
| - Buret 50 ml | - EDTA 0.01 M |
| - Labu ukur 100 ml dan 250 ml | - MgCl_2 |
| - Pipet volume 25 ml | - $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ 0.01 M |



- Statip dan buret
- Kaca arloji
- Pipet tetes
- Corong
- Gelas ukur 10 ml
- EBT
- Buffer pH 10
- Larutan CaCO_3 0.01 M dalam HCl (1+1)
- Hot Plate

➤ Cara Kerja

1) Pembuatan Pereaksi

- Pembuatan larutan EDTA 0.01 M
Timbang 4 g dinatrium dihidrogen EDTA dan 0.1 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$. Larutkan dengan aquades dalam labu ukur 1 liter.
- Pembuatan Buffer pH 10
Timbang 6.75 g NH_4Cl ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan 57 ml NH_4OH pekat
- Pembuatan indikator Erlochrome Black (EBT)
Timbang 0.5 g EBT ke dalam 100 ml alkohol.
- Standarisasi EDTA dengan larutan MgSO_4
Pipet 25 ml MgSO_4 ke dalam Erlenmeyer 250 ml, tambah 75 ml aquades dan 3-4 tetes indikator EBT lalu buffer pH 10. Kemudian titrasi dengan EDTA sampai warna merah menjadi biru, catat volume EDTA. Lakukan 2X

2) Penetapan kesadahan total dalam sampel

- 25 ml contoh diencerkan menjadi 50 ml dengan aquades
- Tambahkan indikator EBT
- Tambahkan 1-2 ml larutan buffer pH 10 (biasanya cukup hanya 1 ml/10 ml)
- Titrasi dengan EDTA 0.01 M (sebelum 5 menit), titrasi sampai warna berubah menjadi biru.

3) Penetapan kesadahan tetap dengan EDTA

- Panaskan 250 ml air PAM ke dalam gelas 400 ml selama kurang lebih $\frac{1}{2}$ jam lalu dinginkan. Saring.
- Pipet 25 ml filtrat ke dalam Erlenmeyer 250 ml, encerkan sampai tanda batas.
- Pipet 25 ml larutan tersebut ke dalam Erlenmeyer 250 ml, tambahkan buffer pH 10 dan 2 tetes indikator EBT. Titrasi dengan EDTA sampai terjadi warna biru.
- Catat volume EDTA, ulangi titrasi 2X.

➤ Perhitungan



$$\text{Kesadahan (dalam mg/l CaCO}_3\text{)} = \frac{A \times B \times 1000}{\text{MI contoh}} \times \text{BM contoh}$$

Dimana A = ml titrasi EDTA

B = faktor konversi EDTA (pada standarisasi EDTA dengan larutan CaCO₃)

➤ **Pertanyaan**

- 1) Sebutkan beberapa larutan standar primer yang dapat digunakan untuk standarisasi EDTA !
- 2) Mengapa titrasi di lakukan pada pH 10?
- 3) Apa yang terjadi jika pH pada titrasi lebih besar dari 10 !



LAPORAN SEMENTARA

Judul Percobaan :

I. Tujuan :

II. Prinsip :

III. Data Pengamatan :

1. Standarisasi EDTA dengan MgSO_4
2. Penentuan kesadahan total sampel
3. Penentuan kesadahan tetap dengan EDTA

Kesimpulan



DAFTAR PUSTAKA