



KIMIA ANALISIS

**Muh Taufiqurrahman, Fathur Rahman Ma'rifatullah,
Ariani H. Hutuba, Anisa Tri Hutami, Nuramaniyah Taufiq,
Nur Qadri, Nur Yusaerah, Gregorio Antonny Bani,
Muhammad Al Mustawa, Rahmayanti,
Bulkis Musa, Muawanah, Rahmawati**

ISBN 978-623-198-346-6



KIMIA ANALISIS

Muh Taufiqurrahman
Fathur Rahman Ma'rifatullah
Ariani H. Hutuba
Anisa Tri Hutami
Nuramaniyah Taufiq
Nur Qadri
Nur Yusaerah
Gregorio Antonny Bani
Muhammad Al Mustawa
Rahmayanti
Bulkis Musa
Muawanah
Rahmawati



PT GLOBAL EKSEKUTIF TEKNOLOGI

KIMIA ANALISIS

Penulis :

Muh Taufiqurrahman
Fathur Rahman Ma'rifatullah
Ariani H. Hutuba
Anisa Tri Hutami
Nuramanyah Taufiq
Nur Qadri
Nur Yusaerah
Gregorio Antonny Bani
Muhammad Al Mustawa
Rahmayanti
Bulkis Musa
Muawanah
Rahmawati

ISBN : 978-623-198-346-6

Editor : Dr. Neila Sulung, S.Pd., Ns., M.Kes.

Penyunting : Mila Sari., S.ST.,M.Si

Desain Sampul dan Tata Letak : Atyka Trianisa, S.Pd

Penerbit : PT GLOBAL EKSEKUTIF TEKNOLOGI

Anggota IKAPI No. 033/SBA/2022

Redaksi :

Jl. Pasir Sebelah No. 30 RT 002 RW 001
Kelurahan Pasie Nan Tigo Kecamatan Koto Tangah
Padang Sumatera Barat
Website : www.globaleksekutifteknologi.co.id
Email : globaleksekutifteknologi@gmail.com

Cetakan pertama, Juni 2023

Hak cipta dilindungi undang-undang
Dilarang memperbanyak karya tulis ini dalam bentuk
dan dengan cara apapun tanpa izin tertulis dari penerbit.

KATA PENGANTAR

Segala Puji dan syukur atas kehadiran Allah SWT dalam segala kesempatan. Sholawat beriring salam dan doa kita sampaikan kepada Nabi Muhammad SAW. Alhamdulillah atas Rahmat dan Karunia-Nya penulis telah menyelesaikan Buku Kimia Analisis ini.

Buku Ini Membahas Pengantar Kimia Analisis kualitatif, Pemeriksaan pendahuluan dalam Kimia analisis kualitatif, Penggolongan dan pemisahan kation dalam kimia analisis kualitatif, Pemisahan dan uji identifikasi golongan kation, Penggolongan dan pemisahan anion dalam kimia analisis kualitatif, Pemisahan dan uji identifikasi anion golongan halida dan nitrat, Pengantar kimia analisis kuantitatif, Titrasi asam basa, Titrasi argometri, Titrasi Reduksi oksidasi, Titrasi kompleksometri, Titrasi pembentukan gravimetric, Metode Analisis Spektrofometri.

Proses penulisan buku ini berhasil diselesaikan atas kerjasama tim penulis. Demi kualitas yang lebih baik dan kepuasan para pembaca, saran dan masukan yang membangun dari pembaca sangat kami harapkan.

Penulis ucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah mendukung dalam penyelesaian buku ini. Terutama pihak yang telah membantu terbitnya buku ini dan telah mempercayakan mendorong, dan menginisiasi terbitnya buku ini. Semoga buku ini dapat bermanfaat bagi masyarakat Indonesia.

Padang, Juni 2023

Penulis

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	ii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	x
BAB 1 PENGANTAR KIMIA ANALISIS KUALITATIF	1
1.1 Pendahuluan.....	1
1.2 Senyawa organik dan anorganik.....	2
1.3 Penggolongan Teknik Analisa	4
1.4 Teknik Analisis Kualitatif	5
1.5 Tahapan-Tahapan Dalam Analisis Kimia.....	6
1.6 Aplikasi Kimia Analisis.....	9
DAFTAR PUSTAKA.....	10
BAB 2 PEMERIKSAAN PENDAHULUAN DALAM KIMIA ANALISIS KUALITATIF	11
2.1 Pendahuluan.....	11
2.2 Kimia Analisis Kualitatif.....	12
2.3 Pemeriksaan Pendahuluan	13
2.4 Uji Kering.....	14
2.4.1 Pengamatan Warna	14
2.4.2 Pengamatan asam atau basa.....	16
2.4.3 Pengamatan Bau	16
2.5 Pemanasan	16
2.6 Uji Nyala	19
2.7 Uji Manik.....	22
2.7.1 Uji Manik Boraks.....	22
2.7.2 Uji Mekanik Fosfat	25
2.7.3 Uji Manik Natrium Karbonat	27
2.8 Tes Reduksi Arang.....	27
DAFTAR PUSTAKA.....	29

BAB 3 PENGGOLONGAN DAN PEMISAHAN KATION	
DALAM KIMIA ANALISIS KUALITATIF	31
3.1 Pendahuluan.....	31
3.2 Penggolongan dan Pemisahan Kation	31
3.2.1 Kation Golongan I.....	32
3.2.2 Kation Golongan II.....	33
3.2.3 Kation Golongan III.....	35
3.2.4 Kation Golongan IV.....	37
3.2.5 Kation Golongan V.....	38
3.3 Analisis Kualitatif Kation	38
DAFTAR PUSTAKA.....	40
BAB 4 PEMISAHAN DAN UJI IDENTIFIKASI	
GOLONGAN KATION	41
4.1 Analisa Kualitatif.....	41
4.2 Analisis Kualitatif Sistematis Kation	42
4.3 Uji Pendahuluan Kation	43
4.4 Analisis Basah untuk Identifikasi Kation.....	49
4.5 Rangkuman	61
DAFTAR PUSTAKA.....	63
BAB 5 PENGGOLONGAN DAN PEMISAHAN ANION	
DALAM KIMIA ANALISIS KUALITATIF	65
5.1 Penggolongan Anion.....	65
5.2 Reaksi Identifikasi Beberapa Anion yang Umum	
Menurut Svehla (1985)	67
5.2.1 Karbonat (CO_3^{2-})	67
5.2.2 Sulfit (SO_3^{2-}).....	68
5.2.3 Tiosulfat ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$).....	70
5.2.4 Sulfida (S^{2-})	71
5.2.5 Nitrit (NO_2^-)	71
5.2.6 Sianida (CN^-)	72
5.2.7 Sianat (OCN^-)	73
5.2.8 Tiosianat (SCN^-)	74
5.2.9 Hipoklorit (OCl^-)	74

5.2.10 Klorida (Cl^-).....	75
5.3 Pemisahan Anion	76
5.3.1 Pemisahan Anion dengan Perak Nitrat	77
5.3.2 Pemisahan Fosfat, Arsenit, dan Arsenat.....	78
DAFTAR PUSTAKA.....	79
BAB 6 PEMISAHAN DAN UJI IDENTIFIKASI ANION	
GOLONGAN HALIDA DAN NITRAT	81
6.1 Pendahuluan.....	81
6.2 Ion Klorida, Cl^-	82
6.2.1 Kolorimetri.....	83
6.2.2 Gravimetri.....	84
6.2.3 Metode Mohr.....	84
6.2.4 Konduktometri	85
6.2.5 Spektrofotometri	86
6.3 Ion Bromida, Br^-	86
6.3.1 Metode Volhard.....	87
6.4 Ion Iodida, I^-	88
6.4.1 Reaksi Iodine dengan Asam Sulfat Pekat.....	88
6.4.2 Reaksi dengan Timbal Asetat	89
6.4.3 Metode Elektrokimia.....	89
6.5 Ion Nitrat, NO_3^-	90
6.6 Pemisahan Kuantitatif Anion dengan Kromatografi ion	90
DAFTAR PUSTAKA.....	92
BAB 7 PENGANTAR KIMIA ANALISIS KUANTITATIF	95
7.1 Pendahuluan.....	95
7.2 Pengertian Analisis Kimia Kuantitatif.....	96
7.3 Metode Analisis Kimia Kuantitatif	97
7.4 Tahapan Analisis Kimia Kuantitatif.....	99
7.4.1 Pencuplikan Sampel	100
7.4.2 Melarutkan Sampel	101
7.4.3 Konversi Analit ke Bentuk Terukur.....	102
7.4.4 Pengukuran	103

7.4.5 Pengukuran Perhitungan dan Interpretasi	104
DAFTAR PUSTAKA.....	105
BAB 8 TITRASI ASAM BASA	107
8.1 Pendahuluan.....	107
8.2 Prinsip Titrasi Asam Basa.....	109
8.3 Kurva Titrasi Asam Basa.....	111
8.4 Indikator Asam Basa.....	112
8.5 Beberapa Prosedur Titrasi Asam Basa.....	114
DAFTAR PUSTAKA.....	117
BAB 9 Titrasi Argentometri.....	119
9.1 Pendahuluan.....	119
9.2 Kurva Kalibrasi Titrasi Argentometri	121
9.3 Metode-Metode dalam Titrasi Argentometri	122
9.3.1 Metode Mohr.....	122
9.3.2 Metode Volhard.....	123
9.3.3 Metode Fajans	125
9.4 Penentuan Titik Akhir Titrasi Argentometri	128
9.4.1 Pembentukan Endapan Berwarna.....	128
9.4.2 Pembentukan Senyawa Berwarna yang dapat Larut	129
9.4.3 Penggunaan Indikator Adsorpsi.....	130
DAFTAR PUSTAKA.....	131
BAB 10 TITRASI REDUKSI OKSIDASI	133
10.1 Pendahuluan.....	133
10.2 Permanganometri	134
10.3 Dikromatometri.....	137
10.4 Serimetri	137
10.5 Bromatometri.....	138
10.6 Iodatometri.....	138
10.7 Iodometri.....	139
10.8 Nitritometri	139
10.9 Indikator Redoks.....	140
10.9 Kurva Titrasi.....	143

DAFTAR PUSTAKA.....	145
BAB 11 TITRASI KOMPLEKSOMETRI.....	147
11.1 Pendahuluan.....	147
11.2 Titrasi Kompleksometri.....	148
11.3 JenisTitrasi Kompleksometri.....	152
11.4 Penerapan Titrasi Kompleksometri.....	156
11.4.1 Kesadahan Total Air.....	156
11.4.2 Penetapan Kadar Cu^{2+} Dalam Obat Sirup Multivitamin Secara Kompleksometri.....	157
11.4.3 Penentuan Kadar Zn dalam Obat Sirup	158
11.4.4 Penentuan Kadar Ca Dan Mg Dalam Susu Dengan Metode Kompleksometri.	158
11.4.5 Penetapan Kadar Mg^{2+} Dalam Obat Antasida Dengan Menggunakan Titrasi Kompleksometri... ..	158
11.4.6 Penetapan Kadar Kalsium dalam Air Keran Secara Kompleksometri.....	158
11.5 Kesalahan Yang Sering Terjadi pada Titrasi Kompleksometri.....	159
DAFTAR PUSTAKA.....	160
BAB 12 TITRASI PEMBENTUKAN GRAVIMETRI.....	163
12.1 Landasan Analisis Gravimetri.....	163
12.2 Prinsip Analisis Gravimetri	164
12.3 Jenis-Jenis Analisis Gravimetri	165
12.3.1 Gravimetri Pengendapan.....	165
12.3.2 Gravimetri Penguapan	168
12.3.3 Gravimetri Elektrolisis	170
12.4 Tahap-tahap Analisis Gravimetri.....	171
12.5 Perhitungan Dalam Analisis Gravimetri.....	173
12.6 Aplikasi Analisis Gravimetri	174
DAFTAR PUSTAKA.....	176
BAB 13 METODE ANALISIS SPEKTROFOTOMETRI.....	177
13.1 Pendahuluan.....	177
13.2 Jenis-Jenis Spektrofotometer	180

13.3 Bagian-Bagian Spektrofotometer	181
13.3.1 Sumber Cahaya	181
13.3.2 Monokromator	182
13.3.3 Kuvet.....	182
13.3.4 Detektor	182
13.4 Analisis dengan Spektrofotometer UV-VIS.....	182
13.4.1 Hukum Lambert-Beer.....	186
13.4.2 Aplikasi Secara Kuantitatif.....	187
13.5 Analisis dengan Spektrofotometer Massa	188
13.5.1 Prinsip Dasar Spektrometri Massa	189
13.5.2 Fragmentasi Senyawa Organik.....	192
13.5.3 Penentuan Rumus Molekul dengan Penggunaan Nilai Massa	193
13.6 Analisis dengan Spektrofotometer Inframerah	194
13.6.1 Prinsip Dasar Spektrofotometri Inframerah.....	195
13.6.2 Analisis Secara Kuantitatif.....	196
13.7 Analisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	198
13.7.1 Prinsip Dasar Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).....	200
13.7.2 Analisis Secara Kuantitatif dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom	202
13.8 Contoh Soal Analisis dengan Metode Spektrofotometri	203
DAFTAR PUSTAKA.....	207
BIODATA PENULIS	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Contoh Warna nyala	20
Gambar 4.1. Analisi Golongan Kation	51
Gambar 8.1. Alat titrasi asam basa	108
Gambar 8.2. Kurva titrasi asam dan basa.....	111
Gambar 9.1. Titrasi Argentometri.....	110
Gambar 10.1. <i>In Situ Chemical Oxidation</i> (ISCO) persulfat dan hidrogen peroksida sebagai oksidan.....	136
Gambar 10.2. Titik akhir titrasi penentuan total klorin	143
Gambar 11.1. EDTA.....	150
Gambar 11.2. Kurva pada titrasi kompleksometri.....	150
Gambar 11.3. Warna sebelum (a) dan sesudah (b) titrasi dengan menggunakan EDTA	155
Gambar 11.4. Reaksi Cu^{2+} dengan indikator EBT dan EDTA.....	157
Gambar 12.1. Proses Pengendapan	168
Gambar 12.2. Penguapan Kandungan Natrium Hidrogen Karbonat	170
Gambar 12.3. Langkah-langkah Proses Gravimetri.....	173
Gambar 13.1. Skema Alat Spektrofotometer UV-VIS <i>Single-Beam</i>	184
Gambar 13.2. Alat Spektrofotometer UV-VIS <i>Single-Beam</i> (Spectronic-20).....	184
Gambar 13.3. Skema Alat Spektrofotometer UV-VIS <i>Double-Beam</i>	185
Gambar 13.4. Skema Alat Spektrofotometer Massa.....	190
Gambar 13.5. Contoh Spektrum Massa Senyawa Organik.....	191
Gambar 13.6. Spektrum Massa n-pentana.....	192
Gambar 13.7. Fragmentasi Senyawa n-pentana.....	193

Gambar 13.8. Skema Alat Spektrofotometer	
Inframerah	196
Gambar 13.9. Spektrum Inframerah.....	197
Gambar 13.10. Skema Atomisasi Spektrofotometer	
Serapan Atom 200	
Gambar 13.11. Grafik Regresi Linier.....	205

DAFTAR TABEL

Tabel 1.1. Perbedaan antara senyawa organik dengan senyawa anorganik.....	184
Tabel 2.1. Warna bahan kimia.....	14
Tabel 2.2. Warna beberapa ion dalam larutan.....	15
Tabel 2.3. Uji Pemanasan (perubahan warna).....	17
Tabel 2.4. Uji Pemanasan (terbentuk sublimat)	18
Tabel 2.5. Uji Pemanasan (terbentuk gas dan uap).....	18
Tabel 2.6. Hasil uji nyala.....	21
Tabel 2.7. Uji Nyala dengan kaca kobalt	22
Tabel 2.8. Uji Mutiara Boraks.....	23
Tabel 2.9. Warna Beberapa Logam pada Uji Mutiara Boraks	24
Tabel 2.10. Warna Beberapa Logam pada Uji Mutiara Fosfat	26
Tabel 2.11. Uji reaksi dengan arang kayu	27
Tabel 2.12. Pemijaran dengan Na_2CO_3 di atas arang.....	28
Tabel 4.1. Uji Pendahuluan Analisis Kation	42
Tabel 4.2. Karakteristik Warna dari Beberapa Ion Logam	43
Tabel 4.3. Kesimpulan dari Perubahan Warna Garam akibat Pemanasan Kering	44
Tabel 4.4. Kesimpulan dari Uji Nyala	45
Tabel 4.5. Hasil dari uji lubang arang	46
Tabel 4.6. Identifikasi awal dari ion logam	48
Tabel 4.7. Pemisahan dan Identifikasi Kation Golongan.....	I52
Tabel 4.8. Hasil kali kelarutan garam logam alkali tanah	57
Tabel 5.1. Anion Kelas A.....	65
Tabel 5.2. Anion Kelas B	67
Tabel 8.1. Harga pH titik ekuivalen titrasi asam basa	110

Tabel 8.2. Kisaran harga pH indikator asam basa dan perubahan warnanya	113
Tabel 9.1. Perbedaan Metode Volhard, Mohr, dan Fajans.....	127
Tabel 10.1. Potensial transisi dari beberapa indikator redoks.....	142
Tabel 13.1. Hasil Pengukuran Sampel pada alat Spektrofotometer	205

BAB 1

PENGANTAR KIMIA ANALISIS KUALITATIF

Oleh Muh Taufiqurrahman

1.1 Pendahuluan

Kimia analisis merupakan cabang dari ilmu kimia yang mempelajari teori dan cara-cara melakukan analisis kimia terhadap suatu bahan atau zat kimia. Untuk mengidentifikasi elemen yang ada dalam sampel, jenis analisis yang dikenal sebagai analisis kualitatif digunakan. Misalnya, tes narkoba untuk mengetahui apakah seseorang menggunakan bahan kimia adiktif atau tidak, atau studi urin seorang atlet untuk mengetahui apakah ada zat yang meningkatkan stamina. Tahap awal kimia analisis sering dimulai dengan uji kimia langsung untuk menentukan apakah ada ion anorganik dan gugus fungsi organik. Terlepas dari kenyataan bahwa banyak analisis kualitatif sekarang menggunakan teknik yang lebih canggih seperti spektroskopi inframerah, resonansi magnetik inti (NMR), dan spektrometri massa, uji kimia langsung masih diteliti dan digunakan untuk alasan praktis dan finansial. Tes sederhana juga dapat menghasilkan hasil analitik absolut, yang berarti bahwa tes tersebut diproduksi tanpa bantuan zat referensi dan karenanya dapat diandalkan. Memahami teknik-teknik dasar ini dapat berfungsi sebagai batu loncatan untuk memahami, mengembangkan, dan menghasilkan teknik analisis yang lebih canggih. Nama umum untuk pengujian kimia langsung ini adalah analisis klasik atau konvensional. Analisis modern atau instrumental, di sisi lain mengacu pada analisis yang dilakukan dengan menggunakan alat yang lebih canggih.

Landasan analisis konvensional adalah interaksi materi dengan materi. Teknik konvensional ini telah ada sejak kimia analisis pertama kali mulai berkembang. Prosedur ini biasanya dilakukan dengan menggunakan peralatan langsung dalam proses kimia stoikiometri. Analisis instrumental, biasanya bergantung pada interaksi materi dan energi. Radiasi elektromagnetik atau energi listrik adalah dua bentuk energi yang paling umum digunakan. Teknik ini berkembang seiring dengan kemajuan dalam otomatisasi dan teknologi komputer. Analisis instrumental, sering dikenal sebagai metode non-stoikiometri, menggunakan besaran fisika untuk menentukan jumlah atau komponen zat yang diuji.

1.2 Senyawa organik dan anorganik

Dua kategori utama bahan kimia yang ditemukan di bumi adalah senyawa organik dan senyawa anorganik. Dalam definisi singkat, senyawa organik adalah yang berasal dari makhluk hidup, sedangkan zat anorganik adalah yang berasal dari benda mati atau makhluk hidup.

Dengan pengecualian karbida, karbonat, dan karbon oksida, senyawa organik adalah kategori beragam zat kimia yang semuanya mengandung karbon dalam molekulnya. Kimia organik adalah studi tentang zat organik. Banyak zat organik, termasuk protein, lipid, dan karbohidrat, sangat penting dalam biokimia. Sedangkan menurut tabel periodik, senyawa anorganik adalah senyawa yang ditemukan di alam dan biasanya membentuk material atau benda tidak hidup. Organik adalah bagian tubuh yang berasal dari makhluk hidup, seperti lingkungan biologis, sedangkan anorganik berasal dari benda mati, seperti air, angin, tanah, cuaca, iklim, dll atau setiap makhluk hidup berasal dari air.. Kedua interpretasi yang disebutkan di atas konsisten dengan ilmu pengetahuan modern, yang menyatakan bahwa air menciptakan kehidupan di Bumi atau merupakan zat pertama yang memunculkan organisme hidup.

Kation dan anion yang membentuk banyak senyawa anorganik dihubungkan oleh ikatan ionik untuk membentuk senyawa ionik. Contoh garam adalah natrium oksida Na_2O , yang tersusun dari kation natrium Na^+ dan anion O^{2-} -oksida, dan magnesium klorida MgCl_2 , yang tersusun dari kation magnesium klorida anion Mg^{2+} dan Cl^- . Rasio ion dalam garam apa pun menyebabkan muatan listrik dibatalkan, membuat keseluruhan senyawa netral secara elektrik. Potensi ionisasi (untuk kation) atau afinitas elektron (untuk anion) dari unsur induk dapat digunakan untuk memperkirakan kemudahan produksi ion. Ion diklasifikasikan menurut keadaan oksidasinya.

Oksida, karbonat, sulfat, dan parahalida adalah jenis garam anorganik yang paling signifikan. Titik leleh yang tinggi adalah sifat umum zat anorganik. Dalam keadaan padat, garam anorganik sering berkinerja buruk sebagai konduktor. Kelarutannya dalam air, misalnya (Lihat: tabel kelarutan), dan kemudahan kristalisasi adalah karakteristik yang perlu diperhatikan lebih lanjut. Di mana beberapa garam (misalnya NaCl) sangat mudah larut dalam air, yang lain (misalnya SiO_2) tidak. Reaksi anorganik sederhana adalah perpindahan ganda ketika dalam pencampuran dua ion garam dipertukarkan tanpa perubahan keadaan oksidasi. Dalam reaksi redoks, satu reaktan, oksidan, memiliki keadaan oksidasi yang lebih rendah dan reaktan lainnya, zat pereduksi, memiliki keadaan oksidasi yang meningkat.

Tabel 1.1. Perbedaan antara senyawa organik dengan senyawa anorganik

No	Senyawa Organik	Senyawa Anorganik
1	Kebanyakan berasal dari makhluk hidup dan beberapa dari hasil sintesis	Berasal dari sumber daya alam mineral (bukan makhluk hidup)
2	Senyawa organik lebih mudah terbakar	Tidak mudah terbakar
3	Strukturnya lebih rumit	Struktur sederhana
4	Semua senyawa organik mengandung unsur karbon	Tidak semua senyawa anorganik yang memiliki unsur karbon
5	Hanya dapat larut dalam pelarut organik	Dapat larut dalam pelarut air atau organik

1.3 Penggolongan Teknik Analisa

Kimia analisis dibagi menjadi tiga kategori: analisis kimia kualitatif, kuantitatif, dan struktural. seperti yang dijelaskan pada bagian 1.1, untuk analisis kimia kualitatif. Kimia analisis, yang berhubungan dengan susunan atau kuantitas komponen atau zat dalam suatu bahan, dan analisis struktural, yang berhubungan dengan penentuan posisi atom di dalam molekul, adalah contoh kimia kuantitatif. Kemudian, zat yang dianalisis dipisahkan menjadi dua kategori: senyawa organik dan anorganik. Zat organik adalah zat yang mengandung karbon yang berasal dari makhluk hidup. Contohnya termasuk asetilena, gula, dan metana. Sementara zat organik berasal dari organisme hidup dan mengandung karbon, senyawa anorganik tidak. Garam (NaCl), air (H_2O), asam sulfat (H_2SO_4), dan lain-lain adalah contohnya.

Ada atau tidaknya ikatan karbon-hidrogen membedakan zat organik dari zat anorganik. Analisis ini dapat dibagi menjadi dua kategori berdasarkan metodologi: analisis konvensional (klasik) dan analisis terkini. Reaksi kimia biasa, titrasi, dan sistem non-instrumental lainnya digunakan dalam analisis konvensional. Analisis modern, di sisi lain, mengacu pada analisis yang dilakukan dengan menggunakan instrumen seperti spektrofotometer, kromatografi, dll. Analisis kimia dibagi lagi menjadi lima kategori menurut jumlah yang dianalisis: makro (>100 mg), semimikro (10-100 mg), mikro (0,001 g), ultra mikro (0,001 mg), dan submikro (0,01 µg).

1.4 Teknik Analisis Kualitatif

Beberapa prosedur analisis kualitatif meliputi:

- a. Metode Penyaringan: Saat menyaring, jangan sampai saringan penuh; cairan hanya boleh sampai dan berhenti 1 cm di bawah tepi kertas saring dan 1 cm di bawah tepi corong.
- b. Metode untuk mencuci endapan dari kertas saring adalah dengan mengarahkan aliran air dari botol pencuci dengan gerakan memutar ke arah endapan, pertama-tama di sekitar tepi atas kertas saring. Setelah setiap pencucian, kertas filter diisi antara setengah dan dua pertiga.
- c. Metode pelarutan pengendapan:
 - 1) Lubang kecil dibuat dengan batang pengaduk di dasar kertas saring, dan pelarut disemprotkan ke endapan untuk mengumpulkannya dalam tabung reaksi atau gelas kaca kecil.
 - 2) Filtrat dikeluarkan dari corong, dilarutkan dalam gelas kaca, dan kertas saring diganti.
- d. Metode Pengenceran dilakukan dengan memasukkan asam atau basa kuat ke dalam air, bukan sebaliknya, jika beratnya

lebih besar daripada air. Asam sulfat pekat harus ditangani dengan hati-hati.

1.5 Tahapan-Tahapan Dalam Analisis Kimia

Apakah air sumur di suatu lokasi layak digunakan sebagai sumber air minum? Apakah dengan mewajibkan uji emisi kendaraan bermotor dapat mengurangi polusi udara? Apakah sampel makanan layak dan aman untuk dimakan? Analisis kimia diperlukan untuk menjawab pertanyaan-pertanyaan tersebut. Kemampuan untuk mengubah pertanyaan-pertanyaan ini menjadi isu atau masalah yang dapat diselesaikan melalui analisis kimia diperlukan oleh seorang ahli kimia analisis. Ia juga harus mampu memilih atau menemukan metode yang sesuai untuk melakukan perhitungan dan pengukuran untuk memberikan jawaban atas pertanyaan-pertanyaan ini. Seorang ahli kimia analisis harus dapat menjelaskan temuan dari perhitungannya sehingga pihak lain yang berkepentingan dapat dengan mudah memahaminya setelah analisis selesai.

Pendekatan yang berbeda diperlukan ketika menganalisis komponen yang sama namun dari sumber yang berbeda. Ambil contoh kadar alkohol dalam darah dan minuman. Meskipun teknik pengukurannya sama, akan ada perbedaan dalam prosedur pengambilan sampel dan persiapan sampel. Prosedur analisis yang baik mencakup beberapa langkah. Ini adalah tindakan yang umum dilakukan dalam proses analisis kimia.

- a. Memformulasikan pertanyaan/permasalahan, yaitu mengubah masalah saat ini menjadi pertanyaan tertentu yang dapat ditangani atau diselesaikan dengan menggunakan perhitungan kimia. Pertimbangkan pertanyaan, Apakah sampel makanan aman dan layak untuk dikonsumsi? Kemudian, pertanyaan yang lebih spesifik adalah sebagai berikut: (1) Zat apa saja yang terdapat

dalam makanan tersebut? (2) Berapa banyak kandungan setiap zat kimia, atau berapa konsentrasinya?

b. Pemilihan prosedur

Pada tahap ini, penting untuk mengeksplorasi literatur untuk mendapatkan pendekatan yang dapat diterapkan atau, jika perlu, mengadaptasi pendekatan yang sudah ada untuk perhitungan spesifik yang diperlukan. Mungkin terdapat sejumlah prosedur yang dapat digunakan, dan satu prosedur dapat dipilih setelah mempertimbangkan berbagai faktor. Jenis dan jumlah bahan yang akan dianalisis, tingkat akurasi dan presisi yang diinginkan, jumlah waktu yang dibutuhkan, dan peralatan yang tersedia adalah beberapa faktor yang dapat dipertimbangkan.

c. Pengambilan sampling.

Langkah ini melibatkan pemilihan sampel yang khas dari sampel lengkap (populasi) yang akan diteliti. Karena pemilihan atau pengambilan sampel yang salah akan menghasilkan hasil analisis yang tidak akurat, pengambilan sampel ini sangat signifikan. Ada dua jenis sampel yaitu sampel yang bersifat homogen dan sampel yang bersifat heterogen. Sampel yang homogen memiliki susunan yang sama secara keseluruhan. Sedangkan sampel heterogen adalah sampel yang komposisinya bervariasi tergantung pada bagian atau lokasinya.

d. Penyiapan sampel

Banyak masalah kimia analisis dimulai dengan bahan yang tidak sesuai untuk studi laboratorium, seperti air dari sungai atau danau, jaringan tubuh manusia, wadah makanan, dan lain-lain. Oleh karena itu, persiapan sampel diperlukan untuk memastikan bahwa sampel yang diambil sesuai dengan proses analisis yang digunakan di laboratorium yang dipilih. Pada tahap ini bulk sampel

diekstrak sehingga diperoleh sampel yang homogen dan dapat dianalisis di laboratorium.

Sampel dapat diperlakukan sedemikian rupa misalnya melalui pengeringan, pelarutan, pengaturan pH, oksidasi/reduksi, dll sehingga siap untuk dianalisis di laboratorium. Sampel dapat disiapkan untuk pemeriksaan laboratorium dengan berbagai cara, seperti pengeringan, pelarutan, penyesuaian pH, oksidasi/reduksi, dll.

Persiapan sampel juga dapat melibatkan isolasi komponen untuk analisis atau pemisahan kontaminan yang mengganggu. Karena elemen yang mengganggu dapat bereaksi atau mengganggu prosedur pengukuran, pemisahan ini kadang-kadang diperlukan.

e. Pengukuran

Pada tahap ini dilakukan pengukuran konsentrasi. Pengulangan juga perlu dilakukan untuk mendapatkan ketidakpastian pengukuran dan mengantisipasi kesalahan (error) dalam pengukuran.

f. Pelaporan dan interpretasi hasil

Analisis harus disajikan dengan cara yang mudah dipahami dan sesuai dengan target pembaca. Temuan analisis dapat ditinjau oleh para ahli pada kesempatan tertentu, tetapi juga dapat ditulis dengan mempertimbangkan pembaca umum.

g. Menarik kesimpulan

Kadang-kadang kesimpulan ini dibuat tanpa keterlibatan analis, seperti ketika departemen produksi suatu pabrik melakukan peningkatan efisiensi produksi atau ketika pembuat kebijakan membuat pilihan. Oleh karena itu, pelaporan dan interpretasi data yang akurat diperlukan untuk mencegah kesalahpahaman.

1.6 Aplikasi Kimia Analisis

Kimia analitis memiliki fungsi tidak hanya di bidang kimia tetapi juga di cabang ilmu pengetahuan alam lainnya, serta dalam kehidupan sehari-hari atau masyarakat. Kedokteran, farmasi, biologi, pertanian, geologi, mineralogi, industri, kesehatan masyarakat, dan kontaminasi lingkungan adalah beberapa contohnya. Penggunaan kimia analitis diilustrasikan di bawah ini.

Di bidang pertanian, misalnya, biasanya diutamakan untuk mencapai hasil panen yang tertinggi; oleh karena itu, komposisi tanah perlu dipelajari untuk menentukan pupuk yang tepat untuk digunakan. Teknik analisis yang berbeda diperlukan dalam profesi medis untuk mengidentifikasi elemen atau senyawa yang ada dalam sampel darah, urin, cairan tubuh, dan cairan tubuh lainnya. Kontrol kualitas yang berkelanjutan diperlukan dalam industri kimia, farmasi, makanan, dan kosmetik. Analisis kimia, termasuk analisis kualitatif dan kuantitatif, memberikan dasar untuk pengendalian kualitas dalam produksi.

Polutan dari berbagai operasi industri memiliki efek negatif terhadap kesehatan. Untuk menentukan tingkat polusi, pemeriksaan kualitatif sampel udara, air, dan tanah harus dilakukan. Analisis kimia sering digunakan di rumah sakit untuk membantu diagnosis penyakit dan pemantauan kondisi. Konstituen dari beragam makanan, minuman, obat-obatan, dan kosmetik diperiksa untuk menjamin pelestarian kesehatan masyarakat.

DAFTAR PUSTAKA

- Eka, R. 2013. *Rahasia Mengetahui Makanan Berbahaya*. Guepedia.
- Jogiyanto Hartono, M. (Ed.). 2018. *Metoda Pengumpulan Dan Teknik Analisis Data*. Penerbit Andi
- Kristianingrum, S. 2012, June. Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel Dan Efeknya. In *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan Dan Penerapan MIPA, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta* (Vol. 2)
- Lukum, A., Isa, I., Iyabu, H., & Kunusa, W. R. 2022. *Dasar-Dasar Kimia Analitik*. Uwais Inspirasi Indonesia.
- Murnita, M., & Taher, Y. A. 2021. Dampak Pupuk Organik Dan Anorganik Terhadap Perubahan Sifat Kimia Tanah Dan Produksi Tanaman Padi (*Oriza Sativa L.*). *Menara Ilmu*, 15(2).
- Situmorang, M. 2012. *Kimia Analitik-I (Kimia Analitik Dasar)*.
- Sulistiyarti, H. 2017. *Kimia Analisa Dasar Untuk Analisis Kualitatif*. Universitas Brawijaya Press.
- Subamia, I. D. P., Sriwahyuni, I. G. A. N., & Widiasih, N. N. 2019. Analisis Resiko Bahan Kimia Berbahaya Di Laboratorium Kimia Organik. *Wahana Matematika Dan Sains: Jurnal Matematika, Sains, Dan Pembelajarannya*, 13(1), 49-70.
- Wati, J., & Adelina, R. 2022. *Pemanfaatan Metabolit Sekunder Dalam Berbagai Bidang*. Penerbit Lakeisha

BAB 2

PEMERIKSAAN PENDAHULUAN DALAM KIMIA ANALISIS KUALITATIF

Oleh Fathur Rahman Ma'rifatullah

2.1 Pendahuluan

Ion terlarut dapat ditemukan di mana-mana, termasuk di sampah, air, sungai, dan cairan lainnya. Dalam ilmu kimia, proses identifikasi kation dan anion memerlukan suatu teknik yang dikenal dengan analisis kualitatif. Analisis kualitatif pendahuluan dapat dilakukan dengan berbagai cara. Karakteristik fisik dan kimia sampel dapat digunakan untuk analisis dan identifikasi ion.

Instrumen sederhana yang ditemukan di sebagian besar laboratorium dapat digunakan untuk membangun pendekatan analisis kualitatif untuk sifat fisik dan kimia. Warna, bau, adanya gelembung gas, dan produksi endapan adalah contoh kualitas fisik yang mudah diamati yang dapat digunakan sebagai petunjuk untuk penyelidikan lebih lanjut.

Suatu unsur kimia dalam suatu sampel dapat diidentifikasi dengan menggunakan analisis kualitatif, yaitu suatu prosedur atau metode. Salah satu pendekatan paling sederhana dan paling andal untuk menentukan unsur dan ion mana yang ada dalam suatu larutan adalah melalui analisis kualitatif. Reagen selektif, sensitif, dan spesifik digunakan dalam teknik analisis kualitatif. Tujuan dari reagen ini adalah untuk mengidentifikasi kandungan kation atau anion dari suatu larutan.

2.2 Kimia Analisis Kualitatif

Bidang studi yang dikenal sebagai kimia analitik adalah bagian dari kimia. Bidang analisis kimia mencakup berbagai disiplin ilmu. Pemisahan dan identifikasi, untuk menentukan jenis bahan yang ada dalam sampel, dan kuantifikasi, untuk menentukan jumlah unsur atau senyawa kimia yang ada dalam sampel, adalah dua tujuan utama kimia analitik. (Raputradika, 2019)

Kimia analitik dapat dipecah menjadi dua kubu yang berbeda, berdasarkan metodologi pilihan mereka: analisis klasik dan analisis instrumental. Analisis kimia tradisional bergantung pada reaksi yang stabil secara stoikiometri. Karena perhitungan kimia digunakan untuk menentukan konsentrasi suatu komponen dalam sampel, teknik ini juga dikenal sebagai "metode absolut". Sedangkan sifat fisikokimia zat menjadi dasar analisis instrumental. (Maharani, 2019)

Analisis kimia laboratorium lebih mementingkan penentuan konsentrasi relatif unsur atau ion individu dalam suatu unsur atau campuran tertentu. Analisis terdiri dari dua langkah dasar: menentukan komponen mana yang membentuk senyawa dan berapa banyak komponen yang ada. Analisis kuantitatif memerlukan bagian perkiraan, sedangkan analisis kualitatif digunakan untuk bagian identifikasi. (Yusuf, 2019)

Kimia analitik mencakup penggunaan analisis kualitatif untuk mengidentifikasi, mengkarakterisasi, dan memverifikasi sampel yang tidak diketahui dengan mengamati sifat kimia dan fisiknya. Dengan menggunakan analisis kualitatif, kita dapat menentukan apakah sampel memang mengandung zat yang dihipotesiskan. Analisis kualitatif zat anorganik. (Wardaya, 2023).

Mengisolasi dan menamai zat tertentu adalah inti dari analisis kualitatif. Analisis kuantitatif melibatkan penghitungan berapa banyak bahan tertentu yang dimasukkan dalam sampel. Untuk menentukan jenis senyawa apa yang ada dalam larutan tertentu, para ilmuwan menggunakan analisis kualitatif. Ketika

belajar kimia dan unsur-unsur dan ion-ionnya dalam larutan, analisis kualitatif adalah salah satu alat paling berguna yang Anda inginkan. (Saputri, 2021)

Analisis kualitatif ini bermanfaat karena cepat dan mudah dilakukan. Bahan yang digunakan juga cukup mendasar, murah, dan mudah diakses. Masalahnya, bagaimanapun, adalah bahwa datanya tidak terlalu tepat. sehingga diperlukan lebih banyak penelitian. Namun, metode analisis kualitatif ini dapat digunakan sebagai data atau tahap awal analisis untuk mempelajari atau mendapatkan perspektif tentang suatu sampel.

2.3 Pemeriksaan Pendahuluan

Penelitian kualitatif dapat dikaji dari berbagai sudut. Karakteristik kimia dan fisik ion memungkinkan klasifikasinya. Beberapa prosedur analitik kualitatif kontemporer dapat membedakan ion pada konsentrasi yang sangat rendah berdasarkan ciri fisiknya, seperti warna, spektrum serapan, spektrum emisi, atau medan magnet. Pertama, ada pemeriksaan pendahuluan; kedua, penyelidikan kation; dan ketiga, pemeriksaan anion.

Tes pendahuluan adalah prosedur kualitatif yang mengidentifikasi ion berdasarkan karakteristik fisik dan kimianya, seperti warna, bau, pembentukan gelembung, dan produksi endapan, seperti yang tersirat dalam definisi. Warna, bau, bentuk, kelarutan, pemanasan dalam tabung reaksi, dan uji nyala adalah bagian dari analisis pendahuluan untuk bahan padat. Warna, bau, kelarutan, dan keasaman adalah langkah pertama dalam menganalisis sampel cairan.

Langkah pertama dalam analisis kualitatif adalah pemeriksaan pendahuluan, yang biasanya meliputi pengamatan sifat fisik sampel. Pengujian kering (dengan melihat warna, pH, dan bau zat) merupakan bagian dari pemeriksaan pendahuluan yang digunakan untuk pemeriksaan padatan. Pemanasan, uji nyala,

manik-manik boraks, manik-manik fosfat, manik-manik natrium karbonat, dan uji reduksi arang juga merupakan bagian dari rangkaian pengujian awal.

2.4 Uji Kering

2.4.1 Pengamatan Warna

Warna, bau, bentuk, kelarutan, pemanasan dalam tabung reaksi, dan uji nyala adalah tempat yang baik untuk memulai saat menganalisis sampel padat. Warna, bau, kelarutan, dan keasaman adalah langkah pertama dalam menganalisis sampel cairan. Bau, bentuk sampel, dan warna jika dilarutkan dalam air adalah titik awal yang baik untuk mengevaluasi suatu bahan. Informasi awal yang berguna untuk penyelidikan selanjutnya meliputi warna, bau, pembentukan gelembung gas, dan pembentukan endapan.

Tabel 2.1. Warna bahan kimia

Warna	Nama Bahan Kimia
Merah	Pb_3O_4 , HgI_2 , $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
Hijau	Garam-garam besi II, garam-garam nikel dan CuCl_2
Kuning	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, FeCl_3 dan kromat
Biru	Garam-garam kobalt anhidrat, garam-garam tembaga (II) berhidrat
Hitam	MnO_2
Coklat	Fe_3O_4
Merah Jambu	Garam-garam dari mangan dan kobalt yang berhidrat

Sumber: Pratiwi, 2018

Penting untuk memperhatikan warna larutan ketika bahan kimia dilarutkan dalam air atau asam encer karena dapat mengandung informasi penting. Berikut adalah beberapa ilustrasi dari berbagai rona yang dapat diambil oleh ion dalam larutan air.

Tabel 2.2. Warna beberapa ion dalam larutan

Warna	Ion dalam larutan
Merah	Pb_3O_2 , As_2S_2 , HgO , HgI_2 , HgS , Sb_2S_3 , CrO_3 , Cu_2O , $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, bikromat
Hijau	$\text{Ni}(\text{II})$, $\text{Fe}(\text{II})$, $\text{Cr}(\text{III})$, $\text{Cu}(\text{II})$, Cr_2O_3 , Hg_2I_2 , K_2MnO_4
Kuning	$\text{Fe}(\text{III})$, CdS , As_2S_3 , SnS_2 , PbI_2 , HgO , $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, kromat
Biru	$\text{Cu}(\text{II})$, Co
Hitam	PbS , CuS , CuO , HgS , FeS , MnO_2 , CoS , NiS , Ni_2O_3 , Ag_2S
Coklat	$\text{Fe}(\text{II})$, PbO_2 , CdO , Fe_3O_4 , Ag_3AsO_4 , SnS , Fe_2O_3 , $\text{Fe}(\text{OH})_3$
Merah Jambu	$\text{Mn}(\text{II})$ dan $\text{Co}(\text{II})$

Sumber: Pratiwi, 2018

Tidak mungkin membuat kesimpulan tegas dari pengamatan warna; misalnya, larutan berwarna coklat kemerahan tidak selalu mengandung PbO_2 dan unsur lainnya.

H_2O , alkohol, aseton, eter, asam asetat, ester, amonia, asam sulfat, dan asam klorida adalah beberapa contoh cairan tidak berwarna. Alkohol, ester, asam asetat, dan amonia adalah beberapa contoh senyawa yang memiliki bau khas.

2.4.2 Pengamatan asam atau basa

Air dan sedikit bahan kimia digabungkan, dan hasilnya diperiksa menggunakan selemba kertas lakmus. Warna kertas lakmus biru akan berubah menjadi merah dalam larutan asam, sedangkan warna kertas lakmus merah akan berubah menjadi biru dalam larutan basa. Indikator universal atau pH meter juga dapat digunakan untuk menentukan tingkat keasaman suatu zat.

2.4.3 Pengamatan Bau

Bau seringkali memberikan isyarat yang benar selama pengamatan, khususnya analisis kualitatif. Kemampuan zat kimia untuk menghasilkan gas memberikan sifat atau petunjuk unik tentang sampel. Kecuali gas berbau, mungkin sulit untuk mengidentifikasi keberadaan bahan kimia, terutama yang berbahaya dan beracun (B3). Gas tanpa pewangi atau tidak berbau tidak dapat dianggap bebas B3. Amonia (NH_3), formaldehida (HCHO), asam klorida (HCl), asam asetat (CH_3COOH), sulfur oksida (SO_2), klorin (Cl_2), dan ozon adalah beberapa contoh zat korosif gas. (O_3).

Hanya detektor khusus yang dapat mengidentifikasi adanya bau berupa gas berbahaya/beracun yang tidak berbau. Mengenai bau atau gas, maka akan muncul bau khas suatu zat. (dalam bentuk gas). Gas tanpa bau termasuk freon, karbon dioksida, nitrogen, hidrogen, sinar radioaktif, dan hidrogen. (gas pendingin). Sedangkan gas berbau antara lain sulfur dioksida, amonia, uap asam, dan molekul hidrokarbon. (Utomo, Suratmin 2012)

2.5 Pemanasan

Untuk mengamati suatu zat yang bila dipanaskan menunjukkan gejala seperti sublimasi, peleburan, atau penguraian yang disertai dengan perubahan warna, atau untuk mengamati gas yang dapat dilepaskan dan diidentifikasi sifat-sifatnya yang khas, pemanasan digunakan dalam analisis kualitatif. sampel dalam

tabung reaksi. Rahasiannya adalah dengan memasukkan sejumlah kecil zat ke dalam tabung reaksi kaca lunak dan memanaskannya dalam nyala Bunsen. dengan api yang lemah pada awalnya, kemudian api yang lebih kuat.

Tabel 2.3. Uji Pemanasan (perubahan warna)

Pengamatan	Kesimpulan
Merah sampai hitam ketika panas, coklat ketika dingin	Fe_2O_3
Hijau muda ketika dingin, putih ketika panas	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (dengan penguraian)
Kuning ketika panas, putih ketika dingin	SnO_2 atau Bi_2O_3
Kuning ketika panas dan dingin	PbO dan beberapa garam Pb
Biru ketika dingin, putih ketika panas	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (dengan penguraian)
Menghitam (karena karbon memisah), sering disertai pembakaran	Zat-zat organik (contoh: tartrat dan sitrat)
Menghitam, tak disertai pembakaran atau bau	Garam-garam Cu , Mn , dan Ni pada suhu yang tinggi sekali
Coklat ketika panas dan dingin	CdO dan banyak garam Cd

Sumber: Pratiwi, 2018

Tabel 2.4. Uji Pemanasan (terbentuk sublimat)

Pengamatan	Kesimpulan
Sublimat abu-abu, mudah digosok menjadi butir-butir bulat	Hg
Sublimat abu-abu baja; bau bawang putih	As
Sublimat hitam-biru; uap lembayung	I
Sublimat putih	HgCl ₂ , HgBr ₂ , ammonium halide, Sb ₂ O ₃ , senyawa-senyawa organic tertentu yang mudah menguap (asam oksalat, asam benzoate)
Sublimat kuning	S (melebur ketika dipanaskan), As ₂ S ₃ , HgI ₂ (merah bila digosok dengan batang kaca)

Sumber: Pratiwi, 2018

Tabel 2.5. Uji Pemanasan (terbentuk gas dan uap)

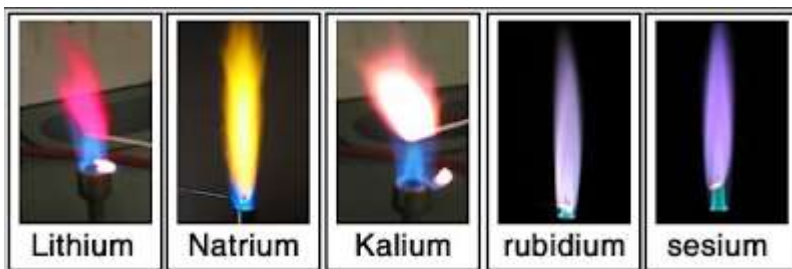
Pengamatan	Kesimpulan
Keluar Cl ₂ (gas hijau-kekuningan)	Klorida-klorida tidak stabil, missal dari Cu, Au, dan Pt; klorida asam yg disertai zat-zat pengoksidasi
Keluar Br ₂ (uap coklat-kemerahan)	Bromida-bromida tidak stabil, missal dari Cu, Au, dan Pt; Bromida asam yg disertai zat-zat pengoksidasi
Keluar air; uji dengan kertas lakmus	Garam ammonium, garam asam, asamoksi, hidroksida

Keluar CO ₂ (mengeruhkan air kapur)	CO ₃ , H ₂ CO ₃ , C ₂ O ₄ , dan senyawa-senyawa organic
Keluar Oksigen	NO ₃ , ClO, ClO ₄ , BrO ₃ , IO ₃
Asap coklat tua atau kemerahan	Nitrat atau nitrit dari logam berat
Keluar Aseton (terbakar dengan nyala cemerlang)	Asetat
Keluar fosfina (bau ikan; mudah terbakar)	Fosfit dan hipofosfit
Keluar SO ₂ (bau belerang yg terbakar)	Sulfit, Sulfat-sulfat tertentu, dan tiosulfat
Keluar Iod (uap lembayung yg mengembum menjadi kristal hitam)	Iod dan iodida-iodida tertentu
Keluar H ₂ S (bau telur busuk)	Sulfida asam; sulfide berhidrat

Sumber: Pratiwi, 2018

2.6 Uji Nyala

Nyala api pembakar Bunsen dapat memiliki warna yang berbeda ketika terdapat senyawa logam tertentu. Logika sederhana dapat ditemukan dengan mengamati bagaimana nyala berubah warna. karena ketika dibakar dalam api Bunsen, beberapa logam menghasilkan rona nyala yang khas. Teknik ini sebenarnya sudah dicoba-dan-benar, namun masih cukup tepat untuk penelitian kualitatif.



Gambar 2.1. Contoh Warna nyala

(Sumber ; <https://www.materipelajaran.web.id/2015/10/pengertian-sifat-dan-manfaat-logam.html>)

Intinya, memanaskan suatu zat kimia dapat menyebabkan uji nyala. Kemudian akan mulai rusak, melepaskan bagian komponennya sebagai gas atau uap. Atom unsur logam kemudian dapat menyerap sejumlah energi tinggi. (keadaan tereksitasi). Atom logam tidak stabil dalam keadaan energi tinggi dan dapat dengan cepat kembali ke kondisi awalnya (energi rendah) dengan memancarkan energi yang diserap sebagai cahaya. Setiap atom unsur logam memiliki jumlah energi yang diterima atau dipancarkan berbeda. Warna nyala api yang dihasilkan oleh atom logam yang memiliki kemampuan untuk menyerap radiasi cahaya di area cahaya tampak dapat menunjukkan hal ini. Nyala api pembakar Bunsen dapat memiliki warna yang berbeda ketika terdapat senyawa logam tertentu. Logika sederhana dapat ditemukan dengan mengamati bagaimana nyala berubah warna. karena ketika dibakar dalam api Bunsen, beberapa logam menghasilkan rona nyala yang khas. Teknik ini sebenarnya sudah dicoba-dan-benar, namun masih cukup tepat untuk penelitian kualitatif.

Tabel 2.6. Hasil uji nyala

Simbol	Unsur	Warna
B	Boron	Hijau cerah
Ba	Barium	Hijau Kekuningan
Ca	Kalsium	Oranye – merah
Cs	Cesium	Biru
Cu (I)	Tembaga (I)	Biru
Cu (II)	Tembaga (II) non halide	Hijau
Cu (III)	Tembaga (II) halida	Biru-hijau
Fe	Besi	Emas
K	Kalium	Lembayung
Li	Lithium	Magenta
Mg	Magnesium	Putih terang
Mo	Molibdenum	Hijau kekuningan
Na	Natrium	Kuning
Fo	Fosfor	Hijau kebiruan
Pb	Timbal	Biru
Ru	Rubidium	Ungu-merah
Sb	Antimony	Hijau pucat
Se	Selenium	Biru azure
Sr	Stronsium	Merah tua
Te	Telurium	Hijau pucat

Sumber: Pratiwi, 2018

Gelas kobalt, yang berfungsi sebagai alat untuk menyerap polusi cahaya, juga dapat digunakan untuk mempelajari warna nyala api.

Tabel 2.7. Uji Nyala dengan kaca kobalt

Warna nyala	Warna nyala dengan kaca kobalt	Kesimpulan
Merah bata	Hijau muda	Ca
Merah tua	Ungu	Sr
Lembayung	Merah tua	K
Kuning-keemasan	Tidak ada warna	Na
Hijau kekuningan	Hijau kekuningan	Ba

Sumber: Pratiwi, 2018

2.7 Uji Manik

2.7.1 Uji Manik Boraks

Tes manik adalah teknik analitik yang digunakan untuk mendeteksi keberadaan logam tertentu; itu juga dikenal sebagai borax bead atau blister test. Uji ini dilakukan karena oksida logam ini berubah warna bila didiamkan pada nyala Bunsen. Logam dalam mineral dapat diidentifikasi dengan tes ini dengan membakarnya dalam nyala api dan kemudian melihat karakteristik warnanya berubah saat dingin.

Boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) adalah zat yang digunakan dalam analisis ini. Saat dipanaskan, H_2O kehilangan struktur kristalnya dan berubah menjadi B_2O_3 . Garam yang mengandung unsur-unsur seperti besi, kromium, mangan, kobalt, dan nikel dapat digunakan untuk membuat mutiara dengan berbagai warna cerah. Prosedurnya adalah sebagai berikut :

1. Ujung kawat nikrom dibersihkan dengan HCl kuat kemudian dibakar dengan api Bunsen untuk memaparkan daerah sampel.

2. Kawat nichrome dibentuk menjadi lubang seukuran kepala korek api dengan cara menekuk ujungnya.
3. Ujung kawat lampu Bunsen yang bercahaya dipanaskan dan ditetaskan ke dalam bubuk boraks. Pemanasan lambat dipertahankan sampai mutiara setransparan kaca.
4. Mutiara ditambahkan ke bubuk halus yang dipanaskan setelah dibuat dalam keadaan panas. Setelah dipanaskan dan didinginkan dalam nyala reduksi yang lebih rendah, kualitasnya diulang menggunakan nyala oksidasi yang lebih rendah.
5. Di bawah nyala api pengoksidasi dan pereduksi, warna nyala api yang dihasilkan di bawah suhu panas dan dingin dapat terlihat.
6. Tahapan sebelumnya dilanjutkan hingga warna yang diinginkan dihasilkan.
7. Proses ini diulangi hingga diperoleh warna yang dapat dilihat dengan jelas.

Tabel 2.8. Uji Mutiara Boraks

Nyala Oksidasi	Nyala Reduksi	Logam
Coklat-kemerahan ketika panas	Abu-abu atau hitam dan tak tembus cahaya ketika dingin	Ni
Coklat-kekuningan atau merah ketika panas, kuning ketika dingin	Hijau, ketika panas dan dingin	Fe
Biru, ketika panas dan dingin	Biru, ketika panas dan dingin	Co
Lembayung (kecubung) ketika panas dan dingin	Tak berwarna, ketika panas dan dingin	Mn
Kuning-tua ketika panas, hijau ketika dingin	Hijau, ketika panas dan dingin	Cr

Hijau ketika panas, biru ketika dingin	Tak berwarna ketika panas, merah tak tembus cahaya ketika dingin	Cu
--	--	----

Sumber: Pratiwi, 2018

Tabel 2.9. Warna Beberapa Logam pada Uji Mutiara Boraks

Logam	Nyala Oksidasi	Nyala Reduksi
Alumunium Tidak berwarna, buram	Tak berwarna (panas dan dingin), buram	Tidak berwarna, buram
Antimoni	Tidak berwarna, kuning atau coklat (panas)	Abu-abu dan buram
Barium	Tanpa warna	-
Bismut	Tidak berwarna, kuning atau kecoklatan (panas)	Abu-abu dan buram
Kadmium	Tanpa warna	Abu-abu dan buram
Kalsium	Tanpa warna	-
Cerium	Merah (panas)	Tak berwarna (panas dan dingin)
Khrom	Gelap kuning (panas), hijau (dingin)	Hijau (panas dan dingin)
Kobalt	Biru (panas dan dingin)	Biru (panas dan dingin)
Tembaga	Hijau (panas), biru (dingin)	Merah, buram (dingin), tidak berwarna (panas)
Besi	Kuning atau kecoklatan merah (panas dan dingin)	Hijau (panas dan dingin)

Timbal	Tidak berwarna, kuning atau kecoklatan (panas)	Abu-abu dan buram
Mangan	Merah (panas dan dingin)	Tak berwarna (panas dan dingin)
Nikel	Coklat. Merah (dingin)	Abu-abu dan buram (dingin)
Silikon	Tanpa warna	Tidak berwarna, buram
Perak	Tanpa warna	Abu-abu dan buram
Stronsium	Tanpa warna	-
Timah	Tak berwarna (panas dan dingin), buram	Tidak berwarna, buram
Titanium	Tanpa warna	Kuning (panas), violet (dingin)

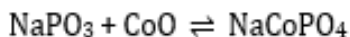
Sumber: Pratiwi, 2018

2.7.2 Uji Mekanik Fosfat

Natrium amonium hidrogen fosfat tetrahidrat $\text{Na}(\text{NH}_2)\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ digunakan dalam pengujian ini sebagai pengganti butiran boraks karena lebih cocok untuk mikrokosmos. Dalam prosedur berikut, natrium metafosfat dimasukkan ke dalam manik-manik yang bening dan tidak berwarna:



Itu berubah menjadi ortofosfat berwarna ketika bereaksi dengan oksida logam. Penggunaan garam kobalt memungkinkan produksi manik-manik fosfat biru.



Manik-manik yang dibuat dengan boraks seringkali lebih kental daripada yang terbuat dari fosfat. Oleh karena itu, warna fosfat yang biasanya mendekati warna manik-manik boraks, yang

biasanya lebih kuat, melekat dengan baik pada kawat nichrome atau platinum

Tabel 2.10. Warna Beberapa Logam pada Uji Mutiara Fosfat

Logam	Nyala Oksidasi	Nyala Reduksi
Besi	Panas : coklat kekuningan atau coklat kemerahan Dingin : kuning	Panas : kuning Dingin : tak berwarna
Kobalt	Panas : biru Dingin : biru	Panas : biru Dingin : biru
Kromium	Panas : hijau Dingin : hijau	Panas : hijau Dingin : hijau
Nikel	Panas : coklat Dingin : coklat	Panas : - Dingin : Abu-abu
Mangan	Panas : ungu Dingin : ungu	Panas : tak berwarna Dingin : tak berwarna
Tembaga	Panas : hijau Dingin : biru	Panas : tak berwarna Dingin : merah
Titanium	Panas : tak berwarna Dingin :tak berwarna	Panas : kuning Dingin : ungu
Uranium	Panas : kuning Dingin : hijau - kekuningan	Panas : hijau Dingin : hijau
Vanadium	Panas : kuning Dingin :kuning	Panas : - Dingin : hijau
Wolfram	Panas : kuning pucat	Panas : hijau
	Dingin : tak berwarna	Dingin : biru

Sumber: Pratiwi, 2018

2.7.3 Uji Manik Natrium Karbonat

Sejumlah kecil natrium karbonat dilebur dalam kawat platinum di atas api Bunsen untuk membuat manik-manik. Manik-manik yang terbuat dari natrium karbonat berwarna putih dan buram.

2.8 Tes Reduksi Arang

Sepotong arang kayu dikeruk untuk membuat lubang kecil untuk pengujian. Kristal garam dalam sampel larut ketika dibakar dalam nyala pengoksidasi di dalam rongga. Agen pengoksidasi hadir jika pembakaran terjadi. Na_2CO_3 anhidrat atau campuran lelehan api pereduksi adalah aditif umum untuk sampel. Karbonat terbentuk dari kation, dan garam alkali terbentuk dari anion, pada langkah pertama reaksi. Karbonat terurai menjadi oksida dan gas karbon dioksida, sedangkan arang berpori menyerap garam alkali. Oksida logam dapat mengalami reduksi tambahan atau tetap tidak berubah.

Urutan Kemudahan direduksi:

K, Na, Ba, Sr, Ca, Mg, Al, Mn, Zn, Cd, Fe, Co, Ni, Sn, Pb, Cu, As, Bi, Sb, Hg, Ag

Tabel 2.11. Uji reaksi dengan arang kayu

Pengamatan	Kesimpulan
Zat tak dapat melebur dan berpijar atau membentuk kerak diatas arang	Campurkan dengan Na_2CO_3 anhidrat
Zat melebur dan diserap oleh arang, atau membentuk manik cair	Garam-garam alkali dan beberapa garam alkali tanah
Zat terbakar dengan tiba-tiba	Nitrat, nitrit, klorat, perklorat, iodat, permanganate
Zat hancur menjadi serbuk	Garam-garam kristalin (misal NaCl, KCl)

Sumber: Pratiwi, 2018

Tabel 2.12. Pemijaran dengan Na_2CO_3 di atas arang

Pengamatan	Kesimpulan
Putih tak dapat lebur, berpijar ketika panas	BaO , SrO , CaO , MgO , Al_2O_3 , ZnO , SiO_2
Kerak tanpa logam: - Putih, kuning ketika panas - Putih, bau bawang putih - Coklat	ZnO As_2O_3 CdO
Logam tanpa kerak: - Partikel-partikel logam abu-abu yang tertarik magnet - Manik-manik yang dapat ditempa	Fe , Ni , Co Ag dan Sn (putih), Cu (serpih-serpih merah), Au
Kerak dengan logam: - Putih; logam getas - Kuning; logam getas - Kuning; logam dapat ditempa	Sb Bi Pb

Sumber: Pratiwi, 2018

DAFTAR PUSTAKA

- Maharani, Endang Tri Wahyuni., Yusrin. 2019. Urgensi Materi Instrumentasi Kimia Bagi Mahasiswa Analis Kesehatan. JPS: Jurnal Pendidikan Sains, 07(02), 188-194. https://jurnal.unimus.ac.id/index.php/JPKIMIA/article/download/5012/pdf_1.
- Pratiwi, Afifah Rizki dkk. 2018. Analisis Kualitatif Zat Anorganik. <https://www.slideshare.net/AfifahSjahbandi/analisis-kualitatif-zat-anorganik>.
- Raputradika. 2019. Kimia Analisis: Pengertian, Jenis, Metode, Fungsi dan Tahapan Analisis. <https://www.glosaria.com/2019/10/kimia-analisis.html>
- Sahirman. 2013. Analisis Kimia Dasar II. Jakarta: Kementerian Pendidikan Dan Kebudayaan Direktorat Jenderal Pendidikan Dasar Dan Menengah Direktorat Pembinaan Sekolah Menengah Kejuruan.
- Saputri, Lutfiya Neha. 2021. Analisis Kualitatif Kimia. <https://www.kompasiana.com/lutfiyanehasaputri3557/5ff7b2e78ede487a8f28bf22/analisis-kualitatif-kimia>
- Utomo, Suratmin. 2012. Bahan Berbahaya Dan Beracun (B-3) Dan Keberadaannya Di Dalam Limbah. Konversi, 01(01), 37-46. <https://media.neliti.com/media/publications/108282-ID-salah-satuupaya-penganekaragaman-makanan.pdf>
- Wardaya. 2023. Analisis Kualitatif. <https://www.wardayacollege.com/belajar-kimia/kimia-analitik/analisis-kualitatif/>
- Yusuf, Yusridar. 2019. Belajar Mudah Kimia Analisis. EduCenter Indonesia. <http://repository.uhamka.ac.id/1185/>

BAB 3

PENGGOLONGAN DAN PEMISAHAN KATION DALAM KIMIA ANALISIS KUALITATIF

Oleh Ariani H. Hutuba

3.1 Pendahuluan

Penentuan ion tertentu (kation/anion) dalam analisis kimia kualitatif memakai pereaksi selektif serta spesifik. Pereaksi yang selektif dan spesifik akan memberi reaksi yang ditandai dengan perubahan kimia, seperti perubahan warna, pembentukan gas, dan pembentukan endapan (Chang, 2005).

Analisis kualitatif kation mempunyai tujuan mengidentifikasi serta menganalisis kation di larutan sampel. Kation adalah ion dengan muatan positif, yang telah kehilangan satu ataupun lebih elektron. Pengelompokan beberapa kelompok kation berdasarkan kelarutan reagen untuk keperluan analisis kualitatif sistematis. Klasifikasi reagen yang digunakan disesuaikan dengan klasifikasi kation seperti asam klorida, hidrogen sulfida, amonium sulfida serta amonium karbonat (Svehla, 1985). Sedangkan guna melakukan deteksi anion tak menggunakan metode yang sistematis misalnya kation. Anion bisa dipisah menjadi kelompok utama, bergantung kelarutan garam perak, garam kalsium ataupun barium, serta garam seng (Day, 1989).

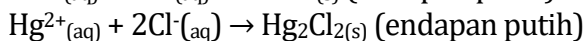
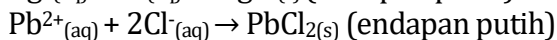
3.2 Penggolongan dan Pemisahan Kation

Sistematika pemisahan kation dengan analisis kualitatif yang sangat umum dan dikenal luas, pertama kali diperkenalkan oleh R. Fresenius pada tahun 1841, dan telah mengadopsi berbagai

modifikasi untuk menyempurnakan proses kation. Dalam sistem ini, klasifikasi kation disandarkan apakah sebuah kation memberi reaksi menghasilkan endapan ataupun tidak. Kation yang memberi reaksi dengan asam klorida menghasilkan endapan adalah kation golongan I. Kation golongan II yakni kation yang memberi reaksi dengan hidrogen sulfida menghasilkan endapan. Kation yang memberi reaksi dengan amonium sulfida menghasilkan endapan termasuk kation golongan III. Kation golongan IV yakni kation yang memberi reaksi dengan amonium karbonat menghasilkan endapan. Kation golongan V yakni kation yang tak menghasilkan endapan saat direaksi bersama pereaksi (Svehla, 1985).

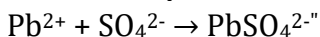
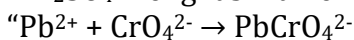
3.2.1 Kation Golongan I

Beberapa ion di golongan I yakni; Ag (Perak), Hg (Merkuri(I) atau Merkurius), dan Pb (Timbal). Terbentuk endapan putih antara lain; AgCl_2 , HgCl_2 , dan PbCl_2 . Berikut hasil reaksi kation golongan I yang direaksikan dengan asam klorida encer.

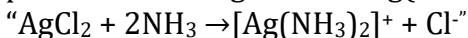


Mekanisme pemisahan kation golongan I bisa dijelaskan sebagai berikut (Vogel, 1989).

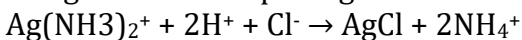
1. Pemisahan PbCl_2 dari endapan AgCl dan Hg_2Cl_2 dengan melarutkan air panas sehingga endapan PbCl_2 larut di air panas serta menghasilkan kristal misalnya jarum sesudah dingin, AgCl dan Hg_2Cl_2 tak bisa larut di air panas. Dengan adanya kenaikan suhu PbCl_2 bisa dipisah dari dua kation lainnya. Pb^{2+} bisa diadakan identifikasi lewat menambahkan K_2CrO_4 menghasilkan endapan kuning ataupun H_2SO_4 menghasilkan endapan putih.



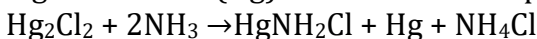
2. Pemisahan AgCl dan Hg_2Cl_2 dilakukan lewat menuang larutan amonia panas di endapan. AgCl larut di amonia panas serta menghasilkan $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$ yang stabil.



Filtrat Ag^+ bisa diidentifikasi lewat penambahan asam kuat HNO_3 . Ion H^+ pada asam kuat bakal mendekomposisi kompleks $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$ hingga Ag^+ bebas serta bereaksi bersama Cl^- menghasilkan endapan AgCl .



Sedangkan endapan Hg_2Cl_2 oleh larutan amonia panas menghasilkan merkuri(II) amidoklorida $\text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}$ serta logam Merkuri (Hg) membentuk endapan warna hitam.

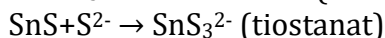
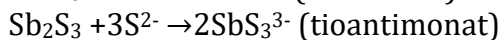
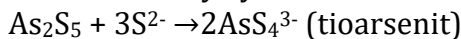


Filtrat Hg^+ dapat diidentifikasi dengan penambahan campuran asam kuat HCl serta HNO_3 dengan perbandingan 3:1. Campuran asam kuat ditambah tetes demi tetes kedalam $\text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}$ serta logam Merkuri (Hg) menghasilkan gas NO dengan warna coklat.

3.2.2 Kation Golongan II

Beberapa ion yang termasuk golongan II yakni; Hg (Merkurium (II)), Bi (Bismut (III)), Cd (Kadmium (II)), As (Arsenik (III) serta (V)), Cu (Tembaga (II)), Stibium(III) serta (V)), (Timah(II) serta (IV) dapat membentuk endapan lewat penambahan hydrogen sulfida di situasi asam, tetapi tak bisa bereaksi bersama asam klorida. Adanya penambahan hydrogen sulfida menghasilkan filtrat yang meliputi “sulfida logam IIA (HgS , PbS , Bi_2S_3 , CuS) serta sulfida logam golongan IIB (As_2S_3 , Sb_2S_3 , Sb_2S_5 , SnS_2)” (Vogel, 1989).

Pemisahan golongan IIA serta IIB terlebih dahulu lewat melarutkan NH_4Cl yang telah dijenuhkan dengan hydrogen sulfida. Golongan IIA sulfida logam tidak akan larut pada pereaksi ini, sedangkan golongan IIB sulfida logam larut serta membentuk garam tio. Reaksinya yakni:



Amonium sulfida $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ tak bisa melarutkan SnS , karenanya SnS wajib teroksidasi terlebih dulu. Ini bisa dilakukan lewat menambahkan hydrogen peroksida sebelum pengendapan sulfida ataupun ganti amonium sulfida dengan amonium polisulfida $((\text{NH}_4)_2\text{S}_2)$ yang bisa mengoksidasi kation. Mekanisme pemisahan serta identifikasi golongan IIA menggunakan asam sulfat (Vogel, 1964):

1. Endapan golongan IIA yang dihasilkan ditambahkan dengan asam kuat HNO_3 dan dididihkan perlahan selama 2 menit kemudian disaring hingga menghasilkan filtrat berwarna hitam (HgS). Endapan dikenali dengan cara melarutkan campuran NaOCl serta HCl untuk menghilangkan kelebihan Cl_2 serta didinginkan lalu ditambahkan larutan SnCl_2 , endapan putih berubah jadi abu ataupun hitam, hingga dinamakan Hg^{2+} .
2. Filtrat dapat punya kandungan nitrat Pb , Bi , Cu serta Cd . Uji Pb sebagian kecil menambahkan H_2SO_4 encer serta alkohol apabila terdapat endapan putih PbSO_4 yang memperlihatkan ada Pb lalu tambah lagi H_2SO_4 encer ke dalam sisa minuman, tambah 10 ml air lalu saring untuk menciptakan filtrat serta residu.

3. Residu putih (PbSO_4). Guna melakukan identifikasi, masukkan 2 mL amonium asetat 10% lewat berbagai penyaringan, ambil filtratnya lalu tambah tetesan asam asetat encer serta larutan K_2CrO_4 menghasilkan endapan kuning (PbCrO_4) memperlihatkan ada kation Pb.
4. Filtrat dibuat punya kandungan nitrat serta sulfat dari Bi, Cu serta Cd. Guna memisahkan kation, ditambah larutan NH_3 pekat lalu disaring guna menciptakan residu serta filtrat. Residu putih punya kandungan $\text{Bi}(\text{OH})_3$, guna mengidentifikasinya cuci residu serta larutkan dengan HCl encer lalu tambah natrium tetrahidroksostanat, lalu bakal membentuk endapan hitam memperlihatkan kandungan kation Bi. Filtrat punya kandungan $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4$ serta $\text{Cd}(\text{NH}_3)_4$. Apa yang bisa diadakan memakai uji nyala.

3.2.3 Kation Golongan III

Beberapa ion-ion yang masuk kation golongan III yakni; “Fe (Besi(II)) serta Besi(III)), Al (Aluminium), Cr (Kromium(II)), Co (Kobalt(II)), Nikel, Mn (Mangan(II)), serta Zn (Zink)”. Dengan penambahan ammonium sulfida di suasana amonik dapat membentuk endapan, tetapi kation golongan III tak dapat bereaksi bersama hydrogen sulfida. Adapun endapan yang terbentuk dengan penambahan ammonium sulfida antara lain; “FeS (hitam) $\text{Al}(\text{OH})_3$ (hijau), NiS (hitam), MnS (merah jambu) serta ZnS (putih)” (Wodak, 2002).

Sulfida yang dihasilkan dari kation golongan III lebih larut dibanding kation golongan II. Karenanya, guna menghasilkan endapan pada golongan III, konsentrasi ion H^+ pada garam sulfida dikurangi jadi 9-10 M atau pada pH 9.

penambahan amonium hidroksida serta amonium klorida lalu dijenuhkan bersama H_2S akan menghasilkan kesetimbangan: $6\text{H}_2\text{S} \rightarrow 2\text{H}^{++}\text{S}^{2-}$ geser ke kanan. Sehingga konsentrasi S^{2-} naik serta cukup dipakai melakukan

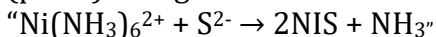
pengendapan kation golongan III. H₂S bisa diganti memakai (NH₄)₂S.

Penambahan amonium hidroksida serta amonium klorida bisa menghindari potensi pengendapan Mg jadi Mg(OH)₂ (Day, 1989). Penambahan dua pereaksi mengakibatkan pengendapan “kation Al³⁺, Fe³⁺ serta Cr³⁺ yang jadi hidroksidanya, Fe(OH)₃ (merah), Al(OH)₃ (putih) serta Cr(OH)₃ (putih)”.

Residu di pemisahan golongan III kemungkinan punya kandungan golongan IIIA yakni MnO⁻, Fe(OH)₃, Cr(OH)₃, dan Al(OH)₃. Dilakukan penambahan NaBO₃·4H₂O dan NaOH untuk memisahkan larutan residu dan filtrat. Residu yang dihasilkan dilakukan identifikasi pada kation. Bagi uji MnO⁻, ditambah H₂O₂ serta H₂SO₃, apabila larutan dengan warna lembayung memperlihatkan kation MnO⁻ ada. Lalu uji Fe(OH)₂, di endapan ditambah larutan HCl serta KSCN, jika menciptakan endapan biru, memperlihatkan Fe ada, lewat adanya endapan K₄[Fe(CN)]₆.

Hasil Filtrat punya kandunagn kation CrO₄²⁻ dan [Al(OH)₄] dilakukan identifikasi terhadap kation. untuk mengidentifikasi CrO₄²⁻ ditambah larutan asam asetat serta Pb, menciptakan endapan kuning, endapan PbCrO₄ memperlihatkan kation CrO₄²⁻ ada. Selanjutnya guna melakukan identifikasi [Al(OH)₄] ditambah larutan HCl serta NH₃ memproduksi endapan putih Al(OH)₃ memperlihatkan [Al(OH)₄] kation ada.

Hidroksida kation mulanya mengendap namun penambahan amonium hidroksida yang terlalu banyak mengakibatkan hidroksida kation itu jadi kompleks “Zn(NH₃)₄²⁺, Ni(NH₃)₆²⁺, Co(NH₃)₆²⁺ larut”. Ion sulfida bisa bereaksi bersama “Zn(NH₃)₄²⁺, Ni(NH₃)₆²⁺, Co(NH₃)₆²⁺ membentuk endapan sulfida CoS (hitam), NiS(hitam), serta ZnS (putih)” dengan reaksi:



Mn^{2+} serta Fe^{2+} bereaksi menghasilkan endapan sulfida FeS serta MnS . Lalu bisa diuji identifikasi pada kation: Guna identifikasi Co , bisa diadakan lewat uji manik boraks. Apabila biru memperlihatkan Co ada. Untuk identifikasi Ni , bisa diadakan lewat penambahan residu 2ml larutan NH_4Cl , NH_3 , reagensia dimetilglioksima berlebih mencetak endapan merah memperlihatkan Ni ada.

Filtrat punya kandungan Mn^{2+} serta Zn^{2+} . Guna memisahkan kedua kation ini bisa lewat mendidihkan filtrat hingga H_2S hilang lalu dinginkan serta tambah larutan NaOH lalu ditambah 1 ml larutan H_2O_2 3% didihkan 3 menit lalu saring.

3.2.4 Kation Golongan IV

Kation golongan ini mengendap menjadi karbonatnya di suasana netral karena amonium klorida. Endapannya yakni BaCO_3 , CaCO_3 , serta SrCO_3 warnanya putih. Garam logam alkali tanah dipakai memisahkan satu sama lain yakni “kromat, karbonat, sulfat dan oksalat kation golongan IV” yakni golongan diendapkan pereaksi amonium karbonat sesusah kation I, II, serta III diendapkan. Pemisahan di golongan ini misalnya kation golongan klorida, terisolasi disebabkan diendapkan serta terpisah Bersama yang lain.

BaCrO_4 tidak larut di asetat encer, SrCrO_4 serta CaCrO_4 larut hingga dua-duanya tak diendapkan di asam asetat encer.
 $\text{Ba}^{2+} \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow \text{BaCrO}_4$

Jika menambah larutan amonium sulfat jenuh serta dipanaskan hingga basa SrSO_4 mengendap sesudah dibiarkan diam. Ion Ca^{2+} dilakukan identifikasi lewat pengendapat CaC_2O_4 sesuai uji nyata.

Kation golongan ini tak bereaksi bersama reagensia golongan I, II serta III. Kation di golongan ini menghasilkan endapan ammonium karbonat dengan ammonium klorida

netral. Kation golongan ini yakni kalsium, stronsium serta barium.

3.2.5 Kation Golongan V

Kation golongan V (Mg^{2+} , Na^+ , K^+ dan NH_4^+) Identifikasi ion-ion ini bisa melalui uji nyala, namun ion amonium tak bisa diperiksa filtrat IV. Disebut gugus residual sebab kation ini merupakan sisa kation sebelumnya diendapkan reagen kationik, serta tak ada reagen khusus yang bisa mengadakan pengendapan gugus kation ini.

Kation umum yang tak bereaksi bersama kelompok reagen sebelumnya terdiri dari “magnesium, natrium, kalium, amonium, litium, serta hydrogen”. Di antara kelompok kation ini, magnesium menunjukkan respons mirip kelompok keempat. Tetapi magnesium karbonat larut dengan garam amonium, hingga magnesium tak mengendap dengan kation golongan IV selama analisis sistem. Reaksi ion amonium mirip ion kalium sebab jari-jari ionik kedua ion sama.

3.3 Analisis Kualitatif Kation

Banyak reaksi yang menghasilkan presipitasi memainkan peran penting di analisis kualitatif. Endapan ini berupa kristal serta punya warna beda (Wodak, 2002). Pemisahan endapan bisa diadakan lewat penyaringan. Endapan ini terbentuk ketika larutan yang dimaksud jadi jenuh dengan zat yang dimaksud. Reagen pemilah kationik paling umum digunakan yakni asam klorida, hidrogen sulfida, amonium sulfida, serta amonium karbonat. Kation bereaksi dengan asam klorida membentuk endapan yakni kation golongan I, serta kation golongan II ialah kation bereaksi bersama hidrogen sulfida membentuk endapan. Kation bereaksi dengan amonium sulfida membentuk endapan masuk kation Golongan III. Kation golongan IV yakni kation bereaksi amonium karbonat

membentuk endapan. Kation golongan V ialah kation yang tidak membentuk endapan saat bereaksi bersama pereaksi itu.

DAFTAR PUSTAKA

- Achmad, Hiskia. 2012. *Kimia Analitik Kualitatif: Analisis Kualitatif Konvensional*. Bandung: PT. Citra Aditya Bakti
- Chang, Raymond. 2005. *Kimia Dasar Jilid 1*. Jakarta: Erlangga
- Day, R.A., Underwood, A.L. 1989. *Qualitative Analysis, 5th edition*. New Delhi: Prentice-Hall, Inc
- Svehla, G. (Setiono & Pudjaatmaka, alih bahasa). 1985. *Vogel Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi mikro, edisi 5 Jilid*. Jakarta: Kalman Media Pustaka
- Vogel, A.I. 1964. *Practical organic chemistry including qualitative organic analysis*. United States: Longmans Green
- Vogel, A.I. 1989. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry, 5th Edition*. New Jersey: Wiley
- Wodak, R., Meyer, M. 2002. *Introducing Qualitative Methods series*. United States: Sage Publications Ltd

BAB 4

PEMISAHAN DAN UJI IDENTIFIKASI GOLONGAN KATION

Oleh Anisa Tri Hutami

4.1 Analisa Kualitatif

Analisis kualitatif adalah suatu proses untuk mengetahui adanya suatu unsur atau senyawa kimia dalam cuplikan / sampel yang tidak diketahui. Analisa kualitatif dapat didefinisikan sebagai suatu pengujian yang dilakukan untuk menyelidiki unsur-unsur atau ion-ion yang terdapat dalam suatu larutan atau suatu campuran larutan. Dalam pemeriksaan ini dikenal 3 cara yaitu :

1. Analisa mikro, bahan yang digunakan lebih kecil dari 0,01 g.
2. Analisa semi mikro, bahan yang digunakan dalam analisis antara 0,1 – 1 g dalam 1 ml larutan.
3. Analisa makro, bahan yang digunakan antara 0,5 – 1 g dalam 20 ml larutan.

Ada dua jenis reaksi yang sering dilakukan dalam analisa kualitatif yaitu :

1. Reaksi basah (*wet reaction*), yaitu dengan cara menambahkan larutan yang mengandung zat tertentu yang sering disebut pereaksi (reagensia) ke dalam suatu larutan yang mengandung zat yang akan dianalisa.
2. Reaksi kering (*dry reaction*), yaitu mereaksikan sampel tanpa menggunakan medium pelarut, seperti reaksi dengan proses pemanasan (uji nyala) dan lain sebagainya. Uji nyala merupakan suatu uji yang dilakukan dalam analisa

kualitatif dengan cara mengamati warna api suatu sampel pada suatu sistem pembakar.

Untuk tujuan analisa kualitatif, hanya digunakan reaksi-reaksi yang mudah dan jelas dapat diamati. Hal ini dapat diketahui dengan adanya :

1. Pembentukan endapan
2. Perubahan warna
3. Pembentukan gas, dan sebagainya (Sahirman, 2021)

4.2 Analisis Kualitatif Sistematis Kation

Kation adalah ion yang memiliki muatan positif yang tertarik pada katode pada proses elektrolisis.

Analisis sistematis kation dilakukan untuk memisahkan dan mengidentifikasi kation yang umum diketahui dari campuran garam. Percobaan ini akan membantu menganalisis sifat dari kation dan memahami konsep pengendapan dan pembentukan kompleks pada titik equilibrium.

Tujuan percobaan adalah untuk mengenali atau mengidentifikasi kation dari campuran garam inorganik dengan menggunakan beberapa jenis uji dan percobaan.

Analisis sistematis dari campuran garam akan menghasilkan pemisahan kation yang diikuti dengan reaksi pengendapan.

Uji pendahuluan dari analisis kation ditampilkan dalam tabel berikut.

Tabel 4.1. Uji Pendahuluan Analisis Kation

No.	Nama Uji Pendahuluan
1	Pengamatan fisik
2	Uji Pemanasan Kering
3	Uji Nyala
4	Uji lubang arang
5	Uji manik boraks

4.3 Uji Pendahuluan Kation

1. Pengamatan Fisik

Perhatikan warna garam secara seksama, yang mungkin dapat memberikan informasi awal mengenai kation yang dikandungnya. Tabel 4.2 di bawah ini berisi karakteristik warna dari beberapa garam kation.

Tabel 4.2 : Karakteristik Warna dari Beberapa Ion Logam

Warna	Kation
Hijau muda, kuning, coklat	Fe^{2+} , Fe^{3+}
Biru	Cu^{2+}
Hijau cerah	Ni^{2+}
Biru, Merah, Ungu, Merah Muda	Co^{2+}
Merah muda muda terang	Mn^{2+}

2. Uji Pemanasan Kering

- Ambil kurang lebih 0,1 gram garam kering dan tuang ke dalam tabung reaksi yang bersih dan kering.
- Panaskan tabung reaksi di atas selama kurang lebih 1 menit dan amati warna residu Ketika panas dan juga Ketika residu dingin. Pengamatan dari perubahan tersebut dapat memberikan indikasi dari keberadaan kation, tetapi tidak dapat digunakan sebagai bukti yang cukup memadai.

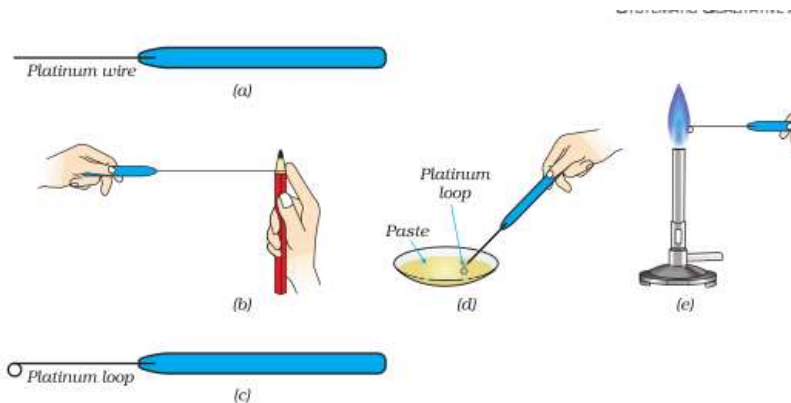
Tabel 4.3. Kesimpulan dari Perubahan Warna Garam akibat Pemanasan Kering

Warna Ketika dingin	Warna Ketika panas	Kesimpulan
Biru	Putih	Cu^{2+}
Hijau	Putih kotor atau kuning	Fe^{2+}
Putih	Kuning	Zn^{2+}
Merah muda	Biru	Co^{2+}

3. Uji Nyala

Bentuk klorida dari beberapa logam mempengaruhi warna khas dari api, karena bentuk klorida mudah menguap (volatil) pada api yang tidak berpendar. Uji ini dilakukan dengan bantuan kawat platina sebagai berikut :

- Buat lingkaran kecil pada salah satu ujung kawat platina
- Untuk membersihkan lingkaran kawat tersebut, celupkan ke dalam larutan asam klorida pekat dan bakar pada api.
- Ulangi langkah b sampai kawat tidak terlihat berwarna pada api.
- Letakkan 2 – 3 tetes asam klorida pekat pada gelas arloji bersih dan campur dengan sedikit garam yang akan diuji hingga membentuk pasta.
- Celupkan lingkaran kawat platina di dalam pasta dan dekatkan pada api.
- Amati warna api yang terbentuk dengan mata dan dengan menggunakan kaca biru, kemudian amati keberadaan ion logam dengan bantuan tabel X di bawah.



Tabel 4.4. Kesimpulan dari Uji Nyala

Warna api yang diamati dengan mata telanjang	Warna api yang diamati melalui kaca biru	Kesimpulan
Api hijau dengan pusat biru	Warna yang sama jika diamati tanpa kaca biru	Cu^{2+}
Merah tua	Ungu	Sr^{2+}
Hijau apel	Hijau kebiruan	Ba^{2+}
Merah bata	Hijau	Ca^{2+}

4. Uji Lubang Arang

Logam karbonat ketika dipanaskan dalam lubang arang akan terdekomposisi menjadi oksidanya. Oksida akan terlihat sebagai residu berwarna di dalam lubang arang. Kadang-kadang, oksida dapat direduksi menjadi logam oleh karbon di dalam lubang arang.

Uji lubang arang dilakukan sebagai berikut :

- a. Buat lubang kecil dalam balok arang dengan menggunakan alat pengebor arang kecil. Jangan berikan tekanan karena balok arang akan retak.
- b. Isi lubang dengan menggunakan 0,2 gram garam yang akan diuji dan sekitar 0,5 gram sodium karbonat anhidrous.
- c. Tambahkan dua tetes air di dalam lubang untuk melembapkannya, karena jika tidak, garam/campuran akan terhembus.
- d. Gunakan blowpipe untuk memanaskan garam di menggunakan api pereduksi dan amati warna dari oksida / butiran logam yang terbentuk di dalam lubang baik ketika panas atau pun dingin.

Tabel 4.5. Hasil dari uji lubang arang

Pengamatan	Kesimpulan
Terdapat residu kuning ketika panas dan abu-abu metalik ketika dingin	Pb^{2+}
Residu putih dengan bau seperti bawang putih	As^{3+}
Residu coklat	Cd^{2+}
Residu kuning ketika panas dan putih ketika dingin	Zn^{2+}

5. Uji Manik Boraks

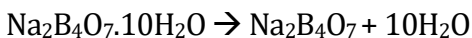
Uji ini dilakukan hanya untuk garam yang berwarna, karena boraks beraksi dengan garam logam untuk membentuk logam borat yang memiliki warna khas.

- a. Untuk melakukan uji ini, buatlah lingkaran pada ujung kawat platina dan panaskan dengan menggunakan api hingga berwarna merah menyala.
- b. Celupkan lingkaran kawat yang panas pada bubuk boraks dan panaskan kembali hingga boraks

membentuk manik transparan tak berwarna pada lingkaran kawat. Sebelum mencelupkan manik boraks pada garam satau campuran garam yang akan diuji, pastikan bahwa manik boraks transparan dan tak berwarna. Jika manik boraks berwarna, hal ini berarti kawat platina yang digunakan tidak bersih. Jika terjadi hal ini, buat Kembali manik boraks setelah kawat platina dibersihkan.

- c. Celupkan manik boraks pada sejumlah kecil garam kering dan panaskan sekali lagi di dalam api.
- d. Amati perubahan warna pada manok boraks dalam keadaan panas dan dingin.
- e. Untuk menghilangkan manok boraks pada kawat platina, panaskan kawat platina hingga berwarna merah dan ketuk kawat platina dengan menggunakan jari.

Pada saat pemanasan, boraks kehilangan kandungan air yang terkristalisasi dan terdekomposisi hingga menjadi sodium metaborate dan boraks anhidrat.



Boraks

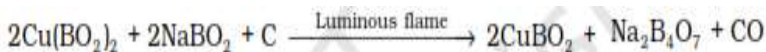


Pada perlakuan dengan garam logam, boraksi anhidrat membentuk metaborate dari logam tersebut yang memberikan warna berbeda pada api pengoksidasi dan api pereduksi. Sebagai contoh, pada uji tembaga sulfat, reaksi di bawah ini terjadi.



Dua reaksi dapat terjadi pada api pereduksi :

(1) $\text{Cu}(\text{BO}_2)_2$ yang berwarna biru direduksi menjadi tembaga metaborate sebagai berikut :



Atau

(2) Tembaga metaborate dapat tereduksi menjadi logam tembaga dan manik boraks tampak berwarna merah dan tidak tembus pandang.



Identifikasi awal dari ion logam dapat dilihat pada tabel 4.6 di bawah ini.

Tabe 4.6. Identifikasi awal dari ion logam

Pemanasan di api pengoksidasi (tidak berpendar)		Pemanasan di api pereduksi (berpendar)		Kesimpulan
Warna manik		Warna manik		
Saat dingin	Saat panas	Saat dingin	Saat panas	
Biru	Hijau	Merah takt embus cahaya (opaque)	Tidak berwarna	Cu ²⁺
Coklat kemerahan	Ungu	Abu-abu	Abu-abu	Ni ²⁺
Ungu terang	Ungu terang	Tidak berwarna	Tidak berwarna	Mn ²⁺
Kuning	Cokelat kekuningan	Hijau	Hijau	Fe ³⁺

6. Uji Rongga Arang (*Charcoal Cavity Test*)

Logam karbonat Ketika dipanaskan pada rongga arang terdekomposisi menjadi oksida. Oksida tampak berwarna di dalam rongga arang. Terkadang, oksida dapat tereduksi menjadi logam oleh karbon dari rongga arang.

Uji rongga arang dapat dilakukan sebagai berikut :

- a. Buat rongga kecil pada blok arang dengan menggunakan bora rang. Jangan tambahkan tekanan karena akan menyebabkan retakan.
- b. Isi rongga dengan 0,2 gram garam dan 0,5 gram sodium karbonat.
- c. Lembabkan garam di dalam rongga dengan satu atau dua tetes air, jika tidak, garam/ campuran akan terhembus.
- d. Gunakan pipa peniup untuk memanaskan garam menggunakan api yang berpendar (pereduksi) dan amati perubahan warna dari oksida / manik logam yang terbentuk di dalam rongga arang baik Ketika panas dan dingin.
- e. Selalu gunakan rongga yang baru dibor untuk menguji garam lainnya (NCERT, 2018).

4.4 Analisis Basah untuk Identifikasi Kation

Kation yang teridentifikasi dari uji awal di atas dapat dikonfirmasi dengan analisis sistematis yang akan dijabarkan di bawah.

Langkah penting pertama adalah menyiapkan larutan yang jernih dan transparan dari garam yang akan diuji. Larutan ini disebut sebagai 'larutan awal' (original solution). Larutan awal dipersiapkan sebagai berikut :

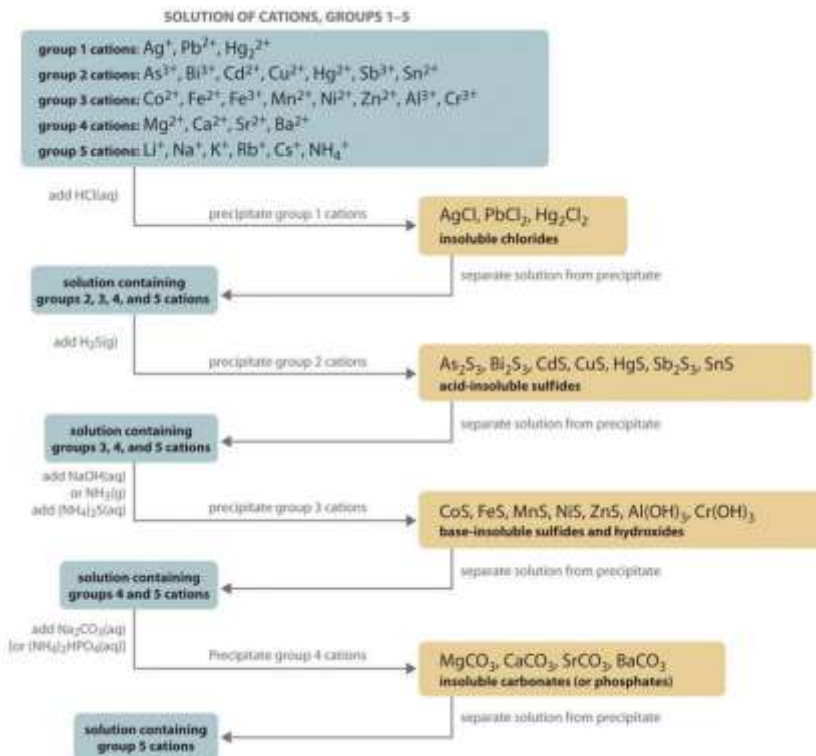
1. Pembuatan Larutan awal

Untuk menyiapkan larutan awal, langkah-langkah di bawah diikuti satu per satu sesuai dengan urutan. Jika garam

tidak larut pada suatu jenis pelarut bahkan jika dipanaskan, coba pelarut selanjutnya.

1. Ambil sedikit garam pada tabung reaksi dan tambahkan beberapa mililiter aquadest dan kocok. Jika garam tidak larut, panaskan isi tabung reaksi hingga garam terlarut sempurna.
2. Jika garam tersebut tidak dapat larut dalam air, ambil garam baru di dalam tabung reaksi yang bersih dan tambahkan beberapa mililiter HCl encer. Jika garam tidak larut dalam HCl encer yang dingin, panaskan tabung reaksi hingga garam terlarut sempurna.
3. Jika garam tidak juga larut dengan menggunakan HCl encer bahkan jika dipanaskan, cobalah untuk melarutkannya dengan HCl pekat dengan pemanasan.
4. Jika garam tidak dapat larut dengan HCl pekat, coba larutkan dengan asam nitrat encer.
5. Jika garam tidak dapat larut dengan asam nitrat, cobalah dengan menggunakan campuran HCl pekat dan asam nitrat pekat dengan rasio 3:1. Campuran ini disebut aqua regia. Jika suatu garam tidak dapat larut menggunakan aqua regia, maka garam tersebut disebut garam yang tidak dapat larut (NCERT, 2018).

2. Analisis Golongan Kation



Gambar 4.1. Analisa Golongan Kation

Golongan 1 : Klorida Tidak Larut

Sebagian besar garam logam klorida larut di dalam air, hanya Ag^+ , Pb^{2+} dan Hg_2^{2+} yang berbentuk klorida yang mengendap di dalam air. Jadi, langkah awal dari analisis kualitatif kation adalah menambahkan 6 M HCl, sehingga AgCl , PbCl_2 dan/atau Hg_2Cl_2 mengendap. Jika tidak terdapat sesuatu yang mengendap, maka ion-ion tersebut tidak ada dalam jumlah yang

signifikan. Hasil presipitasi dapat diambil dengan penyaringan atau sentrifugasi (LibreTexts, 2023).

Tabel 4.7. Pemisahan dan Identifikasi Kation Golongan I

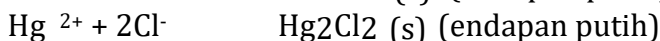
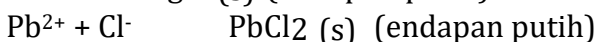
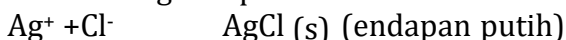
- Endapan dapat mengandung PbCl_2, AgCl dan Hg_2Cl_2 - Cuci endapan di atas saringan, pertama-tama dengan 2 ml HCl encer lalu 2-3 kali dengan aquadest dingin. Air cucian dibuang. - Endapan kemudian dipindahkan ke dalam beaker glass kecil, lalu ditambahkan 15 ml aquadest dan panaskan - Saring dalam keadaan panas	
Residu	Filtrat
- Mungkin mengandung Hg_2Cl_2 dan AgCl - Endapan dicuci beberapa kali dengan aquadest panas sampai air cucian tidak menghasilkan endapan dengan larutan K_2CrO_4. Perlakuan ini menunjukkan Pb sudah tidak ada - Tambahkan 10 – 15 ml larutan NH_4OH (1:1) panas pada endapan.	Mungkin mengandung PbCl_2 Larutan didinginkan, biasanya PbCl_2 berbentuk kristal. Filtrat dibagi menjadi 3 bagian : 1. Tambahkan larutan K_2CrO_4, hingga terbentuk endapan PbCrO_4 berwarna kuning dan tidak larut dalam asam asetat encer. 2. Tambahkan larutan KI, hingga terbentuk endapan kuning, larut dalam air mendidih.

		Larutan tidak berwarna dan ketika didinginkan menghasilkan kristal kuning. 3. Tambahkan H_2SO_4 encer, akan terbentuk endapan putih Pb SO_4 yang larut dalam larutan amonium asetat.
Residu Jika berwarna hitam, maka residu terdiri dari $\text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl} + \text{Hg}$ endapan dilarutkan dalam 3-4 ml aqua regia mendidih, encerkan, saring jika perlu. Lalu tambahkan larutan SnCl sehingga endapan putih Hg_2Cl_2 berubah menjadi Hg.	Filtrat Mungkin mengandung $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}$ Bagi filtrat menjadi 2 bagian: 1. samkan dengan HNO_3 encer, terbentuk endapan putih AgCl 2. tambahkan beberap	

	a tetes KI, terbent uk endapan kuning muda AgI	
--	---	--

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

1. Reaksi Pengendapan

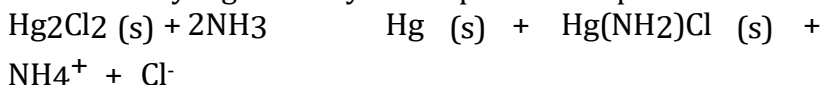


2. Pemisahan

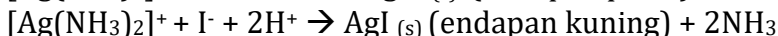
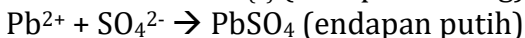
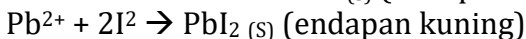
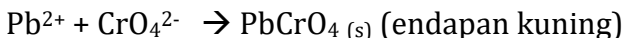
Endapan PbCl_2 dapat larut dalam air panas, namun setelah dingin akan membentuk kristal seperti jarum. AgCl larut dalam amonia encer dan membentuk ion kompleks diamenargentat.



Endapan Hg_2Cl_2 kemudian direaksikan dengan larutan amonia sehingga menghasilkan campuran merkuri(II) amidoklorida dan logam merkuri yang keduanya merupakan endapan.



3. Reaksi identifikasi



Golongan 2 : Sulfida yang Tidak Larut Dalam Asam

Selanjutnya, larutan yang menjadi asam dijenuhkan dengan gas H_2S . Hanya logam-logam berikut yang membentuk sulfida tak larut, seperti As^{3+} , Bi^{3+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+} , Sb^{3+} , dan Sn^{2+} . Logam-logam tersebut akan mengendap sebagai garam sulfida dengan kondisi asam. Ion lainnya, seperti Fe^{3+} dan Zn^{2+} tetap berada di dalam larutan. Endapan dapat diambil dengan menggunakan penyaringan dan sentrifugasi.

Kation golongan II dapat dibagi menjadi dua sub golongan berdasarkan kelarutan endapan tersebut dalam amonium polisulfida, yaitu sub golongan tembaga (golongan IIA) dan sub golongan arsenik (Golongan IIB).

Sulfida dari sub golongan tembaga (ion Hg^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+}) tidak larut dalam amonium polisulfida, sedangkan sulfida sub golongan arsenik (As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+}) larut membentuk garam-garam kation.

Ion-ion golongan IIB bersifat amfoter, dimana oksidanya dapat membentuk garam dengan asam dan dengan basa. Semua sulfida dari golongan IIB larut dalam $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ kecuali SnS .

Golongan 3 : Sulfida yang Tak Larut dalam Basa atau Hidroksida

Amonia atau NaOH ditambahkan dalam larutan hingga larutan berubah menjadi basa, kemudian $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ ditambahkan.

Perlakuan ini akan menghilangkan sisa-sisa kation yang membentuk hidroksida atau sulfida tak larut. Ion logam divalent seperti Co^{2+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} dan Zn^{2+} mengendap sebagai sulfidanya, dan ion metal trivalent seperti Al^{3+} dan Cr^{3+} mengendap sebagai hidroksidanya : $\text{Al}(\text{OH})_3$ dan $\text{Cr}(\text{OH})_3$. Jika campuran larutan mengandung Fe^{3+} , sulfida mereduksi kation menjadi Fe^{2+} , yang terendap sebagai FeS .

Golongan 4 : Karbonat dan Fosfat tak Larut

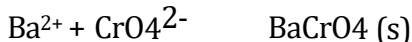
Ion logam selanjutnya yang akan dipisahkan dari larutan adalah ion-ion yang membentuk karbonat dan fosfat tak larut. Jika Na_2CO_3 ditambahkan pada larutan basa yang tersisa setelah endapan ion logam dipisahkan, endapan karbonat diambil. Cara lainnya, dengan menambahkan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ yang akan menimbulkan efek yang sama, yaitu ion logam mengendap sebagai fosfat tak larut.

Kation golongan 4 (Ca^{2+} , Sr^{2+} dan Ba^{2+}) dapat mengendap sebagai karbonatnya dalam suasana netral dan sedikit asam dengan adanya amonium klorida. Endapan yang terbentuk adalah BaCO_3 , CaCO_3 dan SrCO_3 yang endapannya berwarna putih. Garam logam alkali tanah yang digunakan untuk pemisahan kation satu sama lain ialah kromat, karbonat, sulfat dan oksalat.

Tabel 4.8. Hasil kali kelarutan garam logam alkali tanah

Zat	Hasil Kali kelarutan	Zat	Hasil kali kelarutan
BaCrO ₄	$1,6 \times 10^{-10}$	BaCO ₄	$8,1 \times 10^{-9}$
SrCrO ₄	$3,6 \times 10^{-5}$	SrCO ₃	$1,6 \times 10^{-9}$
CaCrO ₄	$2,3 \times 10^{-2}$	CaCO ₃	$4,8 \times 10^{-9}$
BaSO ₄	$9,2 \times 10^{-11}$	BaC ₂ O ₄	$1,7 \times 10^{-7}$
SrSO ₄	$2,8 \times 10^{-7}$	SrC ₂ O ₄	$5,0 \times 10^{-8}$
CaSO ₄	$2,3 \times 10^{-4}$	CaC ₂ O ₄	$2,6 \times 10^{-9}$

BaCrO₄ hampir tidak larut dalam lingkungan asetat encer, sedangkan SrCrO₄ dan CaCrO₄ dapat larut dalam asetat encer, sehingga keduanya tidak dapat diendapkan dalam lingkungan asam asetat encer.



Sebagian besar SrSO₄ dapat mengendap jika ditambahkan larutan amonium sulfat jenuh dan dipanaskan, kemudian didiamkan. Sedangkan ion Ca²⁺ dapat diidentifikasi dengan mengendapkannya sebagai CaC₂O₄ dilanjutkan dengan uji nyala.

Golongan 5 : Logam Alkali

Pada tahap ini, semua ion logam yang membentuk klorida, sulfida, karbonat atau fosfat yang tak larut dalam air telah dipisahkan. Beberapa ion umum yang mungkin masih tersisa dalam larutan adalah logam alkali (Li⁺, Na⁺, K⁺, Rb⁺ dan Cs⁺) dan ammonia (NH₄⁺).

Sekarang, ambil sampel kedua dari larutan awal dan tambahkan sejumlah kecil NaOH untuk menetralkan ion ammonium dan memproduksi NH₃. Kita tidak dapat menggunakan sampel yang sama yang telah digunakan untuk

mendeteksi 4 Golongan sebelumnya karena telah menambahkan ammonium pada langkah sebelumnya.

Ammonia yang terbentuk dapat dideteksi dari baunya atau uji kertas litmus. Uji api pada sampel larutan asli lainnya digunakan untuk mendeteksi sodium, yang menghasilkan warna kuning cerah yang khas. Ion logam alkali lainnya juga memberikan warna yang khas pada uji nyala, yang dapat digunakan untuk mendeteksinya jika terdapat dalam sampel.

Ion metal yang mengendap bersama-sama dipisahkan dengan berbagai macam teknik tambahan, seperti membentuk ion kompleks, mengubah pH larutan, atau meningkatkan suhu untuk melarutkan kembali beberapa jenis padatan. Sebagai contoh, endapan metal klorida dari kation Golongan 1 mengandung Ag^+ , Pb^{2+} dan Hg_2^{2+} yang semuanya agak tidak larut dalam air. Karena PbCl_2 jauh lebih mudah larut pada air panas dibanding dua jenis ion klorida lainnya, sehingga menambahkan air untuk mengendapkan dan memanaskan slurry yang terbentuk akan melarutkan PbCl_2 yang ada. Mengisolasi larutan dan menambahkan sejumlah kecil Na_2CrO_4 pada larutan akan membentuk endapan kuning cerah dari PbCrO_4 jika Pb^{2+} ada dalam sampel.

Contoh identifikasi kation-kation tersebut

Pb^{2+} : Membentuk endapan putih PbCl_2 dengan HCl encer dalam larutan dingin dan tidak terlalu encer. Jika dilarutkan dengan air panas, maka akan membentuk endapan dan membentuk kristal seperti jarum setelah larutan dingin.

Hg_2^{2+} : Membentuk endapan putih HgCl_2 dengan HCl encer. Tidak dapat larut dalam air panas, tetapi dapat larut dalam aqua regia.

- Ag^+ : Membentuk endapan putih AgCl dengan HCl encer. Endapan ini tidak larut dalam air panas tetapi larut dalam amonia encer dan membentuk kompleks $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$. Asam nitrat encer dapat menetralkan kelebihan amonia sehingga endapan dapat terbentuk kembali.
- Hg^{2+} : Membentuk endapan merah HgI_2 dengan menambahkan larutan KI secara perlahan, yang akan larut kembali dalam KI berlebih karena membentuk kompleks $[\text{HgI}_4]^{2-}$.
- Bi^{3+} : Membentuk endapan putih $\text{Bi}(\text{OH})_3$ dengan penambahan NaOH , endapan dapat larut dalam asam.
- Cu^{2+} : Membentuk endapan biru $\text{Cu}(\text{OH})_2$ dengan penambahan NaOH dingin, yang tidak larut dalam NaOH berlebih. Bila endapan tersebut dipanaskan akan terbentuk endapan hitam CuO .
- Cd^{2+} : Membentuk endapan kuning CdS dengan penambahan H_2S , yang larut dalam asam pekat dan tidak larut dalam KCN .
- As^{3+} : Dengan tes *Gutzeit* akan terbentuk warna hitam pada kertas saring setelah dibiarkan beberapa lama

Kertas saring yang dibasahi dengan larutan AgNO_3

Kapas dibasahi dengan $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$ H_2SO_4 encer dan larutan yang mengandung As^{3+} Zn

Gambar: Tes *Gutzeit* (Identifikasi As^{3+})

- Sb^{3+} : Membentuk endapan putih jika ditambahkan larutan NaOH atau NH_3 yang larut dalam larutan basa alkali yang pekat (konsentrasi 5M) dan membentuk antimonit.
- Sn^{3+} : Membentuk endapan putih $\text{Sn}(\text{OH})_2$, jika ditambahkan Larutan NaOH. Endapan dapat larut dalam NaOH berlebih. Dengan amonia, akan mengendap sebagai hidroksida, tetapi tidak larut dalam pereaksi berlebih.
- Fe^{2+} : Dengan larutan $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ dalam keadaan tanpa udara terbentuk endapan putih $\text{K}_2\text{Fe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Pada keadaan biasa akan terbentuk endapan biru muda.
- Fe^{3+} : Membentuk endapan coklat kemerahan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ dengan penambahan larutan NaOH yang tidak larut dalam pereaksi berlebih.
- Al^{3+} : Dengan larutan basa membentuk endapan gelatin putih yang larut dalam pereaksi berlebih.
- Cr^{3+} : Membentuk endapan hijau $\text{Cr}(\text{OH})_3$ jika ditambahkan NaOH, endapan akan larut kembali dengan penambahan asam.
- Ni^{2+} : Membentuk endapan hijau $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dengan penambahan NaOH, yang larut dalam amonia tetapi tidak larut dalam NaOH berlebih.
- Mn^{2+} : Membebntuk endapan $\text{Mn}(\text{OH})_2$ dengan penambahan NaOH, yang awalnya berwarna putih dan akan berubah menjadi coklat bila teroksidasi.
- Zn^{2+} : Membentuk endapan gelatin putih $\text{Zn}(\text{OH})_2$ dengan penambahan NaOH, yang larut dalam asam dan dalam pereaksi berlebih.
- Ba^{2+} : Membentuk endapan putih BaC_2O_4 dengan penambahan amonium oksalat, yang sedikit larut dalam air, mudah larut dalam asam asetat encer dan asam mineral.

- Sr^{2+} : Membentuk endapan putih SrC_2O_4 dengan penambahan amonium oksalat, yang sedikit larut dalam air, tidak larut dalam asam asetat encer tapi larut dalam asam mineral.
- Ca^{2+} : Membentuk endapan putih CaC_2O_4 dengan penambahan amonium oksalat, yang tidak larut dalam air maupun asam asetat, tetapi larut dalam asam mineral.
- Mg^{2+} : Membentuk endapan putih $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dengan NaOH , yang tidak larut dalam pereaksi berlebih tetapi mudah larut dalam garam amonium.
- K^+ : Membentuk $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ dengan larutan $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ yang tidak larut dalam asam asetat encer. Catatan tambahan, tidak boleh ada ion NH_4^+ dalam larutan karena akan memberikan reaksi yang sama dengan K^+ .
- Na^+ : Membentuk kristal kuning $\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan reagen seng uranil asetat.

4.5 Rangkuman

Pendekatan yang sistematis diperlukan dalam analisis kation, yang dapat dilakukan dengan dua cara yaitu pemisahan dan identifikasi. Pemisahan dapat dilakukan dengan cara mengendapkan suatu kelompok kation dari larutannya. Kelompok kation yang mengendap dipisahkan dari larutan dengan cara penyaringan atau dengan menggunakan sentrifugasi, dan menuangkan filtratnya ke tabung reaksi yang lain. Larutan yang masih berisi sebagian besar kation kemudian diendapkan kembali untuk dilihat apakah membentuk kelompok kation baru. Jika dalam kelompok kation yang terendapkan masih berisi beberapa kation maka kation-kation tersebut dipisahkan lagi

menjadi kelompok kation yang lebih kecil, demikian seterusnya sehingga pada akhirnya dapat dilakukan uji spesifik (identifikasi) untuk satu kation. Jenis dan konsentrasi pereaksi serta pengaturan pH larutan dilakukan untuk memisahkan kation menjadi beberapa kelompok, kation golongan V yang merupakan sisa dianalisa langsung dengan reagen spesifiknya dalam suasana basa. Tabel berikut ini menunjukkan kelompok kation dan pereaksi yang digunakan dalam analisis kualitatif standar.

DAFTAR PUSTAKA

- LibreTexts. 2023. General Chemistry. In *Electrochemistry* (Vol. 73, Issue 11). <https://doi.org/10.5796/electrochemistry.73.935>
- NCERT. 2018. *Systematic Qualitative Analysis*.
- Sahirman. 2021. *Modul Kimia Analitik I*. 1–32.

BAB 5

PENGGOLONGAN DAN PEMISAHAN ANION DALAM KIMIA ANALISIS KUALITATIF

Oleh Nuramaniyah Taufiq

5.1 Penggolongan Anion

Menurut Asmana dkk (2017), anion merupakan ion-ion yang bermuatan negatif. Anion dapat dipisahkan ke dalam golongan utama berdasarkan kelarutan garam peraknya, garam kalsium atau bariumnya, dan garam zinknya.

Terdapat beberapa penggolongan anion menurut (Svehla, 1985):

Tabel 5.1. Anion Kelas A

Gas dilepaskan dengan asam klorida encer atau asam sulfat encer		
No	Anion	Rumus Kimia
1	Karbonat	CO_3^{2-}
2	Hidrogen karbonat (bikarbonat)	HCO_3^-
3	Sulfit	SO_3^{2-}
4	Tiosulfat	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
5	Sulfida	S^{2-}
6	Nitrit	NO_2^-
7	Hipoklorit	OCl^-
8	Sianida	CN^-
9	Sianat	OCN^-

Gas atau uap asam dilepaskan dengan asam sulfat pekat		
No	Anion	Rumus Kimia
1	Karbonat	CO_3^{2-}
2	Hidrogen karbonat (bikarbonat)	HCO_3^-
3	Sulfit	SO_3^{2-}
4	Tiosulfat	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
5	Sulfida	S^{2-}
6	Nitrit	NO_2^-
7	Hipoklorit	OCl^-
8	Sianida	CN^-
9	Sianat	OCN^-
10	Fluorida	F^-
11	Heksafluorosilikat	$\text{H}_2[\text{SiF}_6]^-$
12	Klorida	Cl^-
13	Bromida	Br^-
14	Iodida	I^-
15	Nitrat	NO_3^-
16	Klorat	ClO_3^-
17	Perklorat	ClO_4^-
18	Permanganat	MnO_4^-
19	Bromat	BrO_3^-
20	Borat	$\text{BO}_3^{3-}, \text{B}_4\text{O}_7^{2-}, \text{BO}_2^-$
21	Heksasianoferat(II)	$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$
22	Heksasianoferat(III)	$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$
23	Tiosianat	SCN^-
24	Format	HCOO^-
25	Oksalat	$(\text{COO})_2^{2-}$
26	Tartrat	$\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$
27	Sitrat	$\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7^{3-}$

Sumber: (Svehla, 1985).

Tabel 5.2. Anion Kelas B

Reaksi Pengendapan		
No	Anion	Rumus Kimia
1	Sulfat	SO_4^{2-}
2	Peroksodisulfat	$\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$
3	Fosfat	PO_4^{3-}
4	Fosfit	PO_3^{2-}
5	Hipofosfit	H_2PO_2^-
6	Arsenat	AsO_4^{2-}
7	Arsenit	AsO_3^{3-}
8	Kromat	CrO_4^{2-}
9	Dikromat	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$
10	Silikat	Si_3^{2-}
11	Heksafluorosilikat	$[\text{SiF}_6]^{2-}$
13	Benzoat	$\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$ atau $\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_2^-$

Oksidasi dan Reduksi		
No	Anion	Rumus Kimia
1	Manganat	MnO_4^{2-}
2	Permanganat	MnO_4^-
3	Kromat	CrO_4^{2-}
4	Dikromat	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$

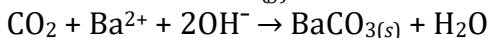
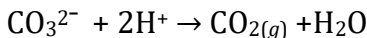
Sumber: (Svehla, 1985).

5.2 Reaksi Identifikasi Beberapa Anion yang Umum Menurut Svehla (1985)

5.2.1 Karbonat (CO_3^{2-})

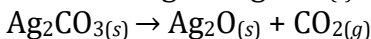
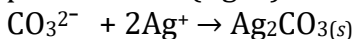
a. HCl encer

Karbonat menghasilkan gas CO_2 dengan penambahan $\text{HCl}(\text{aq})$. Gas CO_2 yang dihasilkan dapat diidentifikasi dengan mereaksikannya dengan larutan $(\text{Ba}(\text{OH})_2(\text{aq}))$ sehingga menghasilkan $\text{BaCO}_3(\text{s})$

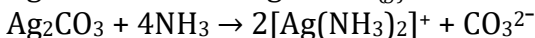
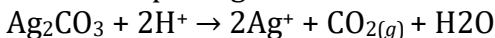


b. Larutan perak nitrat

Jika direaksikan dengan AgNO_3 , karbonat akan membentuk endapan putih Ag_2CO_3 . Namun warna endapan akan berubah menjadi kuning atau cokelat apabila pereaksinya berlebih atau dididihkan karena pembentukan perak oksida (Ag_2O)

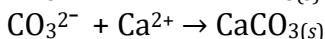
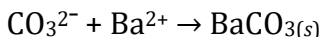


Endapan Ag_2CO_3 larut dalam asam nitrat dan amonia



c. Larutan barium klorida atau kalsium klorida

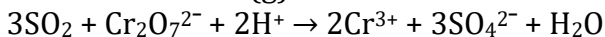
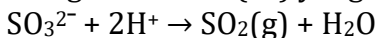
Jika direaksikan dengan barium klorida atau kalsium klorida akan membentuk endapan putih



5.2.2 Sulfit (SO_3^{2-})

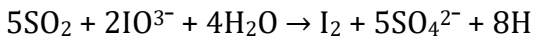
a. Asam klorida encer

Sulfit bereaksi dengan HCl encer dan H_2SO_4 encer menghasilkan gas SO_2^- . Gas SO_2^- dapat dikenali dari bau khas sulfur atau dapat juga diidentifikasi menggunakan kertas saring yang telah dibasahi dengan larutan asam kalium dikromat. Gas SO_2^- akan bereaksi dengan Cr(VI) menghasilkan Cr(III) yang berwarna hijau



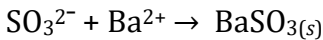
Cara lain adalah dengan membasahi kertas saring dengan kalium iodat dan larutan amilum. Jika teridentifikasi gas SO_2^- akan muncul warna biru pada

kertas saring karena terbentuknya kompleks iodine-amilum



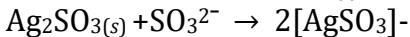
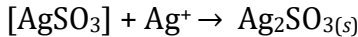
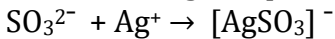
- b. Larutan barium klorida atau strontium klorida

Jika sulfid direaksikan dengan barium klorida atau strontium klorida akan menghasilkan endapan putih barium sulfat

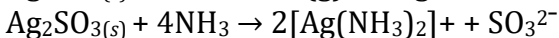
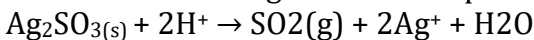


- c. Larutan perak nitrat

Jika sulfid direaksikan dengan AgNO_3 akan menghasilkan endapan putih Ag_2SO_3 (bertahap melalui pembentukan ion sulfitoargentat). Endapan ini akan larut pada penambahan reagen secara berlebih dan akan kembali mengendap sebagai logam perak jika dididihkan

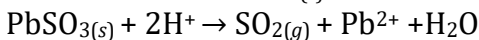
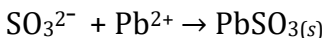


Endapan Ag_2SO_3 larut dalam asam nitrat encer dengan melepaskan gas SO_2 . Selain itu, endapan juga larut dalam amonia menghasilkan kompleks diamminargentat



- d. Larutan timbal asetat atau timbal nitrat

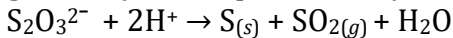
Jika sulfid bereaksi dengan Pb asetat atau Pb nitrat akan menghasilkan endapan putih PbSO_3 yang larut dalam asam nitrat encer



5.2.3 Tiosulfat ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$)

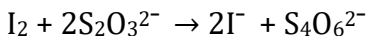
a. Asam klorida encer

Reaksi asam klorida encer menghasilkan sulfur dan gas SO_2 (melalui pemanasan)



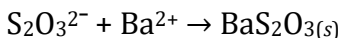
b. Larutan iod

Reaksi iodine menghasilkan ion tetrathionat yang tak berwarna



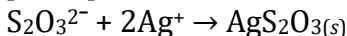
c. Larutan barium klorida

Reaksi barium klorida membentuk endapan putih barium tiosulfat

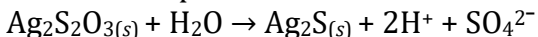


d. Larutan perak nitrat

Reaksi dengan perak nitrat membentuk endapan putih perak tiosulfat

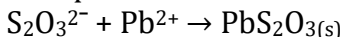


Endapan $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tidak stabil dan akan berubah menjadi warna kehitaman karena terdekomposisi membentuk perak sulfida



e. Larutan timbal asetat atau timbal nitrat

Reaksi Pb asetat atau Pb nitrat akan membentuk endapan Pb tiosulfat



Jika suspensi dididihkan, maka endapan akan menjadi gelap dan membentuk endapan hitam Pb sulfida (PbS)

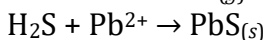
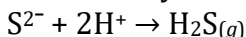


Reaksi di atas dapat digunakan untuk membedakan antara ion tiosulfat dan ion sulfit

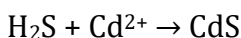
5.2.4 Sulfida (S^{2-})

- a. Asam klorida encer atau asam sulfat encer

Reaksi asam klorida encer atau asam sulfat encer akan membebaskan gas hidrogen sulfida (H_2S). Gas ini dapat diidentifikasi melalui baunya yang khas. Selain itu, H_2S juga dapat menghitamkan kertas saring yang telah dibasahi dengan larutan Pb asetat sebagai akibat terbentuknya PbS

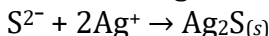


H_2S dapat diidentifikasi menggunakan kertas saring yang telah dibasahi dengan larutan kadmium asetat sehingga kertas saring akan berwarna kuning karena terbentuk CdS



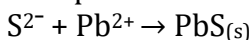
- b. Larutan perak nitrat

Reaksi dengan larutan perak nitrat akan membentuk endapan hitam Ag_2S . Endapan ini tidak larut dalam keadaan dingin tetapi larut dalam asam nitrat encer panas



- c. Larutan timbal asetat

Reaksi dengan timbal asetat akan membentuk endapan PbS



- d. Larutan barium klorida

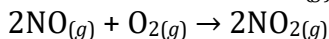
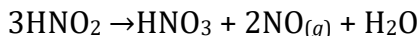
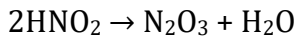
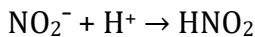
Reaksi dengan larutan barium klorida tidak membentuk endapan.

5.2.5 Nitrit (NO_2^-)

- a. Asam klorida encer

Penambahan asam secara hati-hati akan menghasilkan cairan biru pucat yang bersifat temporer dan melepaskan asap nitrogen dioksida (NO_2) yang berwarna

coklat. Cairan biru pucat menandakan terbentuknya asam nitrit bebas (HNO_2) atau anhidratnya (N_2O_3), sedangkan NO_2 terbentuk dari kombinasi NO dengan oksigen dari udara

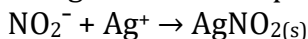


b. Larutan barium klorida

Reaksi dengan barium klorida tidak membentuk endapan

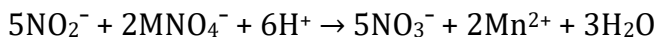
c. Larutan perak nitrat

Reaksi dengan larutan pekat dengan AgNO_3 menghasilkan endapan putih perak nitrit



d. Larutan kalium permanganat

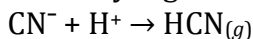
Reaksi dengan kalium permanganat dalam kondisi asam akan mengubah warna ungu permanganat menjadi tak berwarna



5.2.6 Sianida (CN^-)

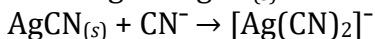
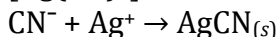
a. Asam klorida encer

Reaksi asam klorida encer menghasilkan asam sianida yang beracun



b. Larutan perak nitrat

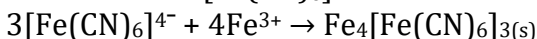
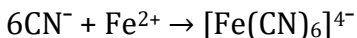
Reaksi larutan perak nitrat menghasilkan endapan putih AgCN yang akan segera larut dalam sianida berlebih dengan membentuk ion kompleks disianoargentat(I) $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$



Perak sianida larut dalam larutan amonia dan dalam larutan natrium tiosulfat, tetapi tidak larut dalam asam nitrat encer

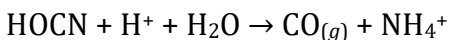
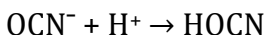
c. Uji prussian blue

Uji ini sangat baik untuk mengidentifikasi adanya ion sianida. Larutan sianida ditambah dengan basa kuat NaOH, beberapa mililiter larutan besi(II) sulfat ditambahkan kemudian dicampur dan dididihkan. Proses tersebut akan menghasilkan ion kompleks heksasianoferat(II). Apabila ditambah dengan HCl untuk menetralkan kelebihan basa, akan terbentuk larutan jernih. Apabila larutan jernih ini ditambahkan dengan larutan besi(III) klorida maka endapan Prussian blue akan terbentuk. Namun apabila kandungan sianida hanya sedikit, maka yang teramati adalah larutan berwarna hijau



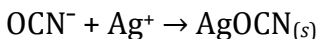
5.2.7 Sianat (OCN^-)

a. Asam sulfat encer



b. Larutan perak nitrat

Reaksi dengan AgNO_3 menghasilkan endapan putih keruh perak sianat, AgOCN yang larut dalam larutan amonia dan dalam asam nitrat encer



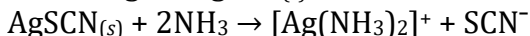
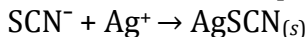
c. Larutan barium klorida

Reaksi dengan larutan barium klorida tidak membentuk endapan

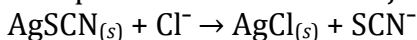
5.2.8 Tiosianat (SCN^-)

a. Larutan perak nitrat

Reaksi dengan larutan AgNO_3 menghasilkan endapan putih keruh perak tiosianat, AgSCN yang larut dalam larutan amonia tetapi tidak larut dalam asam nitrat encer

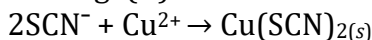


Jika dididihkan bersama dengan larutan NaCl , endapan akan berubah menjadi endapan putih AgCl



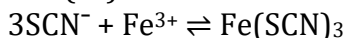
b. Larutan tembaga sulfat

Reaksi tembaga sulfat akan membentuk larutan berwarna hijau, kemudian berubah menjadi endapan hitam tembaga(II) tiosianat



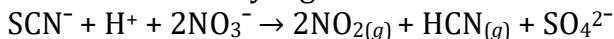
c. Larutan besi(III) klorida

Reaksi besi(III) klorida akan menghasilkan larutan berwarna merah darah karena terbentuk suatu kompleks besi(III) sianat



d. Larutan asam nitrat encer

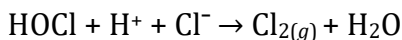
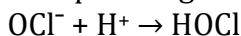
Reaksi dengan asam nitrat encer disertai pemanasan akan mendekomposisi tiosianat menjadi nitrogen oksida dan asam sianida yang beracun



5.2.9 Hipoklorit (OCl^-)

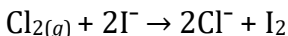
a. Asam klorida encer

Reaksi asam klorida encer dengan hipoklorit menghasilkan larutan berwarna kuning yang kemudian melepaskan gas klorin



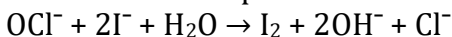
Pembentukan gas klorin dapat diidentifikasi dengan beberapa cara, diantaranya

- a) Warna hijau kekuningan dan baunya merangsang
- b) Kertas lakmus yang basah dapat diputihkan
- c) Dapat mengubah kertas KI-kanji menjadi warna hitam kebiruan

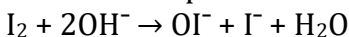


- b. Kertas kalium iodida-kanji

Reaksi kertas KI-amilum akan membentuk warna hitam kebiruan pada keadaan netral atau basa lemah karena iodine terpisah

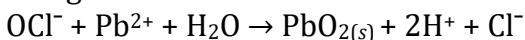


Jika larutan terlalu basa maka warna akan hilang karena ion hipiodite dan iodide terbentuk



- c. Larutan timbal asetat atau timbal nitrat

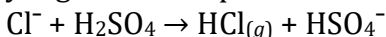
Reaksi dengan larutan Pb asetat atau Pb nitrat menghasilkan Pb dioksida



5.2.10 Klorida (Cl^-)

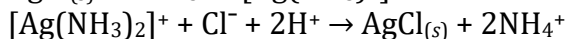
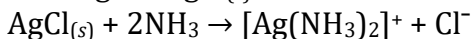
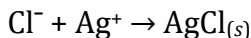
- a. Asam sulfat pekat

Reaksi klorida dengan asam sulfat pekat akan menghasilkan gas hidrogen klorida. Gas HCl akan mengubah lakmus biru menjadi merah. Selain itu, gas HCl dapat diidentifikasi dari baunya yang tajam dan asapnya yang berwarna putih



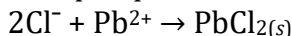
- b. Larutan perak nitrat

Reaksi perak nitrat menghasilkan endapan putih AgCl yang tidak larut dalam air dan dalam asam nitrat encer. Namun klorida dapat larut dalam larutan amonia encer. Penambahan asam akan mengendapkan kembali AgCl



c. Larutan timbal asetat

Reaksi klorida dengan Pb asetat menghasilkan endapan putih timbal klorida



5.3 Pemisahan Anion

Menurut Svehla (1985), umumnya garam-garam dari anion dapat larut dalam air sehingga dapat digunakan untuk deteksi-deteksi berikutnya. Dalam penyelidikan anion diperlukan larutan yang mengandung semua atau sebagian besar dari anion serta tidak mengandung logam.

- a. Nitrat, klorat, asetat, manganat, dan permanganat larut. Bi, Sb, dan Fe tidak larut. Perak dan merkuri(I) asetat sedikit larut
- b. Nitrit larut. Sedangkan perak nitrit sedikit larut
- c. Klorida biasanya larut kecuali perak klorida, raksa(I) klorida, tembaga(I) klorida yang tidak larut. Sedangkan timbal(II) klorida sedikit larut
- d. Bromida memiliki kelarutan seperti klorida
- e. Iodida biasanya larut kecuali AgI, Hg_2I_2 , HgI_2 , CuI, BiOI, dan SbOI. Sedangkan PbI_2 , BiI, dan SnI_2 sedikit larut
- f. Karbonat biasanya tidak larut kecuali karbonat dari Na, K, dan NH_4 larut
- g. Sulfida biasanya tidak larut kecuali sulfida dari Ba, Sr, dan Ca yang sedikit larut. Sedangkan sulfida dari Na, K, dan NH_4 mudah larut
- h. Sulfit biasanya tidak larut kecuali sulfit yang berasal dari logam alkali dan hidrogen sulfit dari golongan alkali tanah

- i. Sulfat biasanya larut kecuali sulfat dari Pb, Hg(I), Sr, dan Ba yang tidak larut. Sedangkan sulfat dari Ag, Hg(II), Ca, Bi, dan Hg sedikit larut
- j. Fosfat, arsenat, dan arsenit biasanya tidak larut kecuali yang berasal dari garam-garam Na, K, dan NH_4
- k. Fluorida biasanya tidak larut kecuali yang berasal dari Na, K, NH_4 , Ag, dan Hg(I)
- l. Borat larut kecuali yang berasal dari logam alkali
- m. Silikat memiliki kelarutan seperti borat
- n. Kromat biasanya tidak larut atau sedikit larut kecuali kromat yang berasal dari logam alkali dan dari Ca, Sr, Mg, Zn, Fe, dan Cu
- o. Tiosianat yang berasal dari Hg(II), Cu(II), Fe, Ca, Sr, Ba, Mg, Mn, Na, K, dan NH_4 tidak larut
- p. Tiosulfat biasanya larut kecuali garam-garam yang berasal dari Ag dan Ba sangat sedikit larut
- q. Oksalat, format, tartrat, dan sitrat biasanya tidak larut kecuali yang berasal dari Na, K, dan NH_4

5.3.1 Pemisahan Anion dengan Perak Nitrat

Pemisahan untuk menghilangkan anion pengganggu, dimana anion tersebut seharusnya telah terdeteksi dalam uji pendahuluan (Svehla, 1985).

Pada filtrat harus ditambahkan NaOH hingga perak oksida muncul. Larutan harus dalam keadaan netral dan tidak boleh basa karena dapat menghasilkan endapan perak oksida yang besar sehingga endapan tersebut akan terlarut kembali. pH dapat diuji menggunakan kertas uji nitrazina (natrium dinitrofenil-azo-naftol-sulfonat) rentang pH 5,5-7,2 dari warna kuning sampai biru atau ungu bromokresol (dibromo-okresol-sulfonafalein) rentang pH 5,2-6,8 dari warna kuning sampai ungu. Pada saat campuran asam asetat encer dan AgNO_3 dipanaskan menghasilkan endapan kristalin perak asetat yang

awalnya berpisah akan larut kembali sehingga harus ditambahkan lebih banyak AgNO_3 hingga pengendapan sempurna. Jika kromat terdeteksi akan diendapkan pada kisaran pH 5,5. Kromium(III) hidroksida tidak akan terendapkan dalam larutan asam asetat kecuali jika jumlah yang sangat besar. Jika tiosianat terdeteksi, maka harus diuraikan hingga endapan menghitam karena dapat mengganggu uji-uji terhadap halida. Jika terdapat iodida maka akan menghasilkan lapisan CCl_4 berwarna ungu hingga lembayung. Jika terdapat endapan putih, kemungkinan hanya ada asam organik serta anion-anion yang tidak perlu diuji (Svehla, 1985).

5.3.2 Pemisahan Fosfat, Arsenit, dan Arsenat

Ag_3PO_4 , Ag_3AsO_4 , dan Ag_3AsO_3 yang mungkin terkandung dalam endapan harus dicuci dan disaring berulang kali menggunakan HCl. Jika fosfat atau arsenit terdeteksi, maka akan menghasilkan endapan berwarna kuning. Namun jika terdapat endapan berwarna kuning maka arsenat tidak teridentifikasi dalam endapan tersebut (Svehla, 1985)

DAFTAR PUSTAKA

- Asmana, M. S., Sirajuddin, S. H., & Putra, G. M. 2017. Analisis Keseragaman Aspek Fertigasi Pada Desain Sistem Hidroponik Dengan Perlakuan Kemiringan Talang. *Jurnal Ilmu Rekayasa Pertanian dan Biosistem* (5)1, 303-3015.
- Svehla, G. 1985. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta: PT Kalman Media Pusaka.

BAB 6

PEMISAHAN DAN UJI IDENTIFIKASI ANION GOLONGAN HALIDA DAN NITRAT

Oleh Nur Qadri Rasyid

6.1 Pendahuluan

Penggolongan anion dapat dilakukan dengan tiga cara, yang pertama menggolongkan anion melalui sifat kelarutan Ag dalam bentuk garam dan barium dalam bentuk garamnya, melalui perubahan warna dan berdasarkan kelarutan garam alkali serta rendahnya titik didihnya. Yang kedua dengan menggolongkan anion berdasarkan pada kelarutan garam kalsium, barium, cadmium dan garam perak. Sedangkan yang ketiga menggolongkan anion berdasarkan pada proses yang digunakannya, yaitu pemeriksaan anion yang dapat menguap bila diolah dengan asam, dan pemeriksaan anion berdasarkan reaksinya dalam larutan.

Pemisahan dan uji identifikasi anion lebih sederhana daripada analisis kation. Identifikasi anion biasanya dilakukan dengan spot test dilanjutkan dengan pemisahan yang diikuti dengan uji konfirmasi. Selain itu, prosedur yang terlibat dalam penentuan anion dapat diketahui dengan reaksi pengendapan sebagai garam perak; endapan dikumpulkan dan dilarutkan dalam larutan kalium tetrasianoniklat dengan adanya buffer amonia/amonium klorida (Jeffery, 1989).

Anion Cl^- , Br^- , dan I^- serta NO_3^- mengalami hidrolisis yang dapat diabaikan dalam larutan berair. Ion halida dan nitrat stabil dalam larutan pada kisaran pH yang luas, meliputi larutan

asam dan basa. Sebagian besar garam halida dapat larut, kecuali perak, timbal(II), dan merkuri(I). Pengendapan ion Cl^- , Br^- , atau I^- sebagai garam perak merupakan langkah pertama yang umum dalam identifikasi ion halide (Boyles, 1989).

Reaksi pengendapan ion halida (ion Cl^- , Br^- atau I^-) dengan ion Ag^+ menghasilkan endapan dengan warna khas - AgCl (putih), AgBr (krem), dan AgI (kuning). Dan warna perak halida yang khas dapat digunakan untuk mengidentifikasi keberadaan masing-masing ion halida. Namun, tidak mudah untuk mengidentifikasi setiap ion dalam larutan berbagai campuran biner/tersier ion halida. Sementara beberapa metode untuk pemisahan dan penentuan ion halida dalam larutan berair menggunakan teknik elektrokimia, optik dan kromatografi serta elektroforesis kapiler telah diteliti (Hwang, 2007)

Sebagian besar pendekatan analitik yang dilakukan untuk penentuan klorida, bromida, dan iodida dan Nitrat memiliki kekurangan sampai batas tertentu. Metode terdahulu, seperti titrasi dan pengukuran kolorimetri, dengan sensitivitas yang relatif rendah dan menggunakan banyak reagen beracun (misalnya perak nitrat, merkuri tiosianat), hanya dapat menentukan satu zat.

6.2 Ion Klorida, Cl^-

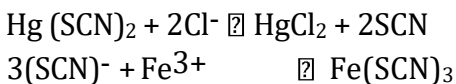
Ion klorida terlibat dalam banyak proses industri baik sebagai bahan baku (dalam senyawa kloro atau pembuatan pestisida) tetapi juga sebagai bahan tambahan (dalam industri pelapisan listrik di mana HCl digunakan sebagai bahan pengawet, produksi katalis, dll.). Oleh karena itu, dalam banyak kasus konsentrasi ion klorida merupakan parameter penting dari proses industri yang harus ditentukan secara ketat dengan akurasi yang tinggi. Konsentrasi ion klorida merupakan parameter penting

dalam banyak proses industri sehingga harus ditentukan dengan menggunakan metode yang tepat (Bulgariu & Asachi, 2014).

Pemisahan dan identifikasi ion klorida seperti kromatografi ion, kolorimetri, Gravimetri spektrofotometri atau potensiometri dapat digunakan untuk analisis ion klorida, terutama karena kinerjanya yang sangat baik, seperti batas deteksi rendah atau sensitivitas tinggi dan selektivitas, dan memungkinkan penentuan konsentrasi ion klorida yang sangat rendah (hanya beberapa ppm) dalam sampel yang sangat kompleks.

6.2.1 Kolorimetri

Kolorimetri merupakan metode untuk mengidentifikasi adanya suatu zat melalui perubahan warna yang dapat dilihat secara kasat mata akibat penambahan suatu ion/senyawa (Satheshkumar et al., 2014). Ion Cl^- dapat diidentifikasi dengan menggunakan senyawa merkuri tiosianat sesuai persamaan reaksi di bawah ini :

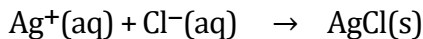


Ion klorida bereaksi dengan merkuri tiosianat yang tidak terdisosiasi membentuk merkuri klorida yang tidak terdisosiasi dan ion tiosianat bebas. Ion tiosianat bereaksi dengan ion besi untuk membentuk kompleks besi tiosianat berwarna kemerahan yang memiliki absorbansi yang tinggi, sebanding dengan jumlah klorida dalam sampel dan diukur pada panjang gelombang 500 nm. Prosedur ini sangat sensitif sehingga ion klorida dalam sampel untuk aplikasi klinis rutin harus dikuranagi dengan penambahan merkuri nitrat. Merkuri nitrat mengikat ion klorida dalam jumlah tetap dan kelebihan ion klorida akan bereaksi dengan merkuri tiosianat. Hanya Klorida yang berlebih dari yang terikat oleh merkuri dari merkuri nitrat yang direaksikan dengan merkuri tiosianat dan

menghasilkan tiosianat besi merah (Neelamegam & Vasumathi, 2011).

6.2.2 Gravimetri

Metode ini menentukan konsentrasi ion klorida suatu larutan dengan analisis gravimetri. Endapan perak klorida dibentuk dengan menambahkan larutan perak nitrat ke dalam larutan air ion klorida. Endapan dikumpulkan dengan penyaringan hati-hati dan ditimbang. Sesuai dengan persamaan reaksi dibawah ini :

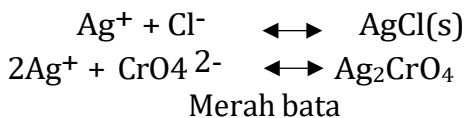


Endapan dapat dikumpulkan dengan lebih mudah jika larutan reaksi dipanaskan sebelum disaring. Hal ini menyebabkan partikel perak klorida padat menggumpal. Pengendapan dilakukan dalam kondisi asam untuk menghindari kemungkinan kesalahan karena adanya ion karbonat dan fosfat yang, dalam kondisi basa, juga akan mengendap dengan ion perak.

6.2.3 Metode Mohr

Penentuan ion halida (Cl^- , Br^- dan I^-) dapat digunakan metode mohr yang merupakan bagian dari Analisa secara argentometri dengan menggunakan indikator CrO_4 .

Volume larutan ion klorida yang diukur dengan tepat 6,0 mL dititrasi dalam labu erlenmeyer 250 mL dengan larutan standar AgNO_3 . Larutan K_2CrO_4 5% digunakan sebagai indikator, dan titrasi dilakukan sampai terlihat perubahan warna (dari kuning menjadi merah bata) (Bulgariu & Asachi, 2014).



Titrasi Mohr peka terhadap keberadaan ion klorida dan bromida dalam larutan dan tidak akan terlalu akurat bila terdapat konsentrasi bromida yang signifikan serta klorida. Metode ini juga dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi total klorida dan bromida dalam larutan, atau konsentrasi bromida ketika konsentrasi klorida diketahui dapat diabaikan.

6.2.4 Konduktometri

Untuk pengukuran titrasi konduktometri, 5,0 mL larutan ion klorida diencerkan menjadi 100 mL dalam sel konduktometri. Bagian 0,5 mL larutan AgNO_3 ditambahkan dari 10 mL buret. Setelah setiap penambahan AgNO_3 , larutan dihomogenkan dan konduktibilitas listrik diukur dengan konduktometer, dilengkapi dengan sel konduktometri kaca (konstanta sel adalah $1,47 \text{ cm}^{-1}$). Titrasi konduktometri dihentikan hanya setelah setidaknya lima nilai terukur setelah titik ekuivalen dibuat. Volume ekuivalen yang tepat diperoleh dari kurva titrasi (Bulgariu & Asachi, 2014)

Analisis klorida dengan metode turbidimetri dilakukan dengan menggunakan kurva kalibrasi yang telah disiapkan. Kurva kalibrasi diperoleh sebagai berikut: volume yang mengandung $2\text{-}10 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ klorida dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL, dan diencerkan dengan air suling hingga 40 mL. 1,0 mL larutan HNO_3 25% dan 0,5 mL larutan AgNO_3 0,1 mol/L ditambahkan. Larutan diencerkan sampai tanda batas dengan air suling. Setelah 20 menit stand-by (waktu yang diperlukan untuk pembentukan sistem dispersi), kekeruhan diukur menggunakan fotometer terhadap larutan blanko, yang memiliki komposisi yang sama tetapi tanpa klorida. Konsentrasi klorida dari sampel yang tidak diketahui ditentukan dengan perhitungan dari persamaan regresi kurva kalibrasi (Bulgariu & Asachi, 2014).

6.2.5 Spektrofotometri

Identifikasi ion klorin dapat dilakukan dengan spektrofotometri penggunaan alat ini bisa mendeteksi dengan cepat, kuat, dan menggunakan reagen yang sedikit untuk penentuan klorida (Cl^-) di air. Metode ini didasarkan pada reaksi klasik antara ion Cl^- dengan Fe^{3+} dan $\text{Hg}(\text{SCN})_2$.

Prosedur kerja penentuan spektrofotometri ion klorida dengan merkuri tiosianat ($\text{Hg}(\text{SCN})_2$) dan tawas besi (III):

2 ml larutan tawas besi(III) di larutkan dalam asam nitrat dan 2 ml (atau 4 ml, atau 5 ml) larutan merkuri tiosianat dalam metanol ditambahkan ke dalam 10 ml larutan sampel yang mengandung klorida dalam gelas kimia 25 ml. Setelah larutan diaduk untuk jangka waktu tertentu menggunakan pengaduk magnet (ujung pengaduk dengan panjang 1 cm, kira-kira 1000 menit), absorbansinya diukur pada panjang gelombang 460 nm terhadap larutan blanko sebagai acuan (Yoshinaga & Ohta, 1990)

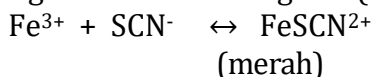
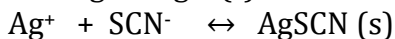
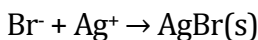
6.3 Ion Bromida, Br^-

Bromida merupakan elemen penting bagi manusia; kekurangannya menyebabkan disfungsi fisiologi karena terlibat dalam sintesis kolagen. Konsentrasi bromida dalam darah manusia ($5,3 \pm 1,4 \text{ mg/dL}$) bervariasi menurut usia, jenis kelamin, dan pola makan pasien. Telah ditetapkan bahwa kadar bromida yang tinggi menyebabkan retardasi pertumbuhan dan insomnia serta akumulasi iodida pada tiroid dan kulit dan akhirnya menghasilkan peningkatan ekskresi iodida oleh ginjal (Lascu et al., 2019).

Timbel bromida sangat sedikit larut dalam air dingin. Tetapi lebih larut dalam air mendidih. Semua bromida lainnya larut (Setiono & Pudjaatmaja H, 1985).

6.3.1 Metode Volhard

Metode volhard merupakan salah satu bagian dari analisis argentometri yang didasari oleh reaksi pengendapan dari perak tiosianat dalam larutan asam nitrit, dengan ion besi (III) sebagai indikator yang dipergunakan untuk mendeteksi kelebihan ion tiosianat yang ditandai dengan perubahan warna larutan menjadi berwarna merah.



Metode Volhard pada ion bromida dilakukan dengan titrasi tidak langsung dengan menggunakan perak nitrat sehingga terbentuk endapan perak bromida (AgBr). Kelebihan dari perak nitrat yang ditambahkan kemudian di titrasi dengan besi (III) klorida sebagai indikator yang membentuk warna merah dari kompleks besi (III) tiosianat. Metode ini dapat digunakan untuk ion-ion lain seperti klorida dan iodida dengan titrasi tidak langsung dan dapat mendeteksi adanya ion perak Metode volhard dipergunakan secara luas untuk perak dan klorida mengingat titrasinya dapat dijalankan dalam larutan asam (R.A. Day & A.L. Underwood, 2002).

Prosedur kerja penentuan ion bromide dengan metode Volhard yaitu :

Memasukkan ke dalam Erlenmeyer 10 ml larutan sampel. Kemudian menambahkan larutan AgNO_3 0,1 M sampai terbentuk endapan berwarna hijau. Selanjutnya menambahkan indikator larutan FeCl_3 sebanyak 3 tetes. Memasukkan larutan KSCN ke dalam buret. Titrasi dilakukan sampai diperoleh warna larutan menjadi merah. (R.A. Day & A.L. Underwood, 2002)

6.4 Ion Iodida, I⁻

Dalam tabel periodik unsur, Iodium adalah nonlogam dalam golongan halogen dan diwakili oleh simbol I. Iodium memiliki nomor atom 53 dan massa atom 126,9 uma. Pada suhu kamar, Iodium disublimasikan dalam keadaan padat dan membentuk gas ungu. Keelektronegatifannya cukup besar dan memiliki kemampuan dalam mengoksidasi, terutama dengan adanya larutan dengan pH asam. Dalam larutan berair, Iodium disajikan dalam bentuk ionik iodida (I⁻) yang memiliki kelarutan yang lebih besar (Kenup-Cantuaria et al., 2015).

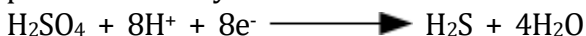
6.4.1 Reaksi Iodine dengan Asam Sulfat Pekat

Ion iodida adalah agen pereduksi yang lebih kuat daripada ion bromida. Mereka dioksidasi menjadi yodium oleh asam sulfat pekat



Reduksi asam sulfat lebih rumit dari sebelumnya. Ion iodida adalah agen pereduksi yang cukup kuat untuk mereduksinya. pertama menjadi sulfur dioksida (keadaan oksidasi sulfur = +4). kemudian menjadi belerang (keadaan oksidasi = 0). dan sampai ke hidrogen sulfida (keadaan oksidasi sulfur = -2).

Yang paling penting dari campuran produk reduksi ini adalah hidrogen sulfida. Setengah persamaan untuk pembentukannya adalah:



Menggabungkan dua persamaan diatas :



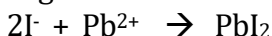
Kali ini yang Anda lihat adalah jejak uap hidrogen iodida yang beruap, tetapi sebagian besar mengandung banyak yodium. Reaksinya eksotermis dan uap yodium ungu terbentuk, dan mungkin yodium padat berwarna abu-abu gelap mengembun di sekitar bagian atas tabung. Juga akan ada

warna merah di mana yodium bersentuhan dengan iodida padat.

Warna merah disebabkan oleh ion I_3^- yang terbentuk dari reaksi antara molekul I_2 dengan ion I^- .

6.4.2 Reaksi dengan Timbal Asetat

Dengan larutan Pb asetat terbentuk endapan kuning PbI_2 yang larut dalam air panas yang banyak membentuk larutan tidak berwarna, ketika didinginkan terbentuk keping-keping kuning keemasan.



6.4.3 Metode Elektrokimia

Teknik oksidasi elektrokimia memiliki keuntungan dalam menentukan laju pembentukan I_2 dan prosedur ini dapat dipantau dengan mengontrol arus listrik yang disuplai ke sel reaksi. Selain itu, paparan radiasi dapat diminimalkan, karena penggunaan larutan dengan konsentrasi iodium rendah dimungkinkan, hal ini penting mengingat adanya batas paparan. Untuk mengukur dan mengontrol konsentrasi iodida, metode titrasi volumetrik dengan presipitasi paling cocok untuk mencapai hasil yang diinginkan. Metode pengendapan digunakan untuk menentukan halida (Cl^- , Br^- dan I^-), sianida (NC^-) dan tiosianat (SCN^-) dari pembentukan garam perak dengan menggunakan larutan standar perak nitrat ($AgNO_3$)

Pada larutan perak nitrat ($AgNO_3$) distandarisasi menggunakan larutan standar primer natrium klorida ($NaCl$) dan kalium kromat sebagai indikator (K_2CrO_7). Untuk penentuan iodida dalam sampel akan digunakan Metode Fajans, dalam teknik ini perubahan warna larutan berkaitan dengan penyerapan indikator pada permukaan endapan dengan indikator eosin ($C_{20}H_6O_5Br_4Na_2$) (Kenup-Cantuaria et al., 2015)

6.5 Ion Nitrat, NO_3^-

Prinsip Kerja: Diphenylamine, yang merupakan reaktan tidak berwarna, teroksidasi menjadi diphenyl benzidine violet berwarna biru-ungu dengan adanya oksidan seperti NO_3^- . Reaksi ini terjadi dalam suasana asam.

Prosedur:

Ke dalam 0,5 mL sampel dalam kaca arloji, tambahkan 1 tetes larutan difenilamina. Di permukaan kontak dua cairan, warna biru muncul. Warna biru mungkin menghilang setelah beberapa saat. (Larutan diphenylamine yang diberikan di laboratorium telah disiapkan dengan H_2SO_4 oleh petugas laboratorium. Jadi tidak perlu menambahkan asam ke dalam kaca arloji.)

Dengan tes cincin coklat. Tambahkan 3 ml larutan FeSO_4 yang segar ke dalam 2 ml larutan NO_3^- . Tuangkan 3-5 ml asam sulfat pekat melalui dinding tabung. Terbentuknya cincin coklat menunjukkan adanya NO_3^- .

6.6 Pemisahan Kuantitatif Anion dengan Kromatografi ion

Kromatografi ion, yang telah diperkenalkan pada pertama kalinya oleh H. Small, T.S. Stevens dan W.C. Bauman pada tahun 1975, adalah teknik pemisahan yang berdasarkan pada pertukaran ion dengan proses yang terjadi antara fase gerak dan kelompok penukar ion yang terikat pada bahan pendukung dalam pembuatan kolom analitik atau yang biasa dikenal fase diam (Park *et al.*, 2002).

Instrumen analisis yang digunakan untuk penentuan anion adalah Metrohm Eco IC (Switzerland), sebagaimana dalam Gambar 1, yang dilengkapi dengan modul sistem konduktivitas tertekan (*suppressed conductivity system*), yang juga dilengkapi dengan kolom analitik pemisah anion, tipe Metrosep A Supp 17-250/4, yang digunakan dalam penentuan

kadar minor anion pada sampel standar dan semua sampel air botol kemasan.

Bahan Kimia Senyawa natrium karbonat anhidrat digunakan untuk menyiapkan 6 mM Na_2CO_3 dan senyawa natrium hidrogen karbonat digunakan untuk menyiapkan 1,2 mM NaHCO_3 . Kedua larutan ini dikombinasikan untuk digunakan sebagai eluen. Fasa seluler dan eluen disaring menggunakan membrane filter dengan pori sebesar 0,22 μm sebelum digunakan. Kadar 20 mM asam sulfat digunakan sebagai larutan regenerasi pada kromatografi ion sistem konduktivitas tertekan. Standar kalibrasi konsentrasi yang sesuai disiapkan secara reguler mingguan dengan mengencerkan standar 1000 mg/L ion chromatography (IC) multielements (Merck), yang mengandung anion (F^- , Cl^- , NO_2^- , Br^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , dan PO_4^{3-}) dengan deret konsentrasi kalibrasi 1,2; 1,4; 1,6; 1,8; 2 mg/L. Semua larutan disiapkan dalam aquadest dan disaring dengan menggunakan membrane filter 0,22 μm sebelum penentuan kadar minor anion dilakukan. Amin, M. 2020. Anion; air minum; kromatografi ion 290 Pengambilan dan Perawatan Sampel Untuk tujuan penentuan kadar minor anion secara serempak, terdapat 6 merek AMDK yang dikumpulkan dengan mengambil beberapa merek yang tersedia secara komersial di Maluku Utara. Ada merek kemasan yang diproduksi di dalam dan di luar di wilayah Maluku Utara dan dipasarkan di wilayah Maluku Utara, di antaranya: AJM, Aqua, Ake, Flow, Mia OXY, Club. Keseluruhan sampel AMDK yang dikumpulkan, kemudian ditentukan kadarnya secara langsung tanpa pretreatment selain disaring untuk menghilangkan partikel pengotor yang mungkin ada dalam sampel dengan menggunakan membrane filter 0,22 μm (Amin, 2020).

DAFTAR PUSTAKA

- Amin, M. 2020. Penentuan Secara Serempak Kadar Minor Anion (F⁻, Cl⁻, NO₂⁻, Br⁻, NO₃⁻, SO₄²⁻ dan PO₄³⁻) pada Sampel Air Minum dalam Kemasan (AMDK) dengan Teknik Kromatografi Ion Kinerja Ting. *Techno: Jurnal Penelitian*, 09(1), 287–296. <https://doi.org/10.33387/tk.v9i1.1744>
- Boyles, J. G. , F. J. C. , P. D. S. 1989. *The Chemistry and Qualitative Analysis of Anions*.
- Bulgariu, L., & Asachi, G. 2014. *Analysis Methods of Chloride Ions with Industrial Applications New adsorbents obtained from PET waste with applications in the removal of organic and inorganic pollutants from aqueous media View project*. <https://www.researchgate.net/publication/310607344>
- Hwang, H. 2007. Quantitative separation of Cl⁻, Br⁻, and I⁻ ions by anion exchange chromatography equipped with a reflection detector [2]. In *Bulletin of the Korean Chemical Society* (Vol. 28, Issue 5, pp. 721–722). Korean Chemical Society. <https://doi.org/10.5012/bkcs.2007.28.5.721>
- Jeffery, G. H. , B. J. 1989. *Vogels-Textbook-Of-Macro-And-SemiMicro-Qualitative-Inorganic-Analysis-5th-Edition*.
- Kenup-Cantuaria, H. O., B Brandão, L. E., & Silva, A. X. 2015. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE ENERGIA NUCLEAR-ABEN DETERMINATION OF IODIDE BY VOLUMETRIC TITRATION IN SUPPORT OF THE OIL ELETROLABELING WITH 123 I.
- Lascu, A., Plesu, N., Anghel, D., Birdeanu, M., Vlascici, D., & Fagadar-Cosma, E. 2019. Optical detection of bromide ions using Pt(II)-5,10,15,20-tetra-(4-methoxy-phenyl)-porphyrin. *Chemosensors*, 7(2). <https://doi.org/10.3390/chemosensors7020021>

- Neelamegam, P., & Vasumathi, R. 2011. *COLORIMETRIC DETERMINATION OF CHLORIDE ION IN ORAL REHYDRATION SALTS USING MICROCONTROLLER P89C51RD2*.
- Park, H. M., Kim, Y. M., Lee, D. W., Lee, S. W., & Lee, K. B. 2002. Ion chromatographic determination of inorganic anions in environmental samples of Korea. *Analytical Sciences*, 18(3), 343–346. <https://doi.org/10.2116/analsci.18.343>
- R.A. Day & A.L. Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif* (6th ed.). Erlangga.
- Satheshkumar, A., El-Mossalamy, E. H., Manivannan, R., Parthiban, C., Al-Harbi, L. M., Kosa, S., & Elango, K. P. 2014. Anion induced azo-hydrazone tautomerism for the selective colorimetric sensing of fluoride ion. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 128, 798–805. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2014.02.200>
- Setiono, L., & Pudjaatmaja H. 1985. *Vogen Bagian II Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro: Vol. Bagian II* (G. Svehla, Ed.; Ke Lima). Kalman Media Pusaka.
- Yoshinaga, T., & Ohta, K. 1990. Spectrophotometric Determination of Mercury Thiocyanate and Iron Alum Chloride Ion Using. In *ANALYTICAL SCIENCES FEBRUARY* (Vol. 6).

BAB 7

PENGANTAR KIMIA ANALISIS KUANTITATIF

Oleh Nur Yusaerah

7.1 Pendahuluan

Kimia Analitik mengkaji teori dan praktek teknik penentuan komposisi bahan. Seorang ahli kimia analitik dapat mengambil prinsip-prinsip dari kimia, fisika, biologi, teknik, ilmu komputer, dan disiplin ilmu lainnya untuk mengembangkan metode analitik. Misalnya, spektrometer massa, spektrometer dispersi sinar-X, dan spektrofotometer inframerah, yang semuanya dikembangkan oleh fisikawan, telah digunakan secara luas dalam pemecahan masalah analitik.

Analisis kualitatif dan kuantitatif adalah dua sub bidang kimia analitik. Tujuan dari analisis kuantitatif adalah untuk mengetahui berapa banyak zat yang diberikan dalam sampel. Zat tertentu, juga dikenal sebagai konstituen atau analit, dapat membentuk semua atau sebagian dari sampel yang sedang dianalisis (Romansyah *et al.*, 2019). Analit dianggap sebagai komponen utama jika membentuk lebih dari 1% sampel dan merupakan zat yang dianalisis. Jika jumlahnya antara 0,01 dan 1 persen dari sampel, zat tersebut dianggap sebagai konstituen minor. Terakhir, zat yang hadir kurang dari 0,01% adalah unsur jejak.

7.2 Pengertian Analisis Kimia Kuantitatif

Serangkaian analisis kimia disebut analisis kimia kuantitatif, dan tujuannya adalah untuk mengetahui berapa banyak unsur atau senyawa dalam sampel yang kami analisis. Atau gagasan analisis kimia kuantitatif, yaitu pekerjaan yang dilakukan untuk menentukan konsentrasi senyawa dalam sampel dalam satuan seperti mol atau gram. Karena kesalahan pengukuran akan mengakibatkan kesalahan data dalam penelitian, maka metode ini memerlukan tingkat ketelitian yang tinggi. Dalam kebanyakan kasus, analisis kualitatif diikuti oleh analisis kuantitatif (Rosyada, Muliasari and Yuanita, 2019).

Ukuran sampel yang dapat dianalisis merupakan faktor lain yang dapat digunakan untuk mengklasifikasikan analisis kuantitatif. Meskipun pembagiannya tidak jelas, dapat diringkas sebagai berikut: Analisis termasuk dalam analisis makro jika berat sampel lebih dari 0,1 gram. Analisis semimikro digunakan bila sampel memiliki berat antara 10 dan 100 mg. Analisis ultramikro mencakup sampel dengan urutan mikrogram, sedangkan analisis mikro digunakan untuk sampel dengan berat antara 1 dan 10 mg.

Tujuan dari analisis kimia kuantitatif adalah untuk memastikan berapa banyak unsur atau senyawa yang ada dalam sampel atau sampel (Rostika and Tengah, 2020).. Analisis Assay (PK) terkadang disebut sebagai analisis kimia kuantitatif di beberapa laboratorium. Metode analisis kimia kuantitatif didasarkan pada: pengukuran sifat listrik, pengukuran sifat optik tertentu, kombinasi pengukuran optik atau listrik dan reaksi kimia kuantitatif, pengukuran jumlah reagen yang diperlukan untuk menyelesaikan reaksi atau penentuan laju reaksi, dan kinerja kuantitatif dari reaksi kimia yang sesuai.

7.3 Metode Analisis Kimia Kuantitatif

Metode utama analisis anorganik kuantitatif adalah sebagai berikut: (Ardilla *et al.*, 2018)

1. Pengukuran kuantitatif jumlah reagen yang diperlukan untuk menyelesaikan reaksi atau menentukan jumlah produk yang dihasilkan oleh reaksi jika memungkinkan;
2. Pengukuran properti listrik;
3. Menentukan sifat optik tertentu;
4. Kombinasi reaksi kimia kuantitatif dan pengukuran optik atau listrik.

Metode-metode tersebut dijelaskan secara rinci sebagai berikut:

1. Implementasi kuantitatif reaksi kimia (kesetaraan zat yang bereaksi) adalah dasar dari metode gravimetri, titrimetri, dan volumetrik konvensional dari analisis kimia.
2. Teknik analitik berdasarkan sifat kelistrikan mengukur sifat kelistrikan seperti arus, tegangan, atau resistansi dalam kaitannya dengan konsentrasi spesies tertentu dalam larutan. Pendekatan yang dimaksud adalah:
 - a. Voltametri, yang mengukur arus yang mengalir melalui mikroelektroda pada tegangan yang telah ditentukan (Rusnadi and Setiarso, 2020).
 - b. Koulometri, yang mengukur jumlah arus dan waktu yang diperlukan untuk menyelesaikan reaksi elektrokimia atau untuk menghasilkan bahan yang cukup untuk bereaksi sempurna dengan reagen tertentu
 - c. Potensiometri (pengukuran potensial elektroda dalam kesetimbangan dengan ion yang akan ditentukan) (Sihombing and Hakim, 2020)

- d. Konduktometri, yang merupakan pengukuran konduktivitas listrik suatu larutan (Hindayani *et al.*, 2022).
3. Analisis bergantung pada pengukuran jumlah energi cahaya yang diserap oleh sampel pada panjang gelombang tertentu dalam metode optik; atau pengukuran jumlah energi yang dilepaskan pada panjang gelombang tertentu dan emisi cahaya. Spektrofotometri tampak dan spektrofotometri ultra violet adalah dua contoh teknik penyerapan yang biasanya dikelompokkan berdasarkan panjang gelombang percobaan.

Secara umum, analisis kuantitatif dapat dilakukan dengan menggunakan gravimetri, titrimetri (volumetri), dan instrumentasi (seperti potensiometri dan spektrofotometri), seperti dijelaskan di atas. Pengukuran gravimetri dan volumetrik masih memainkan peran penting dalam analisis, terlepas dari kenyataan bahwa instrumen lebih sering digunakan akhir-akhir ini. Ini adalah hasil dari:

1. Semua laboratorium memiliki akses yang murah dan mudah ke peralatan untuk prosedur konvensional atau klasik, sedangkan instrumen biasanya mahal.
2. Sebagian besar instrumen perlu dikalibrasi dengan zat referensi. Metode konvensional biasanya digunakan untuk menentukan zat pembanding ini.
3. Untuk penugasan rutin dalam jumlah besar, metode instrumen lebih baik.

Metode analisis kuantitatif yang dikembangkan oleh ahli kimia meliputi:

1. Metode titrasi atau volumetrik dan metode gravimetri adalah dua metode klasik dalam analisis kuantitatif yang sering digunakan. Universitas juga membutuhkan

- praktikum menggunakan pendekatan ini. Titrasi digunakan dalam metode analisis kuantitatif volumetrik, juga dikenal sebagai titrasi metrik. Titrasi adalah proses penambahan volumetrik tertentu ke satu larutan dan lainnya. Analit adalah larutan yang konsentrasinya dapat segera ditentukan, sedangkan larutan standar memiliki konsentrasi yang diketahui (Wahab *et al.*, 2021).
2. Instrumen untuk analisis kuantitatif. Stoikiometri reaksi pengendapan berfungsi sebagai dasar untuk analisis kuantitatif metode gravimetri. Biasanya, reaksi ini menambahkan terlalu banyak senyawa untuk menghasilkan endapan. Untuk senyawa organik, spektrofotometer HPLC dan UV-Vis adalah instrumen analitik yang paling umum digunakan. Untuk logam, bagaimanapun, AAS masih merupakan instrumen yang paling umum digunakan, bersama dengan instrumen analitik kuantitatif lainnya, tergantung pada sifat senyawa yang kadarnya akan segera ditentukan (Al-fatimah, Isnaini and Laksono, 2021).

7.4 Tahapan Analisis Kimia Kuantitatif

Pada kenyataannya, ada lima tahapan utama untuk menyelesaikan analisis kuantitatif: (1) pengambilan sampel, atau pemilihan sampel yang mewakili bahan yang dianalisis; (2) pembubaran sampel; (3) mengubah analit menjadi bentuk yang dapat diukur; (4) evaluasi; dan (5) perhitungan hasil pengukuran dan interpretasinya. Beberapa tahap operasional tambahan mungkin diperlukan selain yang tercantum di atas. Mungkin perlu mengeringkan sampel sebelum dapat dianalisis jika merupakan zat padat. Karena hasil kuantitatif biasanya dilaporkan dalam satuan relatif, seperti jumlah gram per 100 gram sampel (persen berat), pengukuran berat sampel (atau volume, jika berupa gas) perlu dilakukan secara akurat.

7.4.1 Pencuplikan Sampel

Pada dasarnya, ketika kita diberikan sampel (sampel) yang homogen atau mendekati homogenitas, terkadang kita bermasalah dengan pengambilan sampel (Purnama *et al.*, 2020). Meskipun demikian, kita perlu menyadari pentingnya pengambilan sampel dan tindakan apa yang harus diambil ketika muncul masalah yang jarang terjadi. Untuk memberikan ikhtisar tentang sifat dasar dari masalah yang ada, diskusi singkat tentang pengambilan sampel gas, cairan, dan padatan akan diberikan.

Ahli kimia berusaha untuk mendapatkan sampel yang mewakili semua komponen dan jumlahnya dalam sampel massal melalui setiap metode yang digunakannya. Dalam arti bahwa kita akan memperoleh kesimpulan tentang komposisi sampel curah dari analisis sebagian kecil bahan, prosedur ini melibatkan aplikasi statistik (Yuliyati *et al.*, 2020).

Zat Padat. Batubara adalah contoh zat yang sulit diambil sampelnya, dan metode padatan akan didemonstrasikan menggunakan batubara. Sampel kotor, bagian batubara yang tidak homogen yang mewakili komposisi rata-rata massa total, dipilih sebagai langkah pertama dalam prosedur pengambilan sampel. Ukuran partikel dan homogenitas adalah dua faktor yang mempengaruhi ukuran sampel yang dibutuhkan. Jika partikel batubara memiliki panjang, lebar, atau tinggi kurang dari satu inci, berat sampel kasar seharusnya sekitar 1000 lb.

Ada banyak metode untuk mendapatkan sampel kasar. Pemetikan terus-menerus, misalnya, dapat digunakan untuk memisahkan sampel kasar dari batubara yang bergerak di sabuk konveyor. Atau, setiap 50 sendok batubara yang disekop dari truk dapat digunakan sebagai sampel.

Batubara digiling atau dihancurkan, dicampur secara sistematis, dan ukurannya dikurangi setelah sampel dipilih. Penimbunan sampel dengan sekop hingga membentuk kerucut merupakan salah satu cara untuk mereduksi sampel batubara.

Kerucut kemudian harus dikompresi, kemudian dibagi menjadi bagian yang sama; Dua di antaranya dibawa keluar. Senapan adalah alat mekanis yang digunakan untuk membagi sampel. Pengocok terdiri dari barisan saluran kecil miring yang diatur sedemikian rupa sehingga setiap saluran secara bergantian mengirimkan limbah ke arah lain. Sampel dapat dibagi dua secara otomatis menggunakan alat ini.

Dengan menggunakan lesung dan alu, sampel dapat digiling lebih lanjut di laboratorium. Sampel harus digiling terlebih dahulu sebelum dapat dilewatkan melalui filter dengan mesh (ukuran saringan) tertentu. Perlu dicatat bahwa data analitik yang diperoleh sama sekali tidak lebih unggul dari presisi yang digunakan dalam prosedur pengambilan sampel.

7.4.2 Melarutkan Sampel

Sebagian besar sampel yang dianalisis dalam kursus analisis kuantitatif pertama larut dalam air. Namun, secara umum benar bahwa agar bahan yang ditemukan di alam dapat larut, seperti bijih dan produk logam seperti paduan, diperlukan perlakuan khusus. Perlakuan dengan asam hidroklorik, nitrat, sulfat, atau perklorat adalah metode yang paling umum untuk melarutkan sampel karena setiap bulan dapat menghadirkan tantangan yang unik. dan melebur dengan fluks asam atau basa sebelum diolah dengan air atau asam (Theresih, 2016). Tindakan asam sebagai pelarut tergantung pada sejumlah faktor:

1. Logam lebih aktif daripada hidrogen dalam mereduksi ion hidrogen
2. Interaksi antara anion asam lemah dan ion hidrogen
3. Kemampuan anion asam untuk mengoksidasi
4. Kecenderungan anion asam untuk membentuk kompleks yang larut dengan kation zat terlarut

Asam yang paling sering digunakan untuk melarutkan sampel adalah asam klorida dan nitrat. Meskipun ion klorida bukanlah zat pengoksidasi seperti ion nitrat, ia memiliki kecenderungan kuat untuk membentuk kompleks yang larut dengan banyak unsur berbeda. Menggabungkan kedua asam ini menghasilkan aqua regia (aqua regia), pelarut yang kuat.

Setelah meleleh dengan fluks yang sesuai, sebagian besar zat yang tahan terhadap serangan asam atau air akan menjadi lebih mudah larut. Bahan asam seperti silikat diserang dengan fluks basa seperti natrium karbonat. Untuk bahan alkalin seperti bijih besi, asam seperti kalium hidrogen sulfat digunakan sebagai fluks. Dalam keadaan tertentu, zat pengoksidasi atau pereduksi juga dapat digunakan. Misalnya, natrium peroksida sering digunakan sebagai fluks.

7.4.3 Konversi Analit ke Bentuk Terukur

Biasanya, masalah "gangguan" harus diselesaikan sebelum pengukuran fisik atau kimia dapat dilakukan untuk menentukan jumlah analit dalam larutan sampel (Lusiana *et al.*, 2021). Misalnya, ahli ingin memutuskan berapa banyak tembaga dalam contoh dengan menambahkan kalium iodida dan titrasi yodium dibebaskan dengan natrium tiosulfat. Karena ion-ion ini juga mengoksidasi iodida menjadi yodium, ion-ion ini akan mengganggu jika larutannya juga mengandung ion besi(III). Dengan menambahkan natrium fluorida ke dalam larutan, yang mengubah besi(III) menjadi kompleks Fe^{3+} yang stabil, interferensi dapat dihindari. Ini mencontohkan strategi umum untuk menetralkan interferensi secara efektif dengan mengubah sifat kimia dasarnya.

Analit secara fisik dipisahkan dari komponen penyebab interferensi pada pendekatan kedua. Misalkan kita ingin menentukan jumlah magnesium dalam sampel yang juga mengandung ion besi(III) dan akan mengendapkan magnesium sebagai oksalat. Karena besi dan oksalat bergabung membentuk

endapan, niscaya akan mengganggu. Mudah untuk memperbaikinya. Cukup gunakan amonia untuk mengendapkan besi sebagai hidroksida pada pH sekitar 6,5. Karena magnesium tidak mengendap pada pH ini, interferensi dihilangkan.

Analit secara fisik dipisahkan dari pelarut dan semua komponen sampel selama analisis gravimetri. Pengendapan perak klorida, misalnya, menghasilkan klorida dalam sampel, yang kemudian dapat ditimbang, dikeringkan, dan disaring. Salah satu metode yang paling umum untuk memisahkan analit dari interferensi adalah presipitasi. Elektrolisis, ekstraksi pelarut, kromatografi, dan penguapan adalah pendekatan tambahan.

7.4.4 Pengukuran

Dalam analisis, tahap pengukuran dapat dilakukan dengan menggunakan kimia, fisika, atau biologi. Metode kuantitatif dibagi menjadi subdivisi titrimetri (volumetrik), gravimetri, dan instrumental karena metode yang digunakan di laboratorium. Volume larutan dengan konsentrasi yang diketahui yang diperlukan untuk bereaksi dengan analit dalam analisis titrimetri diukur. Mengenai berat yang diukur dengan metode gravimetri (Darma and Marpaung, 2020). Sebagai gambaran, perak klorida diendapkan dan ditimbang untuk menentukan kloridanya. Ada banyak penggunaan kata instrumental; Bahkan, penggunaan instrumen khusus selama tahap pengukuran disebut dengan istilah ini. Faktanya, instrumen dapat digunakan pada setiap atau semua tahap analisis, dan dalam arti yang lebih luas, timbangan analitik dan buret juga merupakan instrumen. Instrumentasi yang paling banyak digunakan adalah spektroskopi adsorpsi dan emisi, yang biasanya mencakup spektrometri massa, refraktrometri, potensiometri, polarografi, kulometri, konduktometri, dan spektroskopi polarimetri.

7.4.5 Pengukuran Perhitungan dan Interpretasi

Langkah terakhir dalam analisis adalah mencari tahu berapa banyak analit dalam sampel. Dalam kasus seperti ini, prinsip dasarnya biasanya langsung. Misalnya, hubungan stoikiometri langsung dari reaksi kimia berfungsi sebagai dasar untuk metode titrometer dan gravimeter. Sifat yang diukur menggunakan metode spektrofotometri absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi analit dalam larutan. Namun, tidak selalu mudah untuk menemukan hasil yang diperoleh secara analitis. Saat mengaburkan hasilnya, ahli kimia analitik harus memperhitungkan kemungkinan kesalahan (kesalahan atau kesalahan) dalam pengukuran apa pun (Kartini, 2019). Teknik statistik biasanya digunakan. Signifikansi analisis data adalah aplikasi utama dari metode statistik.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-fatihah, Z.N., Isnaini, M. and Laksono, P.J. 2021. 'Development of a three-tier multiple-choice diagnostic test instrument to detect misconceptions in chemical equilibrium materials', 9(1), pp. 21–30.
- Ardilla, D. *et al.* 2018. 'Analisis Lemak Babi Pada Produk Pangan Olahan Menggunakan Spektroskopi UV – Vis Analysis Of Lard In The Meat Processed Using UV - Vis Spectroscopy', 1(2).
- Darma, W. and Marpaung, M.P. 2020. '(Fibraurea chloroleuca Miers) SECARA GRAVIMETRI Analysis Of The Types And Levels Of Akar Kuning (Fibraurea chloroleuca Miers) Extract By Gravimetric', 3, pp. 51–59.
- Hidayani, A. *et al.* 2022 'Akurasi dan Presisi Metode Konduktivitas Menggunakan Sel Pemantauan Kualitas Air Minum Sekunder Pengukuran Jones Tipe E untuk', 05(01), pp. 41–51.
- Kartini, K.S.. 2019. 'Pengaruh Model Pembelajaran Kooperatif Tipe Think-Pair-Share Terhadap Hasil Belajar Kimia Siswa Kelas X', 2(01), pp. 29–33.
- Lusiana, R.A. *et al.* 2021. 'Membran Kitosan-Sitrat Sebagai Katalis Heterogen', 6(01), pp. 92–100.
- Purnama, A.A. *et al.* 2020. 'Studi Morfometrik Ikan Pimpiang di Sungai Kumu Desa Rambah Kabupaten Rokan Hulu Provinsi Riau' Agropriamtech, 3(2), pp. 46–54.
- Rostika, D. and Tengah, L. 2020. 'Penerapan Model Pembelajaran Kooperatif Tipe', 1, pp. 240–251. doi:10.5281/zenodo.4004041.
- Rosyada, E., Muliasari, H. and Yuanita, E. 2019. 'Analysis of Diclofenac as drug chemical in jamu for rheumatism sold in Mataram city. 15(1), pp. 12–19.

- Rusnadi, W.R. and Setiarso, P.. 2020. 'The Making Of Nano Carbon Electrode For Lead (Ii) Analysis Using Cyclic Voltammetry' 'UNESA Journal of Chemistry, 9(1), pp. 71–76.
- Sihombing, V.H. and Hakim, S. (2020). 'Penggunaan Wolfram pada Potensiometri untuk Mendeteksi Buffer Pospat dan Enzim Urease' EINSTEIN (e-Journal) 9(1), pp. 46-52.
- Theresih, K. 2016. 'ISOLASI SENYAWA METABOLIT SEKUNDER DARI BIJI MAHONI (swietenia mahagoni JACQ) METODE EKSTRAKSI SOKLET PELARUT ETANOL', pp. 184–190.
- Wahab, A. *et al.* 2021. 'Pengembangan penuntun praktikum titrasi asam basa berbasis inquiri terbimbing', 9(3), pp. 75–80.
- Yuliyati, T.B. *et al.* 2020. 'Indonesian Journal of Chemical Science Enkapsulasi Minyak Kemangi (Ocimum basilicum) pada Maltodekstrin dan β - siklodekstrin', 9(1).

BAB 8

TITRASI ASAM BASA

Oleh Gregorio Antonny Bani

8.1 Pendahuluan

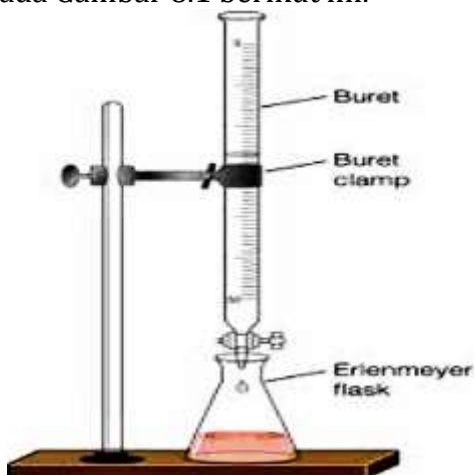
Titration asam basa atau disebut juga asidimetri merupakan sebuah bagian dari analisis kimia kuantitatif volumetri, dimana teknik analisis ini menggunakan larutan asam basa sebagai zat penentu dalam mengukur kandungan zat lain (Sastrohamidjojo, 2005). Larutan asam basa yang digunakan disebut juga sebagai titran.

Dalam menentukan bahwa suatu larutan asam basa yang tambahkan telah mencapai batas, maka dibutuhkan suatu titik yang akan disebut sebagai titik ekuivalen, dimana titik ini akan ditentukan melalui angka yang ditunjukkan pada alat ukur ketika terjadi perubahan warna dari zat yang diukur, dan kemudian titik tersebut disebut juga sebagai indikator (Sastrohamidjojo, 2005).

Rentangan selisih angka yang ditunjukkan pada peralatan ukur dalam proses titration harus berada pada nilai yang sekecil mungkin, sehingga hasil dari proses tersebut akurat. Hal ini dapat dicapai dengan cara menentukan angka yang paling berdekatan dengan angka yang tertera pada titik ekuivalen saat terjadi perubahan warna (Underwood & Day, 1984).

Teknik analisis titration dapat digunakan apabila konsentrasi titran yang digunakan untuk mengukur zat lain sudah diketahui. Sehingga peralatan utama yang dibutuhkan dalam melaksanakan prosedur analisis adalah peralatan untuk

volume mengukur suatu larutan, sebagaimana yang ditampilkan pada Gambar 8.1 berikut ini.



Gambar 8.1. Alat titrasi asam basa.

Sumber: (Simanjuntak, 2018)

Agar metode titrasi asam basa yang dilakukan dapat berhasil dengan baik, maka diperlukan beberapa syarat, antara lain:

1. Konsentrasi larutan asam basa sebagai titran harus diketahui. Disebut juga sebagai larutan standar karena larutan tersebut dibuat dengan konsentrasi tertentu yang ditetapkan berdasarkan pengamatan terhadap kenaikan nilai pH.
2. Reaksi kimia yang akan terjadi antara larutan asam/ basa dengan zat yang akan dianalisis harus diketahui.
3. Angka saat terjadi perubahan warna untuk dijadikan sebagai indikator harus diketahui. Angka yang tertera ketika terjadi perubahan warna disebut titik akhir.
4. Kebutuhan jumlah larutan asam basa ketika terjadi perubahan warna harus diketahui (Sastrohamidjojo, 2005).

Dalam metode titrasi asam basa, larutan standar yang digunakan dapat bersifat asam atau basa, sehingga reaksi kimia yang dilibatkan dalam teknik analisis ini adalah reaksi netralisasi, dan ditulis dalam persamaan sebagai berikut:



Ion H^+ berperan sebagai zat yang bersifat asam dengan ion OH^- sebagai zat yang bersifat basa akan bereaksi untuk mencapai kesetimbangan dan menghasilkan produk akhir reaksi H_2O yang bersifat netral. Konsep lain yang menjelaskan reaksi netralisasi ini, menyatakan bahwa reaksi ini merupakan reaksi donor ion positif (H^+) kepada penerima ion positif tersebut (OH^-). Oleh karena itu, apabila reaksi tersebut dibalikkan dalam menganalisis kandungan suatu senyawa yang bersifat asam, maka harus menggunakan larutan standar basa (Rodiani & Suprijadi, 2013).

8.2 Prinsip Titrasi Asam Basa

Melalui pengamatan secara langsung, maka dapat diamati bahwa akan terjadi perubahan warna selama proses titrasi. Hal tersebut mengindikasikan bahwa telah terjadi perubahan nilai pH. Terjadinya perubahan warna dari larutan yang dititrasi merupakan indikator utama bahwa telah terjadi reaksi kimia antara larutan asam basa dengan zat yang akan dianalisis. Penggunaan pH meter juga merupakan salah satu solusi untuk mengamati perubahan pH larutan yang dititrasi (Wiryawan, Retnowati, & Sabarudin, 2008).

Dalam titrasi asam basa berlaku persamaan sebagai berikut:

$$n \times M \times V \text{ asam} = n \times V \times M \text{ basa}$$

Dimana N adalah Normalitas, V adalah volume, M adalah Molaritas dan n adalah jumlah ion H^+ (pada asam) atau OH^- (pada basa).

Persamaan di atas, diperoleh dari asumsi dasar bahwa nilai normalitas suatu larutan merupakan hasil perkalian dari molaritas (M) dengan jumlah ion H^+ pada larutan asam atau jumlah ion OH^- pada larutan basa.

Ketika proses titrasi mencapai titik akhir, maka nilai mol yang menunjukkan konsentrasi suatu larutan yang bersifat asam atau pun basa telah mencapai titik ekuivalen ketika bereaksi, akan bernilai sama (**mol-ekuivalen asam = mol-ekuivalen basa**). Oleh karena itu, konsentrasi mol-ekuivalen ditentukan dengan cara menghitung hasil perkalian dari normalitas dengan volume dari suatu larutan (**$N \times V \text{ asam} = N \times V \text{ basa}$**) (Achmad & Abdul, 2006).

Data perubahan nilai pH dari suatu senyawa tertentu saat dititrasi dapat dijadikan acuan untuk menentukan jenis indikator yang tepat. Berbagai macam nilai pH yang dihasilkan dari reaksi asam dan basa dapat dilihat pada Tabel 8.1 berikut ini:

Tabel 8.1. Harga pH titik ekuivalen titrasi asam basa

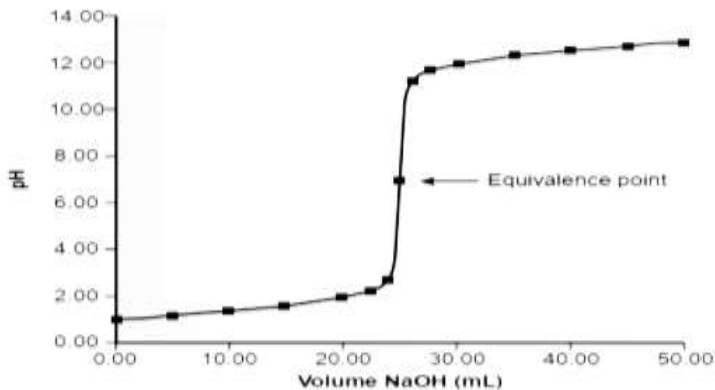
Jenis Asam	Jenis Basa	pH titik ekuivalen (TE)
HCl (kuat)	NaOH (kuat)	= 7 (netral)
HCl (kuat)	NH ₄ OH (lemah)	< 7 (asam)
CH ₃ COOH (lemah)	NaOH (kuat)	> 7 (basa)
CH ₃ COOH (lemah)	NH ₄ OH (lemah)	Tergantung pada harga Ka Asam lemah dan Kb basa lemahnya. Bila $K_a > K_b$, maka pH TE < 7; Bila $K_a < K_b$, maka pH TE > 7; Bila $K_a = K_b$, maka pH TE = 7

Sumber: (Wiryawan, Retnowati, & Sabarudin, 2008).

8.3 Kurva Titrasi Asam Basa

Kurva yang menunjukkan perubahan nilai pH dari suatu larutan yang diakibatkan oleh penambahan jumlah larutan titran disebut sebagai kurva titrasi. Kurva titrasi memudahkan pengamatan terhadap perubahan nilai pH dari suatu larutan sebelum mencapai titik ekuivalen, dimana akan terjadi perubahan warna secara perlahan-lahan ketika titran ditambahkan sedikit demi sedikit. Perubahan pH asam lemah pada titik ekuivalen kurang begitu jelas dibandingkan dengan titrasi asam kuat, dimana perubahan warna larutan tidak begitu tajam dan jelas apabila diamati secara langsung. Untuk mengatasi hal tersebut, maka pemilihan indikator yang tepat sangat diperlukan agar dapat menghasilkan tingkat ketajaman warna yang baik pula. Dalam analisis kimia secara kuantitatif yang menggunakan metode titrasi asam basa, maka pemilihan indikator merupakan faktor yang paling penting untuk memperoleh data yang tepat dan akurat (Rohmah & Rini, 2020).

Titik ekuivalen dalam kurva titrasi ditampilkan pada Gambar 8.2 sebagai berikut:



Gambar 8.2. Kurva titrasi asam dan basa.

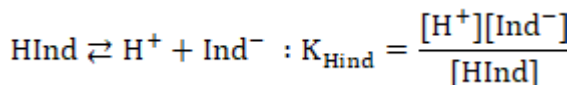
Sumber: (Harvey, 2000)

Berdasarkan Gambar 8.2 tersebut, maka diketahui bahwa pengamatan terhadap proses perubahan warna sangat diperlukan, dimana warna yang paling terang dan tajam merupakan titik untuk mengakhiri suatu proses titrasi. Hal tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi antara larutan yang bereaksi sudah berada pada jumlah yang sama, dan apabila dilanjutkan maka volume titran akan berlebih, sehingga akan sulit mendapatkan hasil yang valid. Seberapa besar kesalahan (*error*) dan seberapa baik indikator yang digunakan juga dapat diprediksi melalui kurva titrasi (Mundriyastutik, Maulida, & Ratnowati, 2021).

Pada titrasi asam dengan basa, kurva titrasi menunjukkan korelasi antara jumlah larutan basa (NaOH) sebagai penitrasi (sumbu X) dengan pH (sumbu Y), dimana semakin meningkatnya jumlah penitrasi mengakibatkan nilai pH larutan yang dititrasi terus naik. Oleh karena itu, hal tersebut juga akan berlaku sebaliknya apabila larutan penitrasi bersifat asam. (Wiryan, Retnowati, & Sabarudin, 2008).

8.4 Indikator Asam Basa

Asam dan basa organik lemah dalam proses titrasi, menghasilkan dua warna yang berbeda dalam larutan yang memiliki nilai pH berbeda yang berbeda pula. Oleh karena itu, dalam titrasi asam dengan basa, umumnya akan menggunakan indikator dari jenis larutan yang memiliki nilai pH asam dengan konsentrasi mol titran berada pada tingkat yang lebih kecil, agar perubahan warna dapat lebih jelas dan tajam. Indikator titrasi dengan nilai pH rendah akan habis bereaksi dengan larutan yang memiliki nilai pH yang lebih besar setelah dititrasi. Salah satu contoh bentuk reaksi ionisasi indikator asam lemah dengan basa (Hind) sebagai berikut:



Penambahan titran akan melepaskan proton (H^+) dan akan habis bereaksi dengan basa (Ind^-) (Sastrohamidjojo, 2005).

Beberapa contoh indikator asam basa yang memiliki kisaran nilai pH dan perubahan warna dalam bentuk asam (H^+) dan basa (Ind^-) disajikan pada Tabel 8.2 berikut ini.

Tabel 8.2. Kisaran harga pH indikator asam basa dan perubahan warnanya

Indikator	pH 0-2	pH 2-4	pH 4-6	pH 6-8	pH 8-10	pH 10-12	pH 12-14
$C_{25}N_3H_{20}Cl$	Kuning	Biru					
$C_{21}H_{17}NaO_5S$	Merah	Kuning					
$C_{27}H_{30}O_5S$	Merah	Kuning					
$C_{19}H_{10}Br_4O_5S$	Kuning	Kuning	Biru				
$C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$		Merah	Kuning				
$C_{15}H_{15}N_3O_2$		Merah	Merah	Kuning			
$C_{27}H_{28}Br_2O_5S$			Kuning	Kuning	Biru		
$C_6H_6O_6$				Kuning	Merah		
$C_{20}H_{14}O_4$					Bening	Merah	
$C_{28}H_{30}O_4$					Bening	Biru	
$C_{13}H_{19}N_3O_5$					Kuning	Kuning	Merah

Sumber: (Fritz & Schenk, 1979)

Reaksi asam dan basa organik lemah dalam bentuk ion atau pun dalam bentuk yang tak terdisosiasinya, biasanya akan menunjukkan warna yang berbeda-beda. Zat-zat tersebut dapat dimanfaatkan sebagai informasi bahwa konsentrasi titran yang ditambahkan telah berada pada kisaran yang cukup, dan dapat disebut juga sebagai indikator tampak (visual indikator). Berdasarkan hal tersebut, maka disimpulkan bahwa titrasi asam lemah dengan basa lemah atau sebaliknya, tidak menghasilkan suatu perubahan warna yang jelas. Oleh karena

itu, diperlukan instrumen lain, seperti konduktometri, potensiometri, dan spektrometri dalam menentukan kadar zat yang bersifat demikian (Rodiani & Suprijadi, 2013).

Nilai pH yang paling berdekatan dengan nilai pH di sekitar titik ekuivalen merupakan indikator yang tepat untuk dipilih dalam sebuah proses titrasi asam basa. Oleh karena itu, pengamatan untuk menentukan titik ekuivalen harus dilakukan dengan teliti, sehingga proses titrasi hanya dapat dijalankan secara perlahan-lahan dengan cara menambahkan larutan titran sedikit demi sedikit sambil mengamati perubahan warna yang terjadi pada larutan tersebut.

8.5 Beberapa Prosedur Titrasi Asam Basa

1. Pembuatan larutan standar boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 0,1 N dengan asam klorida (HCl). Prosedur ini dilakukan dengan cara melarutkan 10,645 gram boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) dengan aquades (H_2O) ke dalam labu ukur 1 L. Lalu larutan asam klorida (HCl) 0,1N disiapkan dengan cara melarutkan 8 – 9 mL asam klorida (HCl) pekat dengan aquades (H_2O) ke dalam labu ukur 1 L, dimana larutan boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) tersebut kemudian dipipet sebanyak 25mL dengan menggunakan pipet volume ke dalam erlenmeyer 250 mL, yang kemudian dilanjutkan dengan menambahkan 2 – 3 tetes indikator metil merah ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$). Normalitas larutan asam klorida (HCl) yang dianalisis tersebut, dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$N_{\text{HCl}} = \frac{V_{\text{Boraks}} \times N_{\text{Boraks}}}{V_{\text{HCl}}}$$

2. Pembuatan larutan standar natrium hidroksida (NaOH) dengan larutan asam klorida (HCl). Reaksi dari analisis ini adalah: $\text{HCl} + \text{NaOH} \rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$. Prosedur kerjanya

dimulai dengan cara menambahkan 50 gram natrium hidroksida (NaOH) ke dalam aquades (H₂O) 50 mL dalam beaker glass, lalu dibiarkan beberapa lama sampai jernih. Setelah larutan tersebut jernih, maka sebanyak 6,5 mL larutan natrium hidroksida (NaOH) sebelumnya, akan diambil dan diencerkan dengan aquades (H₂O) sampai 1 L dalam labu ukur. Setelah itu, sebanyak 25 mL larutan natrium hidroksida (NaOH) di atas diambil dengan dengan pipet volume untuk dituangkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, dan tambahkan asam klorida (HCl) 0,1 M ke dalamnya, kemudian akan tambahkan 2 – 3 tetes indikator methyl orange (C₁₄H₁₄N₃NaO₃S). Normalitas natrium hidroksida (NaOH) tersebut dapat dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{V_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}}$$

3. Pembuatan larutan standar natrium hidroksida (NaOH) dengan larutan asam oksalat (C₂H₂O₄). Reaksi dari analisis ini adalah: $\text{NaOH} + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \rightarrow \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$. Prosedur kerja dilakukan dengan cara seperti pada standarisasi NaOH dengan HCl di atas. Larutan standar asam oksalat 0,1 N disiapkan dengan cara melarutkan sekitar 12 – 13 gram asam oksalat (H₂C₂O₄·2H₂O) dengan aquades (H₂O) sampai 1 L dalam labu ukur. Kemudian sebanyak 25 mL larutan asam oksalat 0,1 N diambil dengan menggunakan pipet volume untuk dituangkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, lalu ditambahkan 2-3 tetes indikator fenolftalin (C₂₀H₁₄O₄). Normalitas NaOH tersebut dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{V_{\text{Asam Oksalat}} \times N_{\text{Asam Oksalat}}}{V_{\text{NaOH}}}$$

4. Penentuan kadar asam asetat dalam cuka makanan. Reaksi dari analisis ini adalah: $\text{NaOH} + \text{HOAc} \rightarrow \text{NaOAc} + \text{H}_2\text{O}$. Prosedur kerja dari analisis ini dimulai dengan cara mengambil 10 mL cuka makan dengan pipet volume untuk dituangkan ke dalam labu ukur 250 mL dan kemudian diencerkan dengan aquades sampai tanda batas. Sebanyak 25 mL larutan tersebut diambil dengan pipet volume, lalu dituangkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, dan diakhiti dengan menambahkan 2-3 tetes indikator fenolftalein (pp). Kadar (%) asam asetat dalam cuka makan dapat dihitung dengan persamaan:

$$\text{Kadar Asam asetat (\%)} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{BE Asam Asetat} \times 100\%}{10/250 \times 25 \times \text{BJ cuka} \times 1000}$$

Catatan:

$$\text{BJ cuka} = \frac{\text{berat}}{\text{volume}}$$

DAFTAR PUSTAKA

- Achmad, M dan Abdul, R. 2006. *Pengantar Kimia Farmasi Analisis: Volumetri dan Gravimetri*. Yogyakarta. Pustaka Pelajar.
- Fritz., & Schenk. 1979. *Quantitative Analytical Chemistry*. Boston. Allyn and Bacon.
- Harvey, D. 2000. *Modern Analytical Chemistry*. New York. The McGraw-Hill Companies, Inc.
- Mundiyastutik, Yayuk., Maulida, Iffana Dani., & Retnowati Eko. 2021. *Analisis Volumetri (Titrimeti)*. Kudus. Muhammadiyah University Press.
- Rodiani, Teni., & Suprijadi. 2013. *Analisis Titrimetri dan Gravimetri*. Cianjur. Direktorat Pembina Sekolah Menengah Kejuruan.
- Rohmah, Jamilatur., & Rini, Chylen Setyo. 2020. *Kimia Analisis*. Sidoarjo. Usmida Press.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. 2005. *Kimia Dasar Edisi ke-2*. Yogyakarta. Gadjah Mada University Press.
- Simanjutak, Rosmidah. 2018. Penetapan Kadar Asam Lemak Pada Sabun Mandi Cair Merk "LX" dengan Metode Titrasi Asidimetri. *Jurnal Ilmiah Kohesi, Volume 2. Nomor 4*.
- Underwood, A.L. dan Day, R.A. 1984. *Analisa Kimia Kuantitatif Edisi ke-4*. Jakarta. Erlangga.
- Wiryanawan, Adam., Retnowati, Rurini., & Sabarudin, Akhmad. 2008. *Kimia Analitik*. Jakarta: Direktorat Pembina Sekolah Menengah Kejuruan.

BAB 9

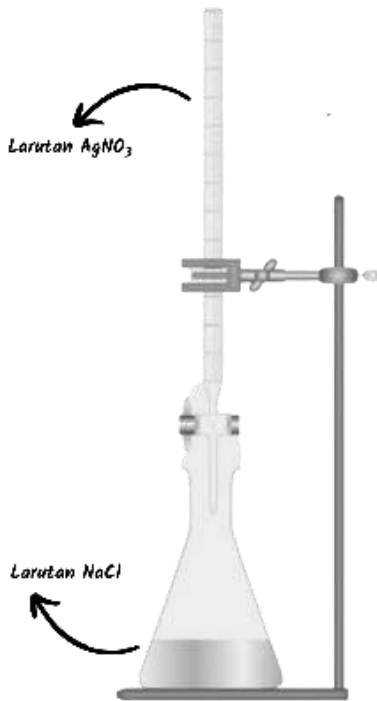
Titration Argentometry

Oleh Muhammad Al Mustawa

9.1 Introduction

Titration is one of the chemical analysis techniques used to determine the concentration or amount of a substance in a solution. This process usually involves adding a solution of known concentration to the solution being tested. The titration process continues until a reaction occurs between the standard solution and the solution being tested, which is indicated by a change in color or a change in physical or chemical properties. When the reaction is complete, it is called the endpoint of titration, which is observed by a change in the indicator or by using analytical instruments. Based on the volume of the standard solution added, the concentration or amount of the substance in the solution being tested can be calculated using stoichiometric equations. Titration is used in various applications, including in water quality testing, pharmaceutical analysis, and food quality testing.

This method is considered a reliable and accurate technique for determining the concentration of a substance in a sample solution. The basic principle of argentometric titration is the reaction between chloride ions in the sample and silver ions in the standard solution (AgNO_3), which produces a precipitate that is insoluble in water, such as silver chloride (AgCl).



Gambar 9.1. Titrasi Argentometri

Dari volume larutan standar yang ditambahkan dan konsentrasi larutan standar perak nitrat yang diketahui, konsentrasi ion klorida dalam sampel dapat dihitung menggunakan persamaan stoikiometri. Titrasi argentometri biasanya digunakan dalam pengujian kualitas air, karena konsentrasi klorida dalam air merupakan indikator penting untuk menentukan tingkat pencemaran dan kualitas air. Teknik ini juga digunakan dalam analisis farmasi dan pengujian kualitas makanan. Dalam keseluruhan, titrasi argentometri telah terbukti menjadi teknik analisis yang sangat bermanfaat

dan efektif dalam menentukan konsentrasi senyawa ion dalam berbagai sampel larutan.

9.2 Kurva Kalibrasi Titrasi Argentometri

Kurva titrasi argentometri menjadi representasi grafis dari bagaimana konsentrasi pereaksi yang digunakan dalam titrasi argentometri berubah ketika titran ditambahkan. Kurva ini sangat penting karena dapat memungkinkan pengamat untuk melihat perubahan yang terjadi selama titrasi pengendapan.

Kurva pada titrasi argentometri dapat dibuat dengan cara memplotkan perubahan pH atau $-\log[H^+]$ terhadap volume titran untuk melihat perubahan yang terjadi selama titrasi. Begitu juga pada kurva titrasi argentometri, kita memplotkan perubahan $-\log[\text{pereaksi}]$ terhadap volume titran untuk melihat bagaimana konsentrasi pereaksi berubah selama titrasi. Kurva pada titrasi argentometri ini digunakan untuk menentukan konsentrasi suatu zat dalam sampel melalui pengukuran volume titran yang dibutuhkan untuk mencapai titik ekuivalen. Dalam kurva titrasi argentometri dilakukan dengan menggunakan larutan standar AgNO_3 sebagai titran dan larutan yang mengandung ion klorida (Cl^-), bromida (Br^-), atau iodida (I^-) sebagai sampel yang akan dititrasi. Setiap kali larutan standar perak nitrat ditambahkan ke sampel, terjadi pembentukan endapan perak klorida (AgCl), perak bromida (AgBr), atau perak iodida (AgI), tergantung pada jenis ion halida yang terkandung dalam sampel.

Kurva titrasi argentometri akan menunjukkan titik ekuivalen, yaitu titik yang jumlah larutan standar (AgNO_3) yang ditambahkan sama dengan jumlah ion halida dalam sampel. Pada titik ini, semua ion halida dalam sampel akan bereaksi dengan larutan standar (AgNO_3) dan tidak ada ion halida yang tersisa.

Dengan mengamati kurva titrasi argentometri, dapat ditentukan konsentrasi ion halida dalam sampel. Titik ekuivalen dapat dilihat dari titik pada kurva yang konsentrasi pereaksi

berubah secara signifikan. Jumlah ion halida dalam sampel dapat dihitung dengan membandingkan volume larutan standar perak nitrat yang ditambahkan pada titik ekuivalen dengan konsentrasi larutan standar (AgNO_3) yang telah dikalibrasi sebelumnya. Semakin tepat kurva kalibrasi, semakin akurat pula perhitungan konsentrasi ion halida dalam sampel yang didapatkan dari kurva titrasi argentometri.

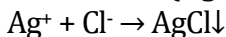
9.3 Metode-Metode dalam Titrasi Argentometri

9.3.1 Metode Mohr

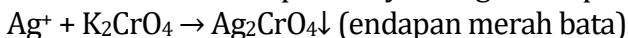
Metode Mohr menjadi salah satu metode pada titrasi argentometri yang digunakan dalam menentukan kadar Cl^- dalam suatu sampel. Metode ini dinamakan demikian untuk menghormati Karl Friedrich Mohr, seorang ahli kimia Jerman pada abad ke-19 yang mengembangkan metode ini.

Metode Mohr melibatkan penggunaan larutan standar AgNO_3 sebagai titran dan larutan K_2CrO_4 sebagai indikator. Kedua larutan tersebut ditambahkan ke dalam sampel yang mengandung Cl^- . Saat AgNO_3 ditambahkan ke dalam sampel, akan terjadi reaksi antara ion klorida dengan ion perak (Ag^+) dan menghasilkan endapan perak klorida (AgCl).

1. Larutan standar AgNO_3 yang ditambahkan secara perlahan-lahan ke dalam sampel yang mengandung Cl^- hingga terjadi endapan putih yang tidak larut. Endapan ini terbentuk karena terjadinya reaksi antara Ag^+ dan Cl^- yang membentuk endapan perak klorida (AgCl):



2. Setelah terbentuk endapan putih, indikator kalium kromat (K_2CrO_4) ditambahkan ke dalam larutan. Indikator ini akan membentuk endapan merah bata dengan ion perak yang masih tersedia dalam larutan, yang menunjukkan bahwa ion klorida telah bereaksi sepenuhnya dengan ion perak.



3. Pada titik akhir titrasi, setelah semua ion klorida bereaksi dengan ion perak, tidak ada ion perak yang tersisa dalam larutan. Indikator kalium kromat akan berubah warna dari merah bata menjadi kuning.

Dalam titrasi ini, titik akhir ditandai oleh perubahan warna dari jingga (akibat ion kromat yang tersisa) ke merah bata (akibat ion perak berlebih). Pada titik ini, ion klorida dalam sampel telah bereaksi dengan semua ion perak yang tersedia. Volume larutan standar perak nitrat yang ditambahkan digunakan untuk menghitung kadar ion klorida dalam sampel.

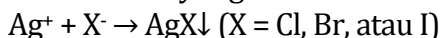
Metode Mohr memiliki beberapa kelebihan, seperti keakuratan yang tinggi dan biaya yang relatif murah. Namun, metode ini hanya dapat digunakan dalam menentukan kadar klorida, dan tidak dapat digunakan untuk menentukan halida lainnya. Selain itu, larutan kalium kromat yang digunakan sebagai indikator dalam metode Mohr dianggap beracun dan dapat membahayakan kesehatan jika tidak ditangani dengan benar.

9.3.2 Metode Volhard

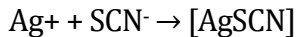
Titrasi Metode Volhard adalah salah satu metode yang digunakan dalam titrasi argentometri untuk menentukan kadar ion halida dalam sampel. Metode ini menggunakan standar AgNO_3 sebagai titran, larutan KSCN sebagai titran berlebih, dan indikator $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$ atau indikator *chrome azurol* (CAA) untuk mendeteksi titik akhir titrasi.

Reaksi kimia yang terjadi dalam metode Volhard sebagai berikut:

1. Ion halida dalam sampel bereaksi dengan ion perak dalam larutan standar perak nitrat (AgNO_3), membentuk endapan padatan yang tidak larut dalam air, yaitu AgX , dengan X merupakan ion halida yang terlibat dalam reaksi.



2. Setelah semua ion halida bereaksi dengan ion perak, tetes berikutnya dari larutan kalium tiosianat (KSCN) ditambahkan ke dalam larutan sampel. Ion tiosianat (SCN^-) bereaksi dengan ion perak yang masih tersisa dalam larutan, membentuk ion kompleks ion perak-tiosianat (AgSCN) yang larut dalam air dan berwarna putih susu.



3. Pada titik akhir titrasi, semua ion perak akan bereaksi dengan ion tiosianat, dan ion tiosianat berlebih yang tidak bereaksi akan membentuk kompleks dengan indikator besi(III) amonium sulfat atau indikator *chrome azurol* (CAA), yang menunjukkan perubahan warna dari merah menjadi biru atau biru hijau.

Metode Volhard adalah metode titrasi argentometri yang cukup akurat dan dapat digunakan dalam menentukan kadar ion halida dalam sampel dengan ketelitian yang tinggi. Namun, metode ini membutuhkan larutan kalium tiosianat yang berlebih, yang dapat memengaruhi akurasi pengukuran jika tidak dilakukan dengan hati-hati.

Untuk memperbaiki kesalahan yang terjadi pada titrasi, dapat melakukan penyaringan endapan perak klorida sebelum melakukan titrasi ulang. Langkah ini dapat membantu menghilangkan kontaminan yang menyebabkan kesalahan pada titrasi sebelumnya. Cara yang lain adalah dengan menambahkan zat organik, seperti nitrobenzene dengan tujuan membungkus endapan perak klorida agar tidak terjadi reaksi lagi saat dilakukan titrasi ulang. Dengan menggunakan salah satu atau kedua cara ini, kesalahan pada titrasi dapat diatasi dan hasil yang lebih akurat dapat diperoleh. Dalam hal ini, penting untuk memperhatikan keamanan dan prosedur yang tepat untuk mencegah kesalahan lebih lanjut dan menjaga kualitas hasil titrasi.

9.3.2 Metode Fajans

Indikator yang digunakan dalam metode Fajans ialah senyawa organik yang memiliki kemampuan untuk menempel atau teradsorpsi pada permukaan endapan yang terbentuk saat titrasi argentometri dilakukan. Indikator adsorpsi dikenal sebagai indikator yang menempel pada permukaan endapan. Indikator ini idealnya menempel pada permukaan endapan di dekat titik ekuivalen, sehingga selain mengalami perubahan warna, terjadi pula perpindahan warna dari larutan ke zat padat atau sebaliknya. Selain itu, ion fluoresenat juga dapat membentuk garam perak yang sangat berwarna. Dengan menggunakan indikator adsorpsi ini dalam metode Fajans, titrasi argentometri dapat dilakukan dengan lebih akurat dan menghasilkan hasil yang lebih tepat.

Pada awal titrasi Cl^- dengan AgNO_3 , terbentuk partikel AgCl yang membentuk koloid dengan muatan negatif karena Cl^- yang terserap. Sebagai hasilnya, ion anion dari zat warna akan ditolak oleh gaya elektrostatik dan tidak dapat terserap pada permukaan koloid. Namun, setelah mencapai titik ekuivalen, partikel AgCl akan menyerap Ag^+ sehingga partikel koloid akan menjadi bermuatan positif. Proses ini memungkinkan ion anion dari zat warna teradsorpsi pada permukaan koloid, yang akan menyebabkan perubahan warna larutan. Oleh karena itu, ion anion dari zat warna dapat teradsorpsi pada permukaan partikel koloid dan menyebabkan terjadinya perubahan warna. Zat warna tersebut merupakan zat warna organik yang berwarna merah dan mengandung ion fluoresenat, yang pada titik ekuivalen akan menempel pada permukaan partikel koloid dan menyebabkan warna merah perak fluoresenat terlihat pada permukaan endapan. Proses penyerapan ini dapat dibalik ketika dilakukan titrasi ulang pada Cl^- , di mana zat warna akan dilepaskan dari permukaan endapan. Dengan cara ini, proses adsorpsi dan desorpsi zat warna dapat membantu menghasilkan hasil titrasi yang lebih akurat dan konsisten pada metode Fajans.

Untuk mencapai keberhasilan dalam penggunaan indikator-adsorpsi, endapan dan indikator harus memiliki beberapa sifat yang mendukung, yaitu sebagai berikut:

1. Partikel endapan yang terbentuk harus memiliki sifat koloid untuk meningkatkan kemampuan penyerapan indikator tersebut.
2. Endapan harus memiliki kemampuan penyerapan ion yang kuat, terutama ion endapannya sendiri, yang menjadi sifat khas dari endapan koloid.
3. Indikator harus dapat berikatan dengan kuat pada ion yang telah diserap oleh endapan. Penyerapan ini akan terjadi ketika garam yang terbentuk oleh indikator memiliki kelarutan yang rendah.
4. pH larutan harus tetap agar indikator berada dalam bentuk ionnya. Indikator-adsorpsi terdiri dari ion asam atau basa konjugasi, sehingga konsentrasi ion tersebut sangat bergantung pada pH larutan. Dengan memenuhi sifat-sifat di atas, maka penggunaan indikator-adsorpsi dapat berhasil dan memberikan hasil titrasi yang lebih akurat dan konsisten.

Pada saat melakukan titrasi menggunakan indikator-adsorpsi, diperlukan reaksi pengendapan yang dapat membentuk endapan koloid dengan cepat. Walaupun teknik ini memiliki kecepatan, keakuratan, dan keandalan yang tinggi, namun terdapat batasan penggunaannya karena konsentrasi elektrolit yang tinggi dapat menyebabkan koagulasi endapan, sehingga mengurangi luas permukaan terjadinya adsorpsi. Demi menghindari koagulasi endapan perak dan mempertajam titik akhir titrasi, dapat ditambahkan larutan dekstrin 2% yang bebas klorida.

Penggunaan indikator-adsorpsi tergantung pada dua faktor utama, yaitu bentuk endapan dan ion indikator. Endapan

harus berupa koloid agar memperbesar luas permukaannya untuk menyerap zat warna, serta harus menyerap ionnya sendiri dengan kuat. Indikator harus berbentuk anion karena endapan yang akan menyerap zat warna bersifat bermuatan positif. Selain itu, pH larutan harus dijaga agar indikator tetap berada dalam bentuk ionnya, karena konsentrasi ion indikator sangat tergantung pada pH.

Dalam teknik ini, indikator dikenal sebagai indikator-adsorpsi karena penyerapannya pada permukaan endapan. Penyerapan indikator terjadi di dekat titik ekuivalen, sehingga selain perubahan warna, terjadi juga pemindahan warna dari larutan ke zat padat atau sebaliknya. Sebagai contoh, terdapat jenis zat warna organik fluoresen yang dapat terurai menjadi ion hidrogen dan ion fluoresenat yang bermuatan negatif. Ion fluoresenat akan menyebabkan perubahan warna larutan dari warna awal menjadi kuning-hijau.

Tabel 9.1. Perbedaan Metode Volhard, Mohr, dan Fajans.

	Metode Volhard	Metode Mohr	Metode Fajans
Prinsip Dasar	Larutan sampel Cl^- , Br^- , I^- , atau SCN^- diperlakukan dengan larutan baku AgNO_3 berlebih, kelebihan dititrasi kembali dengan KCNS	Titrasi larutan ion Cl^- oleh larutan baku AgNO_3 , indikator K_2CrO_4	Larutan sampel Cl^- , Br^- , I^- , dan SCN^- dititrasi dengan larutan baku AgNO_3
Metode Reaksi	Tidak Langsung	Langsung	Langsung

	Metode Volhard	Metode Mohr	Metode Fajans
Suasana	Asam	Netral	Netral
Indikator	Fe^{3+}	K_2CrO_4	Indikator adsorpsi: fluorescein, difluorescein
Titran	KCNS	AgNO_3	AgNO_3
Titik Akhir Titrasi	Larutan merah bata	Larutan merah bata	Larutan merah muda
Penggunaan	Penentuan Cl^- , Br^- , I^- , dan SCN^-	Penentuan Cl^- , Br^-	Penentuan Cl^- , Br^- , I^- , dan SCN^-

Sumber: Day and Underwood, 2001.

9.4 Penentuan Titik Akhir Titrasi Argentometri

Pada titrasi argentometri, indikator harus digunakan untuk mendeteksi titik akhir titrasi.

9.4.1 Pembentukan Endapan Berwarna

Penentuan titik akhir titrasi argentometri dengan pembentukan endapan berwarna umumnya digunakan dalam metode titrasi Mohr atau Fajans. Dalam metode titrasi Mohr, endapan berwarna merah dari perak kromat terbentuk ketika ion kromat ditambahkan ke dalam larutan yang mengandung ion klorida atau bromida dan dititrasi dengan larutan perak nitrat. Sedangkan dalam metode titrasi Fajans, endapan berwarna yang terbentuk dapat bervariasi tergantung pada jenis zat warna atau indikator yang digunakan.

Pada dasarnya, titik akhir titrasi dinyatakan tercapai ketika jumlah larutan titran yang ditambahkan sudah cukup untuk mereaksikan semua ion analit dengan ion titran, sehingga tidak ada ion analit lagi yang tersisa dalam larutan. Indikator berperan

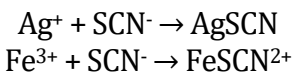
sebagai petunjuk yang menunjukkan kapan titik akhir telah tercapai.

Dalam metode titrasi argentometri dengan pembentukan endapan berwarna, titik akhir ditentukan dengan perubahan warna yang terjadi pada endapan yang terbentuk. Pada saat titik akhir tercapai, ion titran dan ion analit akan membentuk endapan yang berwarna tertentu yang dapat diamati secara visual. Warna endapan ini menandakan bahwa ion analit telah bereaksi sepenuhnya dengan ion titran dan titik akhir telah tercapai.

Perhatian harus diberikan pada penambahan titran agar tidak melebihi titik akhir. Penambahan yang berlebihan dapat menyebabkan terbentuknya endapan yang berlebihan dan menyulitkan dalam pengamatan perubahan warna endapan. Oleh karena itu, pengamatan titik akhir titrasi argentometri dengan pembentukan endapan berwarna harus dilakukan dengan cermat dan teliti.

9.4.2 Pembentukan Senyawa Berwarna yang dapat Larut

Contoh metode yang digunakan dalam prosedur ini adalah Metode Volhard, di mana dilakukan titrasi menggunakan larutan standar kalium atau ammonium tiosianat terhadap larutan asam nitrat bebas dengan adanya perak. Sebagai indikator digunakan ion besi (Fe^{3+}). Ketika ditambahkan larutan standar tiosianat, awalnya akan terbentuk endapan perak klorida. Namun, jika terdapat kelebihan larutan tiosianat, akan terbentuk senyawa kompleks yang berwarna coklat kemerahan.



Metode yang ada, diterapkan untuk menentukan kandungan klorida, bromida, dan iodida dalam larutan asam. Larutan standar perak nitrat ditambahkan secara berlebihan ke

dalam larutan yang akan dititrasi, dan kelebihanannya kemudian dititrasi kembali menggunakan larutan standar tiosianat.

Metode ini dapat membantu menentukan titik akhir titrasi dengan lebih akurat dan tepat. Selama proses titrasi, suatu senyawa berwarna yang dapat larut ditambahkan ke dalam larutan yang sedang dititrasi. Seiring dengan penambahan perak nitrat, senyawa ini akan bereaksi dengan ion klorida atau bromida dalam larutan dan membentuk endapan perak klorida atau bromida yang berwarna putih.

9.4.3 Penggunaan Indikator Adsorpsi

Indikator adsorpsi merujuk pada indikator yang diserap atau diadsorpsi oleh permukaan endapan pada titik ekuivalen, sehingga menghasilkan perubahan warna pada larutan. Indikator yang digunakan biasanya berupa zat warna asam, seperti fluoresein dalam bentuk natrium garamnya. Pada titrasi menggunakan larutan perak nitrat untuk penetapan perak klorida, perak klorida akan membentuk endapan dan ion-ion klorida akan diadsorpsi oleh endapan tersebut. Ion fluoresein kemudian akan membentuk senyawa kompleks dengan ion perak yang berwarna merah muda.

DAFTAR PUSTAKA

- Day, R.A., dan Underwood, A.L. 2001. *Analisis Kimia Kuantitas*. Jakarta: Erlangga.
- Harvey, D. 2000. *Modern Analytical Chemistry*. Boston: McGraw-Hill Companies. Inc.
- Ismono, dkk. 1978. *Dasar-dasar Kimia Analitik Kuantitatif*. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Jeffery, G.H., dkk. 1989. *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis 5th Edition*. New York: Jhon Wiley Sons. Inc.
- Skoog, D.A., dan West, D.M. 1980. *Analytical Chemistry 3rd Edition*. Philadelphia: Sanders College.

BAB 10

TITRASI REDUKSI OKSIDASI

Oleh Rahmayanti

10.1 Pendahuluan

Analisis volumetrik dengan menggunakan titrasi reduksi oksidasi (redoks) merupakan salah satu teknik analisis kuantitatif yang banyak digunakan di laboratorium dan industri. Teknik ini sangat berguna dalam menentukan konsentrasi senyawa tertentu, seperti vitamin C dan alkohol dalam sampel yang diuji. Teknik ini juga berguna dalam mengidentifikasi senyawa-senyawa tertentu dalam suatu campuran, seperti sulfit dalam anggur.

Untuk melakukan analisis titrasi redoks, penting untuk memahami konsep-konsep dasar seperti penyetaraan reaksi redoks, perhitungan sel volta, dan sifat-sifat oksidator dan reduktor. Penyetaraan reaksi redoks adalah proses yang dilakukan untuk menyeimbangkan jumlah elektron yang ditransfer dari oksidator ke reduktor dalam suatu reaksi. Perhitungan sel volta digunakan untuk memprediksi arah reaksi redoks dan menghitung potensial sel volta. Sifat oksidator dan reduktor adalah karakteristik kimia yang memungkinkan senyawa tersebut bertindak sebagai oksidator atau reduktor dalam reaksi redoks. Dengan memahami konsep-konsep dasar ini, teknik titrasi redoks dapat dilakukan dengan lebih efektif dan akurat. Oleh karena itu, pemahaman yang baik tentang konsep-konsep ini sangat penting untuk menghasilkan data analisis yang akurat dan dapat diandalkan dalam berbagai aplikasi industri dan laboratorium.

Reaksi redoks antara analit (zat yang konsentrasinya ingin Anda ketahui) dan titran adalah dasar dari bentuk titrasi tertentu

yang disebut titrasi redoks. Proses redoks dapat dihitung dengan dua cara:

1. Dalam persamaan stoikiometri, mol memainkan peran kunci.
2. berdasarkan jumlah elektron yang berperan (berat yang sama).

Pengukuran redoks dibagi lagi menjadi reduksimetri dan oksidimetri, tergantung pada bahan awal. Reduksimetri adalah jenis titrasi redoks yang menggunakan larutan reduktor standar. Oksidimetri adalah teknik titrasi redoks yang menggunakan oksidator dalam bentuk larutan referensi.

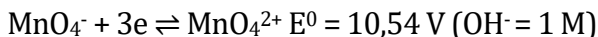
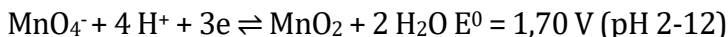
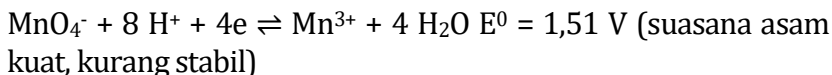
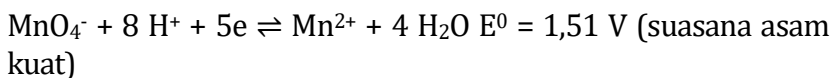
Ada tiga jenis analisis volumetrik yang berbeda yang dapat dilakukan dengan menggunakan teknik redoks.

1. Salah satu metodenya adalah dengan menggunakan larutan standar pengoksidasi yang kuat seperti MnO_4^- , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, dan Ce^{4+} dalam larutan asam atau I_2 dalam larutan I^- untuk melakukan titrasi. Larutan yang mudah teroksidasi adalah kandidat umum untuk titrasi ini.
2. Titrasi zat pereduksi (Fe^{2+} dan HAsO_2) (H_3AsO_3). Metode titrasi ini digunakan untuk menentukan potensi pengoksidasi suatu cairan.
3. Iodometri adalah ilustrasi titrasi tidak langsung. Larutan yang bertindak sebagai pengoksidasi dapat diuji dengan titrasi ini.

10.2 Permanganometri

Permanganometri mengacu pada pengukuran larutan yang mengandung kalium permanganat (KMnO_4) sebagai alat oksidasi. Tergantung pada pH larutan, senyawa mangan dengan berbagai bilangan oksidasi dapat dihasilkan ketika oksidator kuat seperti KMnO_4 bereaksi dengan reduktor.

1. Beberapa tingkat oksidasi mangan



2. Standarisasi larutan permanganat

Karena sangat tidak stabil dengan adanya oksigen, panas, dan asam/basa, larutan kalium permanganat tidak digunakan sebagai larutan standar utama.

- a. As_2O_3 dapat digunakan untuk menormalkan larutan permanganat. Untuk mengasamkan oksida ini, pertama-tama direndam dalam NaOH .
- b. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

3. Penggunaan titrasi permanganometri

Titrasi permanganometri adalah teknik analisis kuantitatif yang digunakan untuk mengukur konsentrasi senyawa tertentu dalam suatu sampel dengan menggunakan larutan kalium permanganat sebagai zat titran. Senyawa-senyawa seperti besi, kalsium, dan hidrogen peroksida dapat diukur dengan teknik ini. Contohnya, dalam analisis bijih besi, teknik titrasi permanganometri digunakan untuk memastikan konsentrasi besi setelah bijih besi dilarutkan dalam larutan hidroklorida. Sn^{2+} kemudian digunakan untuk mengubah besi yang terlarut kembali menjadi bentuk unsur, Fe^{2+} , sebelum dilakukan titrasi dengan kalium permanganat.

Penggunaan teknik titrasi permanganometri tidak hanya terbatas pada industri pertambangan, tetapi juga digunakan

dalam berbagai aplikasi lainnya, seperti dalam analisis air untuk menentukan kandungan besi atau kalsium, atau dalam analisis biologi untuk mengukur konsentrasi hidrogen peroksida dalam sampel biologis. Namun, penting untuk memperhatikan bahwa teknik ini memiliki kelemahan seperti kesulitan dalam menentukan titik akhir titrasi secara tepat dan kemungkinan adanya pengaruh dari senyawa-senyawa lain dalam sampel yang diuji. Oleh karena itu, teknik titrasi permanganometri perlu dilakukan dengan hati-hati dan dengan mempertimbangkan faktor-faktor yang dapat mempengaruhi akurasi hasil analisis.

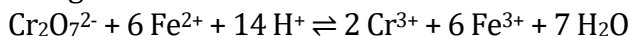


Gambar 10.1. *In Situ Chemical Oxidation* (ISCO) persulfat dan hidrogen peroksida sebagai oksidan
(Sumber: Liang, Chenju & Boyu He, 2018)

10.3 Dikromatometri

Dikromatometri mengacu pada oksidasi berbasis titrasi kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$). Jika dibandingkan dengan kalium permanganat, $K_2Cr_2O_7$ lebih unggul. Sebagai permulaan, Anda dapat memperoleh bentuk larutan yang relatif murni dengan sedikit usaha. Memanfaatkan penimbangan langsung untuk produksi produk standar dimungkinkan. Kedua, solusinya murah dan dapat digunakan sebagai standar utama.

Dalam titrasi reduksi oksidasi yang dikenal sebagai titrasi dikromatometri, senyawa dikromat digunakan sebagai zat pengoksidasi, yang menjalani proses berikut untuk menghasilkan kation Cr^{3+} :

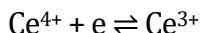


Fe^{2+} , kromium dalam $Cr(III)$, dan ion klorat dianalisis menggunakan analisis reduksi oksidasi kalium dikromat.

10.4 Serimetri

Serimetri adalah nama lain dari proses oksidasi dengan serium (IV) sulfat, yang dilambangkan dengan rumus kimia $Ce(SO_4)_2$. Proses titrasi dapat dilakukan dalam suasana asam karena terdapat endapan serium (IV) hidroksida atau senyawanya dalam lingkungan yang memiliki pH netral.

Ada dua nilai oksidasi yang mungkin untuk serium, yaitu +4 dan +3. Pengoksidasi kuat yang ada pada tingkat oksidasi +4. Mekanisme reduksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Karena dapat terdegradasi dalam larutan asam yang lebih lemah, titrasi deret ion biasanya hanya dilakukan dalam lingkungan asam yang sangat pekat. Sebagai agen pengoksidasi, senyawa seri memiliki sejumlah manfaat, termasuk yang berikut ini:

1. Ketika ion seri (IV) direduksi menjadi stoikiometri tertentu dan langsung, hanya ada satu tingkat valensi yang mungkin, yaitu ion seri (III), yang dilambangkan dengan simbol Ce^{3+} .
2. Ini adalah pengoksidasi kuat, dan sejauh mana ia dapat menguraikan sesuatu dapat diubah dengan mengubah jenis asam yang digunakan.
3. Larutan ion seri (IV) dalam asam sulfat sangat stabil; akibatnya, larutan ini dapat disimpan dalam waktu yang sangat lama tanpa mengalami perubahan konsentrasi. Larutan asam nitrat dan asam perklorat mengalami proses penguraian yang lambat.
4. Bahkan dengan adanya besi, ion klorida yang ada dalam konsentrasi yang tidak terlalu tinggi tidak langsung terurai. Jika konsentrasi asam klorida lebih besar dari satu N, larutan seri dalam asam akan menjadi tidak stabil.

10.5 Bromatometri

Dalam titrasi bromatometri, zat bromat digunakan sebagai zat pengoksidasi dalam titrasi redoks. Molekul bromin, terlihat dengan indikator kuinolin kuning -naftiflavin dan p-etoksikrisoidin, menandai titik akhir titrasi ini.

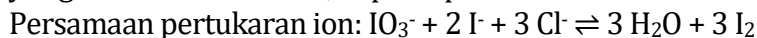
Konsentrasi $As(III)$, $Sb(III)$, $Fe(II)$, dan sulfida organik dapat dihitung dengan bantuan titrasi bromatometri. Deteksi arsenik menggunakan reaksi bromatometri:

Bromida ditambah Tiga Oksida Arsen Terhalogenasi =
Bromida ditambah tiga $HAsO_3$.

10.6 Iodatometri

Iodatometri adalah nama lain untuk proses oksidasi menggunakan kalium iodat (KOI_3) dalam titrasi. Kalium iodat adalah pengoksidasi yang efektif. Kalium iodat dapat mengalami reaksi kuantitatif dengan iodida atau yodium dalam

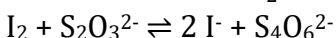
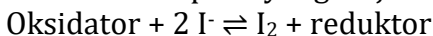
keadaan yang tepat. Jika iodat telah diubah menjadi iodin, reaksi iodat dengan garam iodin akan berhenti dalam larutan yang tidak terlalu asam, seperti pada reaksi berikut:



10.7 Iodometri

1. Titrasi yang dikenal sebagai iodometri tidak langsung adalah metode yang menentukan jumlah iodin yang dibebaskan sebagai produk sampingan dari reaksi redoks dengan menggunakan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sebagai titran.

Ini adalah respons yang terjadi:



Titik akhir titrasi ditetapkan dengan bantuan indikator pati, yang ditambahkan tepat sebelum titik akhir tercapai. Hal ini membantu menentukan, kapan titrasi selesai. Apabila titik akhir tercapai, kompleks pati yodium tidak lagi memiliki warna biru yang khas.

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dianggap sebagai standar sekunder karena larutan ini rentan terhadap oksidasi dari udara, asam, dan keberadaan bakteri pemakan belerang yang ada dalam pelarut.

2. Iodometri langsung adalah jenis titrasi yang berlangsung dalam lingkungan yang netral atau sedikit asam dan menggunakan larutan standar yodium sebagai titran. Ketika membuat larutan I_2 , pertama-tama I_2 yang tidak tercemar ditimbang, kemudian dilarutkan, dan akhirnya distandarisasi dengan As_2O_3 .

10.8 Nitritometri

Nitritometri adalah proses penentuan konsentrasi suatu zat melalui penggunaan titrasi dengan natrium nitrit sebagai titran. Reaksi pembentukan garam diazonium dengan asam

nitrat pada suhu yang lebih rendah dari 150 derajat Celcius merupakan dasar untuk titrasi ini, yang digunakan untuk menghitung konsentrasi amina primer aromatik. Reaksi berlangsung secara kuantitatif apabila dilakukan dalam kondisi yang terkendali. Titrasi dilakukan dengan cara yang santai karena reaksinya tidak terjadi dengan sangat cepat. Kristal es atau sirkulator adalah dua pilihan untuk menjaga suhu pada atau di bawah 150 derajat Celcius. Pada suhu yang lebih tinggi dari 150 derajat Celcius, garam diazonium yang dihasilkan akan terhidrolisis menjadi fenol.

10.9 Indikator Redoks

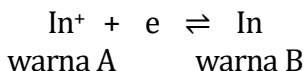
Indikator yang digunakan dalam titrasi redoks biasanya adalah zat organik yang dapat dioksidasi atau direduksi bolak-balik dan berubah warna pada perubahan tingkat oksidasi. Titrasi redoks digunakan untuk menentukan apakah suatu zat bersifat aktif redoks atau tidak. Pada saat ekuivalen titrasi ditentukan, indikator ini perlu dioksidasi atau direduksi. Untuk mentitrasi larutan yang mengandung reduktor, indikator juga harus mengandung reduktor, meskipun dengan konsentrasi yang lebih rendah. Hasilnya, indikator ini lebih tahan terhadap oksidasi daripada komponen yang diukur. Indikator hanya akan teroksidasi, seperti yang ditunjukkan oleh perubahan warna, jika wadah telah teroksidasi pada tingkat yang signifikan.

Dalam titrasi redoks, seseorang dapat menggunakan sejumlah jenis indikator yang berbeda, termasuk yang berikut ini:

1. Zat berwarna dapat berfungsi sebagai pengenalnya sendiri jika cukup pekat. Contohnya, karena larutan kalium permanganat memiliki warna yang gelap, bahkan sedikit saja overdosis reagen ini dalam titrasi, dapat dengan mudah diidentifikasi karena visibilitasnya.

2. Zat yang menghasilkan warna ketika bereaksi secara khusus dengan salah satu reagen yang digunakan dalam titrasi disebut sebagai indikator spesifik. Misalnya, kombinasi yodium dan pati menghasilkan warna biru tua, dan kombinasi ion tiosianat dan ion besi (III) menghasilkan warna merah tua.
3. Indikator eksternal, juga dikenal sebagai tes spot, yang digunakan di masa lalu ketika ada kekurangan indikator internal yang dapat diakses. Sebagai ilustrasi, ion ferrisianida dapat digunakan sebagai metode deteksi ion besi (II).
4. Selama titrasi, potensial redoks dapat dipantau, dan titik kesetimbangan dapat ditentukan berdasarkan seberapa besar potensi yang bergeser.

Dalam bentuk yang paling dasar, pasangan indikator redoks diwakili oleh simbol-simbol berikut ini:



Apabila $[\text{In}] / [\text{In}^+]$ kurang dari 10, warna B akan ditampilkan. Jika rasio $[\text{In}]$ ke $[\text{In}^+]$ kurang dari 10, maka warna A dapat terlihat.

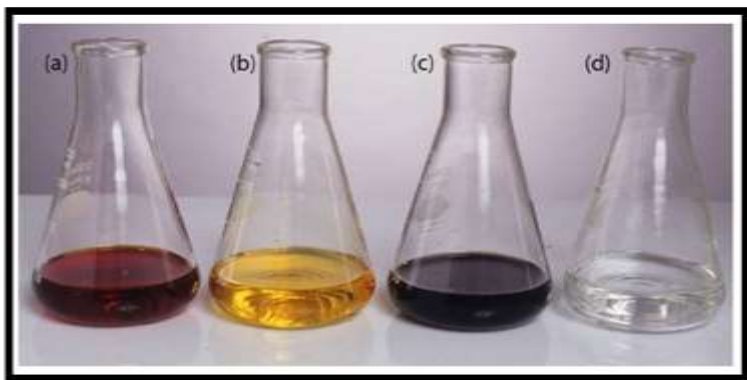
Oleh karena itu, wilayah perubahan warna untuk indikator E sama dengan 2 kali 0,059, yang sama dengan 0,12 V.

Perubahan warna pada atau di dekat harga potensial sel dari titik ekuivalen diperlukan untuk memenuhi persyaratan pemilihan indikator untuk titrasi redoks. Sebagai contoh, titik ekuilibrium untuk titrasi ferroin dengan serium (IV) adalah 1,06 volt, sehingga indikator yang sesuai untuk reaksi ini adalah ferroin.

Tabel 10.1. Potensial transisi dari beberapa indikator redoks

Indikator	Warna Reduktan	Warna Oksidan	Potensial Transisi (V)	Keadaan
Phenosafranie	Tak berwarna	Merah	+0,28	1 M asam
Indigo tetrasulfonat	Tak berwarna	Biru	0,36	1 M asam
Methylen blue	Tak berwarna	Biru	0,53	1 M asam
Diphenylamine	Tak berwarna	Ungu	0,76	1 M H_2SO_4
Diphenylbenzidine	Tak berwarna	Ungu	0,76	1 M H_2SO_4
Diphenylaminesulfonic acid 5,6-Dimethylferroin	Tak berwarna	Merah ungu	0,85	Asam encer
Erioglaucin A	Kuning hijau	Merah kebiruan	0,98	0,5 M H_2SO_4
Ferroin	Merah	Biru muda	1,11	1 M H_2SO_4
Nitroferroin	Merah	Biru muda	1,25	1 M H_2SO_4

Sumber: Day, 1999



Gambar 10.2. Titik akhir titrasi penentuan total klorin

(Sumber:

https://chem.libretexts.org/Bookshelves/General_Chemistry)

Berikut ini adalah persyaratan untuk indikator redoks:

1. Mampu menjalani reaksi reduksi atau oksidasi dengan cepat.
2. Mampu menjalani reaksi redoks yang dapat dibalik dengan cepat, sehingga sistem tidak akan mengalami reaksi reduksi atau oksidasi secara bertahap jika terjadi penumpukan massa titran atau analit.

10.9 Kurva Titrasi

Kurva titrasi sangat penting dalam analisis titrasi redoks karena dapat memberikan informasi yang berguna tentang jumlah senyawa yang dititrasi dan konsentrasi larutan tersebut. Kurva ini dapat digunakan untuk menentukan titik ekuivalen dalam titrasi, di mana senyawa reduktor dan oksidator bereaksi secara stoikiometrik satu sama lain. Titik ini ditandai oleh perubahan tiba-tiba pada kurva titrasi dan seringkali digunakan untuk menghitung konsentrasi senyawa yang dititrasi.

Dalam pembuatan kurva titrasi, nilai-nilai potensial standar untuk setiap titik dalam kurva perlu dihitung. Persamaan Nernst,

yang menghubungkan potensial sel elektrokimia dengan konsentrasi zat dalam sel tersebut, dapat digunakan untuk menghitung perubahan potensial standar yang terjadi selama titrasi. Dalam titrasi redoks, potensial standar diukur dengan elektroda standar yang terdiri dari elektroda referensi dan elektroda peubah yang direaksikan dengan senyawa titran.

Selama titrasi, titran ditambahkan ke larutan sampel dalam jumlah kecil dan potensial sel elektrokimia diukur setiap saat. Data potensial ini kemudian digunakan untuk menghasilkan kurva titrasi yang menunjukkan perubahan potensial selama penambahan titran. Nilai-nilai untuk potensial awal, potensial setelah menambahkan titran tetapi sebelum titik ekuivalen, potensial pada titik ekuivalen, dan potensial setelah titik ekuivalen diperlukan untuk membuat kurva titrasi yang akurat.

Dalam titrasi redoks, kurva titrasi juga dapat digunakan untuk menentukan kekuatan oksidator atau reduktor dari senyawa tertentu. Kurva titrasi dapat memberikan informasi tentang kemampuan suatu senyawa untuk menerima atau memberikan elektron, yang dapat digunakan untuk membandingkan kekuatan oksidator dan reduktor dari senyawa yang berbeda. Oleh karena itu, kurva titrasi sangat penting dalam analisis redoks dan dapat memberikan banyak informasi yang berguna tentang sifat-sifat kimia senyawa yang dititrasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Day, R. A. & Underwood A. L., A Hadyana Pudjaatmaka (Alih Bahasa). 1999. Analisis Kimia Kuantitatif Edisi V. Jakarta: Erlangga.
- Jeffery, G. H., et al. 1989. Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis Fifth Edition. New York: Jhon Wiley Sons Inc.
- Liang, Chenju & Boyu He. 2018. A titration method for determining individual oxidant concentration in the dual sodium persulfate and hydrogen peroxide oxidation system. *Chemosphere*, Volume 198, 297-302. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.01.115>.
- Lukum, Astin. 2022. Buku Ajar Dasar-Dasar Kimia Analitik. Gorontalo: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Gorontalo.
- Skoog, D. A., et al. 1980. Fundamentals of Analytical Chemistry 9E. United States of America: Brooks/Cole Cengage Learning.
- Yusuf, Yusnidar. 2019. Belajar Mudah Kimia Analisis. Jakarta: EduCenter Indonesia.

BAB 11

TITRASI KOMPLEKSOMETRI

Oleh Bulkis Musa

11.1 Pendahuluan

Senyawa kompleks memiliki pengertian sebagai senyawa yang terdiri atas logam pusat dan ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebas ke ion pusat. Pasangan elektron pada ligan membentuk ikatan kovalen koordinasi dengan logam pusat, oleh karena itu senyawa kompleks disebut sebagai senyawa koordinasi. Senyawa kompleks mempunyai berbagai bilangan koordinasi dan bentuk struktur. Terdiri dari dua hingga delapan bilangan koordinasi, dengan bentuk struktur linear, tetrahedral, tetragonal, planar, trigonal bipiramidal, dan oktahedral. Fakta menunjukkan bahwa bilangan koordinasi yang paling sering ditemui adalah 6, dengan struktur umum oktahedral.

Ligan adalah ion atau molekul yang dapat memberikan pasangan elektron bebasnya untuk logam pusat. Ligan dapat memiliki muatan positif, negatif atau netral. Penamaan ligan tergantung pada jenis ligan. Jika ada dua atau lebih ligan, ligan tersebut disusun berdasarkan abjad. Dari perspektif asam dan basa Lewis, atom pusat pada senyawa kompleks dapat bertindak sebagai asam Lewis, sedangkan ligan dapat bertindak sebagai basa Lewis. ikatan kovalen adalah ikatan yang terbentuk antara atom pusat dan ligan. Jumlah ligan yang terdapat di sekitar atom pusat mewakili bilangan koordinasi. Ada tiga jenis ligan. Yang pertama adalah ligan monodentat dengan 1 gugus pendonor PEB, seperti NH_3 dan CN^- . Yang kedua adalah ligan bidentat dengan 2 gugus pendonor PEB, seperti etilen diamin. Terakhir, terdapat ligan multidentat dengan banyak gugus pendonor PEB, seperti etilen

diamin tetra asetat yang biasa dikenal n EDTA. Atom donor adalah atom yang berada dalam ligan dan terikat langsung dengan logam.

Kompleksasi atau khelasi adalah proses terikatnya logam dalam larutan oleh senyawa yang mempunyai pasang elektron bebas lebih dari satu. Proses terikatnya ion logam mirip dengan khelasi, senyawa klem disebut senyawa khelat, dan ion logam disebut sebagai ion pusat karena terletak pada titik pusat.

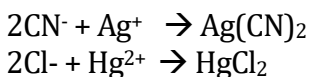
NH_3 , CN^- , Cl^- , H_2O adalah molekul anorganik sederhana menyebabkan ligan monodentat terbentuk, yaitu satu molekul atau ion yang terdapat pada ruang yang tersedia di daerah ion pusat dalam cincin koordinasi, ini dikenal sebagai ligan bidentat (misalnya ion bipiridilium), tridentat dan tetridentat. Kompleks yang berasal dari ligan multidentat dikenal sebagai khelat. Namanya berasal dari bahasa Yunani yang berarti cakar kepiting, yang menangkap objek ketika ligan multidentat "menangkap" ion pusat.

11.2 Titrasi Kompleksometri

Dalam proses analisis bahan kimia telah digunakan berbagai macam metode, diantaranya adalah metode kompleksometri. Metode tersebut memiliki prinsip pembentukan senyawa kompleks antara logam dan spesies pembentuk kompleks seperti Na_2EDTA . Titrasi ini merupakan metode titrasi yang mana titran dan titrat dikomplekskan satu sama lain untuk menghasilkan senyawa kompleks. Reaksi s yang terbentuk dikenal sebagai asam-basa Lewis, dimana ligan yang bertindak sebagai basa dan memberikan pasangan elektron ke kation, asam. Ikatan yang terbentuk antara ion pusat dan ligan adalah ikatan kovalen. Titrasi ini melibatkan pembentukan molekul netral atau ion kompleks yang berdisosiasi dalam larutan.

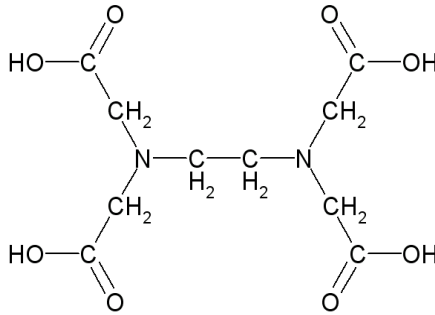
Titrasi kompleksometri adalah metode kuantitatif yang menggunakan reaksi kompleksasi antara logam pusat dan ligan, dan umum digunakan dalam EDTA di Indonesia (asam dinatrium etilen diamin tetra asetat atau senyawa rangkap tiga atau kompleks

keton, dan lain-lain. Senyawa ini membentuk kompleks dengan sejumlah kation dengan perbandingan 1:1. Titrasi kompleksometri adalah metode titrasi di mana titrat dan titran dikomplekskan untuk menghasilkan senyawa kompleks. Ada banyak reaksi yang membentuk atau melibatkan kompleks, dan memiliki banyak aplikasi, bukan hanya dalam proses titrasi. Oleh karena itu, pengetahuan tentang kompleks yang luas diperlukan, meskipun di sini kita akan menerapkannya terlebih dahulu pada proses titrasi. Berikut reaksi pada titrasi kompleksometri:



Reaksi yang menjadi dasar titrasi melibatkan pembentukan ion kompleks atau senyawa kompleks yang larut, tetapi terdisosiasi sebagian. Kompleks disebutkan adalah kompleks yang terbentuk dari reaksi antara ion logam, anion dan kation atau molekul netral. Titrasi ini juga disebut sebagai reaksi yang melibatkan terbentuknya molekul netral atau kompleks yang terdisosiasi dalam larutan. Syarat awal untuk pembentukan kompleks ini yaitu tingginya tingkat kelarutan. Selain titrasi kompleks yang telah dijelaskan, titrasi kompleksometri juga disebut sebagai titrasi kelat, misalnya yang melibatkan penggunaan EDTA.

Ethylene diamine tetra acetate (EDTA) adalah titran yang paling umum digunakan. EDTA memiliki struktur heksadentat, namun dapat dipakai dalam garam dinatrium untuk membentuk H_4R tetradentat dalam reaksi kompleksasi.

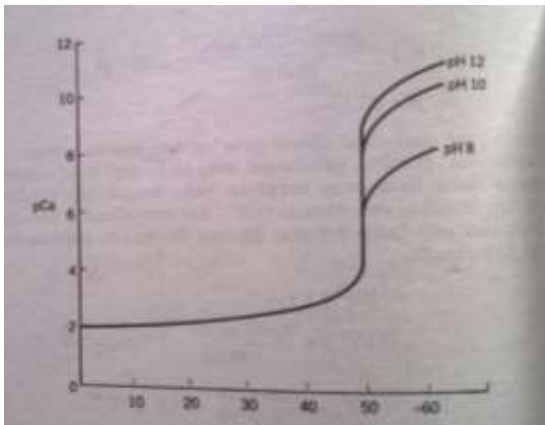


Gambar 11.1. EDTA

$M^{n+} + R^{4-} \approx MR^{(4-n)-}$ so $K_{abs} = \frac{[MR^{(4-n)-}]}{[M^{n+}][R^{4-}]}$ tetapan kestabilan absolut.

Ada empat tetapan disosiasi H_4R yaitu:

- $k_1 = 1,02 \times 10^{-2}$ $H_4R + H_2O \approx H_3O^+ + H_3R^-$
- $k_2 = 2,6 \times 10^{-3}$ $H_3R^- + H_2O \approx H_3O^+ + H_2R^{2-}$
- $k_3 = 6,9 \times 10^{-7}$ $H_2R^{2-} + H_2O \approx H_3O^+ + HR^{3-}$
- $k_4 = 5,5 \times 10^{-11}$ $HR^{3-} + H_2O \approx H_3O^+ + R^{4-}$



Gambar 11.2. Kurva pada titrasi kompleksometri

Kurva titrasi dalam titrasi kompleksometri dapat digambarkan hampir sama dengan kurva titrasi asam dan basa. Kurva tersebut terdiri dari plot logaritmik minimal konsentrasi logam versus volume titran (mL). Sama dengan titrasi asam dan basa, kurva ini memberikan keakuratan titrasi dan membantu dalam pemilihan indikator yang sesuai.

Kestabilan kompleks yang terbentuk tergantung pada sifat kation dan pH larutan, oleh karena itu dalam proses titrasi harus menggunakan pH tertentu. Dalam menentukan titik akhir titrasi (TAT), ditambahkan indikator logam yang akan membentuk ikatan dengan logam. Ikatan yang terjadi antara indikator dan ion logam harus lebih lemah daripada ikatan antara kompleks atau larutan titrasi dan logam. Larutan pada indikator kompleks memiliki warna yang tidak sama dengan larutan pada indikator bebas. Berikut beberapa indikator yang digunakan pada titrasi kompleksometri:

- a. *Chalcones* merupakan kelas flavonoid dengan sistem cincin terkonjugasi dengan ikatan rangkap C=C dan C=O. Sistem terkonjugasi secara teoritis mempunyai panjang gelombang di daerah tampak, oleh karena itu diperkirakan senyawa tersebut akan mempunyai warna yang khas.
- b. *Chalcones* asam karboksilat.
- c. *Eriochrome-t* hitam.
- d. Kelat logam terbentuk dengan molekul t krom hitam dimana ion hidrogen hilang dari gugus fenolik - OH dan ikatan terbentuk antara ion logam dengan gugus azo dan atom oksigen. Molekul krom hitam T biasanya dikenal sebagai singkatan dari *tribasic acid* H₃In.
- e. *Xylenol* jingga.

11.3 Jenis Titrasi Kompleksometri

Beberapa jenis titrasi kompleksometri akan dibahas sebagai berikut adalah:

a. Titrasi langsung

Titration ini merupakan metode titration paling banyak digunakan dan yang paling sederhana. Larutan yang akan diuji ditambahkan ke dalam larutan penyangga, seperti larutan penyangga yang memiliki pH 10, kemudian ditambahkan indikator logam yang sesuai, kemudian langsung dititrasi dengan larutan standar adinatrium etilen diamin tetra asetat. Terbentuknya endapan logam hidroksida atau garam basa dan larutan buffer, dapat ditambahkan zat pengompleks tambahan seperti tartrat, sitrat atau trietanolamin. Pada saat titik ekuivalen tercapai, kadar logam tertentu turun secara tiba-tiba, yang ditandai dengan perubahan warna indikator logam. Titik akhir juga dapat ditentukan secara spektrofotometri, amperometri, potensiometri atau konduktometri.

b. Titrasi balik

Metode titration balik penting pada logam yang mengendap dengan hidroksida pada pH yang digunakan saat titration pada senyawa yang tidak terlarut (seperti kalsium oksalat, sulfat). Proses terjadi begitu lambat dan logam membentuk kompleks yang lebih stabil dengan dinatrium edetat dibandingkan dengan indikator. Titik akhir titration ditandai dengan penambahan indikator logam. Metode ini dipakai apabila reaksi yang terjadi antara kation dan EDTA terjadi lambat atau bila tidak tersedia indikator yang sesuai. Untuk alasan ini, ditambahkan EDTA berlebih selama titration, dan kelebihanannya dititrasi dengan larutan magnesium standar, dan inikator Kalmagit. Metode ini dipakai dalam penentuan logam yang terdapat pada endapan logam, misalnya:

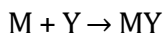
- 1) Timbal yang berada dalam timbal sulfat
 - 2) Kalsium yang berada dalam kalsium oksalat
- c. Titrasi substitusi
- Ini digunakan jika logam tidak mendapatkan titik akhir yang jelas ketika dilakukan titrasi balik atau titrasi langsung, atau apabila logam membentuk kompleks dengan dinatrium edetat yang lebih stabil dibandingkan logam lain misalnya magnesium dan kalsium. Merkuri, timbal dan kalsium dapat ditentukan menggunakan indikator krom hitam dengan hasil yang memuaskan. Titrasi ini bermanfaat apabila tidak ada indikator tepat yang tersedia untuk logam yang akan dianalisis. Selama proses ini, ditambahkan larutan yang mengandung kompleks magnesium-EDTA berlebih dan ion logam yang akan diuji.
- d. Titrasi tidak langsung
- Titrasi ini bisa dipakai dalam penentuan kadar ion yang tidak dapat bereaksi dengan bahan pengkelat, seperti anion. Misalnya, barbiturat tidak dapat bereaksi dengan EDTA, tetapi dapat diendapkan dengan ion merkuri dalam bentuk ion kompleks 1:1 dalam keadaan basa secara kuantitatif. Setelah mengendap Hg(II) berlebih, kompleks dipindahkan dengan cara menyaring dan melarutkan kembali dalam larutan baku EDTA yang berlebih. Sulfat juga dapat ditentukan dengan penambahan barium berlebih untuk mengendapkan BaSO_4 .

EDTA memiliki potensi untuk bertindak sebagai heksaligan yang bisa membentuk kompleks dengan logam menggunakan empat gugus karboksil dan dua gugus nitrogennya. Sebagai zat titran/pengompleks logam, biasanya menggunakan garam Na_2EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$). Hal ini dikarenakan bentuk H_4Y dan NaH_3Y dari EDTA tidak dapat larut dalam air. Kompleks EDTA dan hampir semua ion logam mempunyai rasio molar 1:1, tidak bergantung pada bilangan oksidasi

logam. Faktor yang menjadikan EDTA digunakan sebagai reagen titrasi yang efektif meliputi:

- a. Langsung membentuk senyawa kompleks saat bereaksi dengan ion logam.
- b. Sangat stabil saat membuat kelat, sehingga reaksi yang terbentuk dapat terjadi dengan sempurna (selain pada logam alkali).
- c. Sangat cepat bereaksi dengan berbagai ion logam.
- d. Indikator yang sedang dikembangkan.
- e. Tersedianya bahan baku.
- f. Dapat dipakai sebagai bahan yang dianalisa maupun pada saat standardisasi.

Stabilitas senyawa kompleks yang mengandung EDTA bervariasi karena berdasarkan logamnya. Reaksi antara ion logam (M) dan EDTA (Y) yaitu:

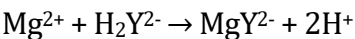


Konstanta pada pembentukan atau stabilitas senyawa kompleks dapat dilihat sebagai berikut:

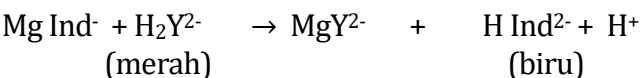
$$K_{MY} = \frac{[MY]}{[M][Y]}$$

Nilai konstanta pembentukan kompleks menunjukkan tingkat kestabilan kompleks. Semakin besar nilai konstanta pada stabilitas senyawa kompleks, maka senyawa tersebut akan semakin stabil, sebaliknya semakin kecil nilai konstanta stabilitas senyawa kompleks tersebut, maka senyawa tersebut semakin tidak stabil. Larutan yang akan dititrasi diperlukan penambahan larutan penyangga karena ion H^+ dilepaskan selama titrasi. Indikator yang sering digunakan dalam penentuan titik akhir pada titrasi yaitu *Calmagite*, *Arsenazo*,

Eriochrome Black T (EBT). Untuk titrasi antara Mg^{2+} dan EDTA, digunakan indikator Calmagite. Apabila tidak ada indikator, maka reaksi ion Mg^{2+} dan EDTA sebagai berikut



Apabila indikator ditambahkan sebelum melakukan titrasi, indikator tersebut akan membentuk kompleks dengan Mg^{2+} (merah), dan Mg^{2+} kemudian akan bereaksi dengan EDTA. Apabila Mg^{2+} telah bereaksi dengan EDTA, maka warna merah akan hilang, kemudian ditambahkan sedikit EDTA berlebih akan menimbulkan warna biru pada titik akhir pada titrasi.



(a) (b)

Gambar 11.3. Warna sebelum (a) dan sesudah (b) titrasi dengan menggunakan EDTA

Beberapa syarat dari indikator ion logam yang dapat dipakai untuk mendeteksi titik akhir secara visual adalah

a. Reaksi warna yang terbentuk harus sebelum titik akhir,

dan saat logam dikomplekskan menggunakan EDTA, larutan akan memiliki warna yang jelas.

- b. respon warna harusnya spesifik, atau harus selektif.
- c. Kompleks dengan indikator harus mempunyai stabilitas yang cukup, jika tidak, tidak ada perubahan warna yang terlihat karena disosiasi.
- d. Seharusnya kompleks indikator kurang stabil daripada kompleks logam EDTA agar memastikan bahwa pada titik akhir, transfer ion logam EDTA harus cepat dan tepat dari kompleks logam indikator ke kompleks logam EDTA.
- e. Warna yang terbentuk harus mudah diamati antara indikator bebas dan kompleks indikator logam.

11.4 Penerapan Titrasi Kompleksometri

Contoh penerapan titrasi kompleksometri dapat dilakukan pada beberapa sampel yang berada di sekitar kita, diantaranya akan dibahas sebagai berikut:

11.4.1 Kesadahan Total Air

Kalsium dan magnesium bisa ditentukan dengan cara titrasi dengan penambahan indikator krom T hitam dan EDTA Kalmagit. Kompleks antara Ca^{2+} dengan indikator terlalu lemah sehingga menyebabkan warna berubah menjadi jelas. Namun Mg dapat membentuk senyawa kompleks lebih kuat dengan indikator daripada kalsium, dan titik akhir yang tajam didapatkan pada penambahan buffer amoniak pada $\text{pH}=10$. Kelebihan EDTA akan dititrasi dengan MgCl_2 hingga mengalami perubahan warna yaitu dari biru menjadi merah muda. Rumus kesadahan total sebagai berikut:

$$\text{Kesadahan Total} = \frac{1000}{V_{\text{sampel}}} \times V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times 100$$

Dimana,

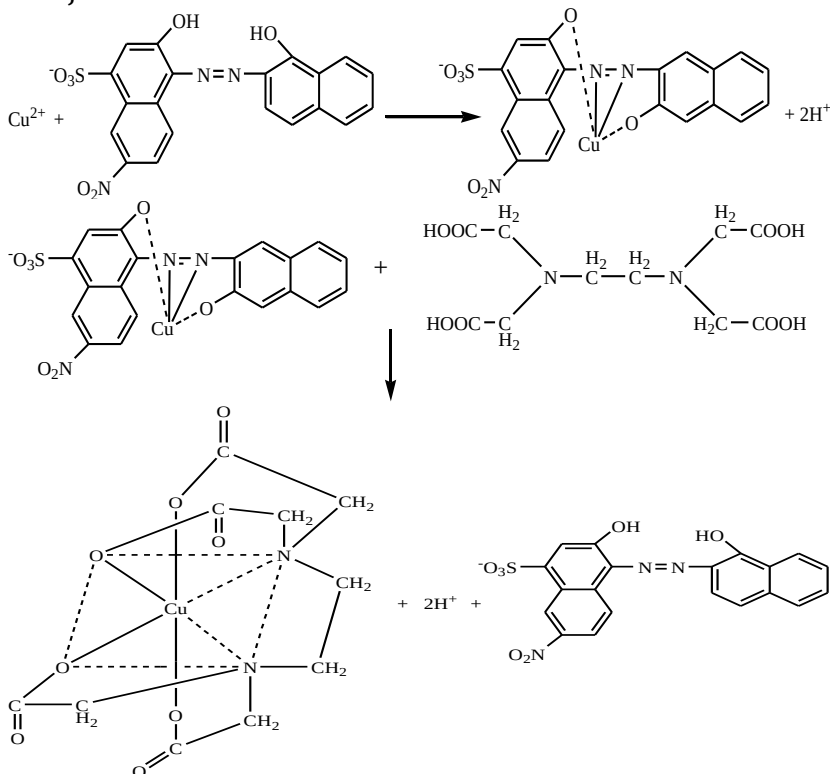
M_{EDTA} : konsentrasi Na_2EDTA yang digunakan (mmol/ml),

V_{EDTA} : volume Na_2EDTA (mL),

V_{sampel} : volume sampel yang diuji (mL).

11.4.2 Penetapan Kadar Cu^{2+} Dalam Obat Sirup Multivitamin Secara Kompleksometri.

Penetapan kadar Cu^{2+} dalam sampel obat sirup dengan penambahan indikator EBT dan larutan buffer pH 10 yang kemudian dititrasi dengan EDTA. Titik akhir pada titrasi ditandai dengan terjadinya perubahan warna dari merah menjadi biru.



Gambar 11.4. Reaksi Cu^{2+} dengan indikator EBT dan EDTA

11.4.3 Penentuan Kadar Zn dalam Obat Sirup

Penentuan kadar Zn dalam sampel yang ditambahkan larutan penyangga pada pH 6 dan indikator EBT. Kemudian larutan dititrasi menggunakan larutan EDTA. Titik akhir pada titrasi ditandai dengan berubahnya menjadi warna hijau pada larutan

11.4.4 Penentuan Kadar Ca Dan Mg Dalam Susu Dengan Metode Kompleksometri.

Penetapan kadar kalsium dan magnesium dalam susu dihitung sebagai kalsium dan magnesium pada pH 10 dengan indikator EBT dan Ca pada pH 12 dengan indikator calcon menggunakan standar EDTA.

11.4.5 Penetapan Kadar Mg^{2+} Dalam Obat Antasida Dengan Menggunakan Titrasi Kompleksometri.

Penetapan kadar Mg^{2+} dalam sampel obat antasida dilakukan pada pH 10, ion Mg^{2+} dititar langsung dengan EDTA dengan EBT sebagai indikator. Titik akhir pada titrasi ditandai dengan terjadinya perubahan warna dari merah menjadi biru.

11.4.6 Penetapan Kadar Kalsium dalam Air Keran Secara Kompleksometri

Penetapan kadar Ca^{2+} dalam sampel air keran dengan penambahan larutan *buffer* pH 12 dan indikator *murexide* yang kemudian dititrasi dengan EDTA. Titik akhir pada titrasi ditandai dengan terjadinya perubahan warna dari merah muda menjadi ungu.

11.5 Kesalahan Yang Sering Terjadi pada Titrasi Kompleksometri

Kesalahan dalam titrasi kompleksometri bergantung pada metode yang digunakan untuk menentukan titik akhir pada titrasi. Pada dasarnya, terdapat dua metode, deteksi yang pertama menunjukkan kelebihan titran atau penurunan konsentrasi komponen tertentu hingga batas yang telah ditentukan.

- a. Metode perhitungan kesalahan pada titrasi sama dengan metode titrasi pengendapan.
- b. Digunakan senyawa yang dapat membentuk kompleks yang berwarna dengan logam tertentu. Warna ini akan menghilang atau berubah ketika logam digabungkan dengan kompleks yang lebih stabil, contohnya etilen diamin tetra asetat.

DAFTAR PUSTAKA

- Astuti, D., Fatimah, S. dan Anie, S., 2016. Analisis Kadar Kesadahan Total Pada Air Sumur di Padukuhan Bandung Playen Gunung Kidul Yogyakarta. *Analytical and Environmental Chemistry*, 1(1), pp. 69-73.
- Basset, J., 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Chang, R., 2005. *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti*. Jakarta: Erlangga.
- Daintith, J., 2008. *Dictionary of Chemistry*. New York: Oxford University Press.
- Day dan Underwood. 1986. *Kimia Analisis Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Day dan Underwood. 1999. *Kimia Analisis Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Harvey, D., 2000. *Modern Analytical Chemistry*. New York: Mc Graw Hill Company.
- Indayatmi, 2021. *Analisis Titrimetri dan Gravimetri*. Yogyakarta: AG Publisher.
- John, Kenkel, 2003. *Analytical Chemistry for Technicians*. Washington: Lewis Publisher.
- Lubis, M.R., 2018. Penetapan Kadar Kalsium Pada Susu Bubuk Bermerek "H" Secara Titrasi Kompleksometri. *Jurnal Ilmiah Kohesi*, Vol. 2 No.4
- Suprijadi dan Rodiani. T., 2013. *Analisis Titrimetri dan Gravimetri*. Cianjur: Kementrian Pendidikan Nasional, Pusat Pengembangan Dan Pemberdayaan Pendidik Dan Tenaga Kependidikan Pertanian Cianjur.
- Taufik, M. Seveline. dan Saputri, E.R. 2018. Validasi Metode Analisis Kadar Kalsium pada Susu Segar secara Titrasi Kompleksometri. *Agritech*. 38 (2), 187-193.

- Triwahyuni, E. dan Yusrin. Penggunaan Metode Kompleksometri Pada Penetapan Kadar Seng Sulfat Dalam Campuran Seng Sulfat dengan Vitamin C, *Jurnal Universitas Semarang*.
- Vogel, 1985, *Buku Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, Edisi Kelima, Jilid 2, Jakarta, PT Kalman Media Pustaka

BAB 12

TITRASI PEMBENTUKAN GRAVIMETRI

Oleh Muawanah

12.1 Landasan Analisis Gravimetri

Pembentukan dan pertumbuhan endapan dan kristal sangat penting dalam kimia analitik dan bidang sains lainnya. Karena dalam proses kejenuhan menyebabkan terbentuknya partikel kecil yang sulit untuk disaring, maka dilakukan analisis gravimetri. Dalam analisis gravimetri ini diinginkan untuk meminimalkan terjadinya kejenuhan dengan meningkatkan ukuran partikel padatan yang terbentuk (Skoog, et al., 2014).

Gravimetri mencakup semua teknik dengan mengukur massa atau perubahan massa. Pengukuran massa adalah paling mendasar dari semua pengukuran analitik sehingga gravimetri tidak diragukan lagi merupakan teknik analitik tertua. Ada dua cara untuk menggunakan massa sebagai sinyal dalam analisis, yaitu mengukur massa analit secara langsung dan mengukur massa analit secara tidak langsung dengan menentukan analit dengan penghilangan atau pengurangan kadar air melalui pemanasan (Harvey, 2000).

Metode gravimetri adalah metode secara kuantitatif yang dilakukan berdasarkan penentuan massa, suatu proses isolasi dan penimbangan unsur atau senyawa tertentu dari unsur tersebut dalam bentuk yang sudah murni. Pada umumnya penetapan melalui metode gravimetri meliputi perpindahan unsur atau senyawa radikal murni dan stabil yang bisa dikonversi menjadi senyawa yang berbentuk padatan sehingga dapat diketahui

bobotnya melalui penimbangan. Selanjutnya akan mudah dan cepat bisa dihitung bobot unsur atau radikal senyawa tersebut dengan menggunakan rumus senyawanya serta berat atom unsur penyusunnya (konstituennya) (Rohmah dan Rini, 2020).

Pemeriksaan gravimetri dilakukan dengan menganalisis unsur atau senyawa melalui cara dipisahkan terlebih dahulu dari sejumlah bahan yang akan diteliti. Oleh karena itu, metode gravimetri sebagai salah satu metode kuantitatif yang melakukan analisis berdasarkan berat tetap (konstannya) (Mursyidi dan Rohman, 2008). Gravimetri adalah pemeriksaan secara kuantitatif untuk penetapan jumlah terhadap suatu zat melalui pengukuran bobot komponen dalam kondisi murni sesudah dilakukan proses pemisahan (Khopkar, 2003).

Kelebihan cara analisis gravimetri dibandingkan dengan analisis volumetri yaitu penyusun yang ingin ditentukan dapat diketahui berdasarkan pengotoran yang ada dan jika dibutuhkan dapat dilakukan koreksi terhadap hasil yang diperoleh. Selain itu, merupakan cara pemeriksaan kimia yang jelas urutan kerjanya. Adapun kekurangan dari analisis tersebut adalah pemakaiannya terbatas karena membutuhkan proses pemeriksaan yang lama (*time consuming*), harus memperhatikan berbagai persyaratan dalam pengerjaannya supaya hasil yang diperoleh akurat (Mursyidi dan Rohman, 2008).

12.2 Prinsip Analisis Gravimetri

Pemeriksaan gravimetri merupakan pemeriksaan jumlah zat yang paling sederhana dibandingkan dengan pemeriksaan kimia lainnya. Hal ini disebabkan oleh jumlah zat yang dianalisis hanya melalui prosedur penimbangan secara langsung terhadap bobot zat yang telah dimurnikan dari komponen zat lain. Adapun prosesnya yaitu awalnya sampel dilarutkan dengan pelarut yang sesuai, dan diberikan zat pengendap. Setelah itu, difiltrasi dan dicuci, kemudian dikeringkan. Setelah dingin langsung ditimbang.

Selanjutnya jumlah sampel yang ingin dianalisis diukur berdasarkan faktor stoikiometrinya dan hasil yang diperoleh dibuat dalam bentuk presentase berat zat dalam sampel semula (Rivai, 2006).

Prinsip dasar analisis kuantitatif dengan metode gravimetri adalah stoikiometri reaksi pengendapan yang dinyatakan dalam bentuk persamaan sebagai berikut:



dimana “a” = koefisien reaktan seimbang dengan reaktan analit (A), sedangkan “p” = koefisien reaksi seimbang dari reaktan pengendap (P). Jadi senyawa yang terbentuk dari hasil reaksi (AaPp) merupakan rumus molekul dari zat kimia termasuk golongan sukar larut (mengendap) dimana bisa ditetapkan beratnya dengan akurat sesudah dilakukan pencucian dan pengeringan. Agar memperoleh proses dan hasil pengendapan yang maksimal maka diberikan reaktan pengendap P secara berlebih (Lukum, 2022).

12.3 Jenis-Jenis Analisis Gravimetri

Dalam kimia analitik, metode gravimetri digunakan untuk menentukan suatu senyawa melalui pembentukan endapan dan penimbangan senyawa yang dianalisis. Gravimetri merupakan analisis yang menggabungkan konsep teori dengan keterampilan teknis di laboratorium dan melengkapi perhitungan yang ada dalam menemukan hasil target dalam penentuan analitis (Martalina, *et al.*, 2018).

Pada dasarnya metode analisis gravimetri terdiri dari 3 jenis analisis yang diaplikasikan dalam menetapkan jumlah analit secara konvensional yaitu:

12.3.1 Gravimetri Pengendapan

Penimbangan merupakan tahap pengukuran dalam metode gravimetri, dimana analitnya secara fisik dipisahkan dari semua komponen lain dari sampel maupun dari pelarutnya. Pengendapan

merupakan teknik yang paling meluas penggunaannya untuk memisahkan analit dari pengganggu-pengganggunya. Jadi metode pengendapan adalah salah satu jenis metode dalam analisis gravimetri yang berdasarkan pada prinsip penentuan berat suatu zat yang diperoleh melalui penimbangan dari proses terpisahnya analit dari komponen zat yang lain. Selanjutnya disaring dan dikeringkan serta ditimbang dan diusahakan endapan itu harus semurni mungkin (Widiati, 2014).

Dalam cara gravimetri pengendapan, penyusun yang akan ditentukan untuk pengendapan dari larutannya dalam bentuk senyawa yang tidak larut atau tidak mudah larut sehingga dalam proses penyaringan, pencucian, dan penimbangan tidak ada yang berkurang bahkan hilang. Seringkali penyusun yang ingin ditentukan ditimbang dalam bentuk yang berbeda dari pada saat diendapkan. Misalnya magnesium diendapkan dengan sebagai MgNH_4PO_4 dan setelah dilakukan pemijaran berubah menjadi $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ sehingga bentuk inilah yang akan ditimbang (Mursyidi dan Rohman, 2008).

Dalam analisis gravimetri pengendapan, analit dipisahkan dari larutan sampel sebagai endapan dan diubah menjadi senyawa dengan komposisi yang diketahui yang dapat ditimbang. Contoh pengendapan ion Ca^{2+} dengan reaktan pengendap ion oksalat $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ dapat dilihat pada persamaan reaksi yaitu:



Endapan CaC_2O_4 disaring menggunakan krus penyaring yang ditimbang kemudian dikeringkan dan dibakar. Proses ini mengubah endapan secara keseluruhan menjadi kalsium oksida. Reaksinya adalah:



Setelah pendinginan, wadah dan endapan ditimbang sehingga massa kalsium oksida dapat ditentukan dengan mengurangkan massa wadah yang diketahui. Kandungan kalsium dalam sampel kemudian dihitung (Skoog, *et al.*, 2014).

Pengendapan adalah proses konversi analit menjadi endapan dimana tidak larutnya hasil yang diperoleh tergantung reagen pengendap tertentu. Hasil pengendapan yang diperoleh umumnya harus memenuhi syarat yaitu:

- a. Harus memiliki kelarutan yang cukup rendah sehingga tidak terjadi kehilangan analit yang signifikan selama penyaringan dan pencucian
- b. Sifat fisiknya mudah disaring dan dicuci bebas dari kontaminan seperti hasil endapan yang diperoleh berbentuk serbuk kasar atau kristal kasar.
- c. Unsur atau senyawa yang diinginkan harus cepat dikonversi menjadi bentuk senyawa murni beserta susunan kimia yang akurat (Rohmah dan Rini, 2020).

Aturan-aturan umum yang harus diikuti untuk mencapai keadaan optimum dalam pengendapan yaitu:

- a. Proses pengendapan harus dilaksanakan pada larutan yang encer untuk mengurangi kesalahan karena adanya kopresipitasi.
- b. Proses pengendapan terjadi pada larutan panas karena endapan stabil dengan temperatur tinggi.
- c. Pereaksi dicampurkan secara berlebih dan perlahan-lahan dengan disertai pengadukan yang tepat sehingga pertumbuhan kristal teratur
- d. Penggunaan waktu yang lama untuk membentuk endapan kristal yang bertujuan untuk mencegah terjadinya kopresipitasi.
- e. Proses pencucian endapan harus menggunakan larutan encer
- f. Sebaiknya dilakukan pengendapan secara berulang untuk mencegah terjadinya proporsipitasi atau kopresipitasi (Day & Underwood, 2002).



Gambar 12.1. Proses Pengendapan

(Sumber:http://file.upi.edu/Direktori/FPMIPA/JUR._PEND._KIMIA/195603231981012-SITI_DARSATI/analisis_grav_PowerPoint_Presentation.pdf)

12.3.2 Gravimetri Penguapan

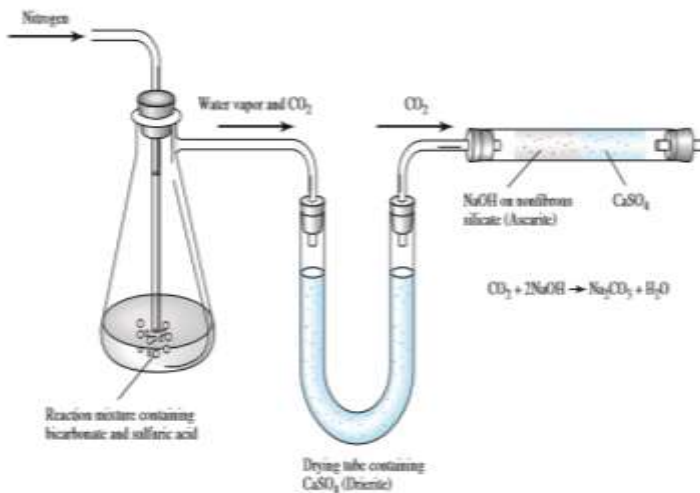
Metode kedua dalam analisis gravimetri adalah menguraikan sampel padat secara termal dan kimiawi. Produk volatil dari reaksi dekomposisi dapat ditentukan dengan ditimbang sehingga memberikan informasi secara kuantitatif. Salah satu bentuk gravimetri penguapan adalah termogravimetri dimana massa sampel terus diperhatikan sementara suhu yang digunakan dinaikkan secara perlahan-lahan. Gravimetri penguapan mensyaratkan produk dari reaksi dekomposisi diketahui dimana untuk senyawa organik, penguapannya biasanya dilakukan dengan pembakaran dan produknya berupa gas seperti CO_2 , H_2O , dan N_2 . Akan tetapi untuk senyawa anorganik, identitas produk volatilisasi

bergantung pada suhu dekomposisi yang dilakukan (Harvey, 2000).

Gravimetri penguapan adalah untuk menganalisis komponen dari senyawa yang relatif mudah menguap. Teknik yang dilakukan dalam metode ini melalui pemanasan dalam gas tertentu atau penambahan suatu pereaksi tertentu dengan tujuan agar komponen yang tidak diinginkan mudah menguap sedangkan yang diinginkan tidak mudah menguap (Rohmah dan Rini, 2020).

Dalam analisis gravimetri berdasarkan penguapan terdapat dua metode. Pertama yaitu penetapan kadar air dalam suatu senyawa. Proses penghilangan atau pengurangan jumlah air dari sampel senyawa anorganik melalui cara penyerapan pada zat pengering padat. Bobot air yang hilang tersebut ditentukan berdasarkan peningkatan bobot dari zat pengering. Dalam penentuan kadar air dengan cara tidak langsung kadang memberikan hasil yang kurang memuaskan. Hal itu disebabkan karena air tersebut dapat diuapkan dari sampelnya. Akan tetapi hal ini juga kadang tidak benar karena pemijaran sampel biasanya juga dapat menyebabkan terjadinya penguraian sehingga peningkatan berat zat penyerap bukan hanya karena penyerapan air. Proses ini banyak digunakan dalam penentuan kadar air dalam gabah dan biji-bijian lainnya (Rivai, 2006).

Metode kedua yaitu prosedur gravimetri yang melibatkan penguapan karbondioksida. Penguapan ini adalah penentuan kandungan natrium hidrogen karbonat dari tablet antasida seperti pada gambar 12.2. Sampel tablet yang ditumbuk halus dan ditimbang direaksikan dengan asam sulfat encer untuk mengubah natrium hidrogen karbonat menjadi karbon dioksida (Skoog, et al., 2014).



Gambar 12.2. Penguapan Kandungan Natrium Hidrogen Karbonat
(Sumber : Skoog, et al, 2014)

Dalam penguapan karbondioksida biasanya senyawa-senyawa karbonat direaksikan dengan asam supaya diperoleh gas karbondioksida yang mudah lepas dari larutan apabila melalui proses pemanasan. Bobot karbondioksida yang dilepaskan dapat ditentukan dengan peningkatan bobot zat penyerap padat yang dipakai untuk mengumpulkan gas karbondioksida. Zat penyerap yang terdiri dari natrium hidroksida dan silikat dapat menahan karbondioksida karena terjadi reaksi sebagai berikut (Rivai, 2006):

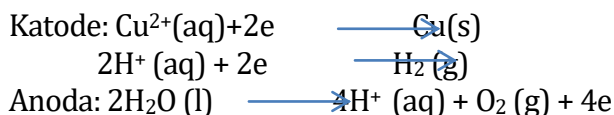


12.3.3 Gravimetri Elektrolisis

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

reaksi reduksi menjadi logam dengan bilangan oksidasi nol. Endapan yang terbentuk selanjutnya dapat ditentukan berdasarkan beratnya, Cara elektrolisis ini dapat diberlakukan pada sampel yang diduga mengandung kadar logam terlarut cukup besar seperti air limbah. Sampel yang dianalisis disimpan dalam sel elektrolisa, dan selanjutnya endapan logam pada katoda dapat ditentukan beratnya (Lukum, 2022).

Misalnya pada penentuan tembaga (Cu) dengan metode elektrolisis menggunakan platina sebagai katoda dalam suasana asam. Persamaan reaksi yang terjadi pada katoda dan anoda yaitu:



Penerapan arus listrik dalam metode elektrolisis menyebabkan di katoda terjadi reaksi reduksi yaitu ion Cu^{2+} menjadi Cu dan proses oksidasi air di anoda dimana terbentuk ion H^+ dan O_2 . Endapan terbentuk secara elektrokimia dimana analit dielektrolisis dan logam terbentuk sebagai endapan. Oleh karena itu metode ini disebut elektrogravimetri, yaitu analit disimpan sebagai film padat pada satu elektroda dalam sel elektrokimia (Harvey, 2000).

12.4 Tahap-tahap Analisis Gravimetri

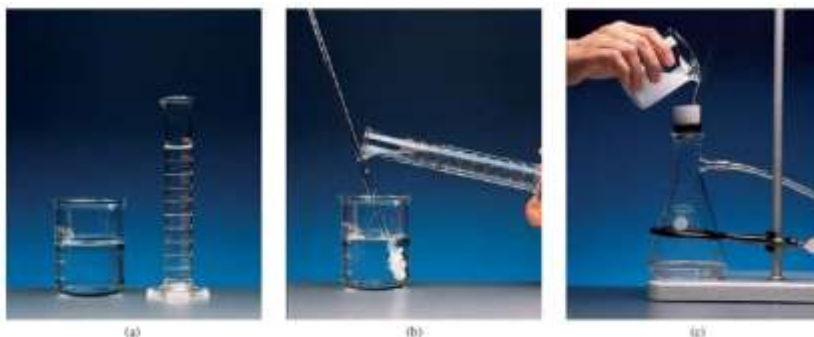
Pada umumnya dalam analisis gravimetri terdapat beberapa tahapan yaitu:

- Melarutkan analit
- Mengontrol kondisi larutan, pH, suhu
- Membentuk endapan sempurna dengan penambahan pereaksi pengendap yang berlebih
- Menumbuhkan kristal endapan (*digestion* atau *aging*)
- Penyaringan dan pencucian endapan

- f. Pemijaran atau pemanasan endapan agar mendapatkn endapan kering
- g. Pendinginan dan menimbang endapan
- h. Perhitungan kuantitas analit (Rohmah dan Rini, 2020).

Adapun langkah-langkah dalam analisis gravimetri sebagai berikut:

- a. Dilakukan penimbangan sampel dan pelarutan supaya komponen tersebut terendapkan menjadi ion-ionnya.
- b. Dilakukan penambahan pereaksi pengendap sehingga terbentuk endapan. Dalam proses ini harus diperhatikan mulai dari kondisi optimum proses pengendapan, kemurnian endapan, kopresipitasi, kemudahan dalam penyaringan dan pencucian
- c. Proses penyaringan endapan, dengan memperhatikan jenis-jenis penyaring, pemilihan kertas saring yang cocok, cara menjaga cairan pada saat penyaringan.
- d. Proses pencucian endapan dengan kriteria yaitu larutan yang digunakan mencuci endapan, teknik melakukan pencucian, dan mengeringkan endapan
- e. Pengabukan kertas saring dan pemijaran endapan, dengan memperhatikan teknik pelipatan kertas saring berisi endapan, cara mengabukan kertas saring di cawan porselen yang berbobot tetap, dan teknik pemijaran endapan hingga diperoleh berat konstan.
- f. Dilakukan Penrhitungan hasil pemeriksaan dengan faktor gravimetri (*Gravimetric Factor*)(Lukum, 2022).



Gambar 12.3. Langkah-langkah Proses Gravimetri
(Sumber: <https://www.chem.co.id/2019/01/46-analisis-gravimetri.html?m=0>)

Misalnya untuk analisis gravimetri NaCl dengan reagen pengendap AgNO_3 yaitu: (a) Suatu larutan yang mengandung NaCl dalam gelas kimia. (b) Presipitasi AgCl pada penambahan larutan AgNO_3 dari silinder pengukur. Dalam reaksi ini, AgNO_3 adalah reagen berlebih dan NaCl adalah reagen pembatas. (c) Larutan yang mengandung endapan AgCl disaring melalui wadah cakram *sintered preweighed*, yang memungkinkan cairan lewat (tetapi bukan endapan). Cawan kemudian dikeringkan dalam oven, dan ditimbang lagi. Selisih antara massa akhir dan massa wadah kosong adalah sama dengan massa endapan AgCl.

12.5 Perhitungan Dalam Analisis Gravimetri

Untuk analisis gravimetri, dilakukan proses pengendapan terhadap ion yang akan dianalisis menjadi senyawa tidak mudah larut yang selanjutnya ditimbang. Berdasarkan faktor stoikiometrinya dan berat rumusnya, maka kadar zat yang ingin dianalisis dapat dihitung dengan mudah (Rivai, 2006).

Endapan yang terbentuk dari analisis gravimetri dibandingkan dengan berat sampel, dimana prosentasenya ditunjukkan dalam persamaan:

$$\%A = \frac{\text{Berat A}}{\text{Berat Sampel}} \times 100 \%$$

Persamaan diatas dapat dikonversi dimana berat analit dapat diperoleh berdasarkan hasil kali dari endapan P dengan faktor gravimetri, yaitu:

Berat analit= berat endapan P x Faktor gravimetri

$$\%A = \frac{\text{Berat endapan P x Faktor gravimetri}}{\text{Berat Sampel}} \times 100 \%$$

Untuk faktor gravimetri dapat ditentukan dari rumus kimia analit dari endapan telah diketahui secara tepat(Lukum, 2022).

Contoh Soal:

0,4150 g sampel NaCl dilarutkan dalam air kemudian diberikan pereaksi pengendap dengan larutan AgNO₃ berlebih sehingga terbentuk endapan AgCl. Setelah melalui proses penyaringan dan pencucian, AgCl yang diperoleh adalah 0,5134 g. Hitunglah prosentase Cl dalam sampel.

Penyelesaian:



Faktor gravimetri: Ar (Cl⁻) : Mr (AgCl)

$$= 35,45 : 143,32$$

$$= 0,27$$

$$\%A = \frac{0,5134 \text{ g} \times 0,27}{0,4150 \text{ g}} \times 100 \%$$

$$= 33,40 \%$$

12.6 Aplikasi Analisis Gravimetri

Metode gravimetri sudah banyak diaplikasikan pada analisis kation dari beberapa unsur dalam sistem periodik, bahan organik tertentu misalnya kolesterol pada sereal dan

laktosa pada susu. Disamping itu juga dapat digunakan untuk analisis senyawa anorganik seperti kalsium, klorin, magnesium, dan lain-lain (Rohmah dan Rini, 2020).

Contoh-contoh analisis gravimetri pada sampel diperoleh data-data gravimetrik dalam analisis kimia mulai dari prosentase komponen penyusun sampel, penetapan berat atom suatu unsur, berat molekul (massa molekul relatif) senyawa dan rumus empiris senyawa dan mineral, yang diperoleh melalui teknik analisis gravimetri secara langsung, tidak langsung, atau menggabungkan kedua teknik tersebut (Widodo, dkk. 2009).

a. Metode gravimetri tak langsung

Cara analisis paling sederhana yaitu melibatkan dua bahan kimia murni yang diisolasi dan ditimbang bersama. Sedangkan cara kedua adalah melibatkan dua atau lebih substansi kimia yang diisolasi dan ditimbang bersama.

b. Analisis yang melibatkan volatilisasi simultan dan Reduksi oksidasi

Dalam analisis ini, apabila material memiliki karakter teroksidasi atau tereduksi selain kemungkinan hilangnya konstituen tertentu karena menguap. Oleh karena itu prosentase konstituen setelah pemanasan dapat ditentukan dengan menyatakan kemungkinan bahwa proses reduksi atau oksidasi terjadi terlebih dahulu sebelum volatilisasi.

c. Penentuan klorida sebagai perak klorida

Larutan ion klorida sebelum dianalisis dilakukan penambahan asam nitrat encer untuk mencegah pengendapan garam-garam perak yang lain misalnya fosfat dan karbonat yang mungkin terjadi pada kondisi netral. Selain itu endapan yang terbentuk akan lebih mudah disaring. Oleh karena dengan penambahan larutan perak nitrat yang sedikit berlebih akan mengendapkan perak klorida. Pada awal terbentuknya, endapan AgCl akan merupakan koloidal yang akan kristal padat dengan bantuan pemanasan dan pengadukan yang cepat (Widodo, dkk. 2009).

DAFTAR PUSTAKA

- Day, JR, RA. dan Underwoo, AL. 2002. *Analisa Kimia Kuantitatif* adida Hasan. 2014. *Kompleksometri dan Gravimetri*. UPN Veteran Jawa Timur. Edisi Kelima: Jakarta: Penerbit Erlangga
- Harvey David. 2000. *Modern Analytical Chemistry*. USA: The McGraw Hill Companies, Inc.
- Khopkar, SM. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia.
- Lukum Astin. 2022. *Buku Ajar Dasar-Dasar Kimia Analitik*. Universitas Negeri Gorontalo.
- Martalina, DS., Situmorang, M., Sudrajat, A. 2018. *The Development of Innovative Learning Material With Integration of Project and Multimedia For The Teaching of Gravimetry*. Universitas Negeri Medan: Atlantis Press.
- Mursyidi, A & Rohman, A. 2008. *Volumetri dan Gravimetri*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Rivai Harrizul. 2006. *Asas Pemeriksaan Kimia*. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press).
- Rohmah, J & Rini, CS. 2020. *Buku Ajar Kimia Analisis*. Universitas Muhammadiyah Sidoarjo: UMSIDA Press.
- Skoog, DA., West, DM., Holler, FJ., Crouch, SR. 2014. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. USA: Brooks/Cole.
- Widiati Atik. 2014. *Kompleksometri dan Gravimetri*. UPN Veteran Jawa Timur.
- Widodo, DS., Hastuti, R., Gunawan. 2009. *Buku Ajar Analisis Kuantitatif*. Semarang: Universitas Dipenogoro .

BAB 13

METODE ANALISIS

SPEKTROFOTOMETRI

Oleh Rahmawati

13.1 Pendahuluan

Spektrofotometri merupakan metode dalam kimia analitik yang digunakan untuk menentukan komposisi sampel secara kuantitatif dan kualitatif berdasarkan interaksi antara suatu zat dan cahaya. Alat yang digunakan untuk spektrofotometri disebut spektrofotometer. Cahaya yang dimaksud bisa berupa sinar ultraviolet dan inframerah tampak dan materi bisa berupa atom dan molekul tetapi elektron valensi memainkan peran yang lebih penting. Spektrofotometri dapat dilihat sebagai perpanjangan dari inspeksi visual melalui studi yang lebih mendalam tentang penyerapan energi radiasi oleh berbagai bahan kimia yang memungkinkan pengukuran sifat dan kuantitasnya dengan sangat tepat (Sastromidjojo, 2001). Spektrofotometri mengacu pada pengukuran tingkat penyerapan energi cahaya oleh sistem kimia sebagai fungsi dari panjang gelombang radiasi dan pengukuran hanya absorbansi pada panjang gelombang tertentu (Day & Underwood, 2002).

Spektrofotometer terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrofotometer menghasilkan cahaya dengan spektrum panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah instrumen yang mengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau diserap. Spektrofotometer adalah sumber spektral kontinu di mana monokromator adalah sel absorbansi untuk sampel atau blanko

dan instrumen untuk mengukur perbedaan absorbansi antara sampel dan blanko atau referensi (Khopkar, 2007).

Spektrofotometer merupakan instrumen yang digunakan untuk menganalisis senyawa secara kuantitatif dan kualitatif dengan mengukur transmisi atau absorbansi sampel sebagai fungsi konsentrasi. Penentuan kualitatif didasarkan pada puncak yang dihasilkan dalam spektrum unsur tertentu pada panjang gelombang tertentu, sedangkan penentuan kuantitatif didasarkan pada nilai absorbansi spektrum kompleks unsur yang dianalisis dengan zat pengompleks yang sesuai.

Spektrofotometer standar terdiri dari spektrofotometer dengan instrumen yang mengukur intensitas cahaya monokromatik dan fotometer yang menghasilkan cahaya dengan panjang gelombang tertentu. Perangkat radiasi ini adalah kombinasi dari sifat kimia dan fisik elektronik dan detektor secara langsung mengukur jumlah cahaya yang dipancarkan dan secara tidak langsung jumlah cahaya yang diserap (I_a). Potensi ini didasarkan pada spektrum elektromagnetik suatu objek (Khopkar, 2007). Emisi sinar ultraviolet dan sinar tampak biasanya disebabkan oleh eksitasi elektron ikatan dengan panjang gelombang serapan ikatan terkait dengan ikatan potensial dalam molekul.

Spektrofotometer digunakan untuk mengukur transmitansi atau absorbansi suatu sampel berdasarkan bahan atau warna yang menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu. Nilai absorbansi cahaya yang direkam sebanding dengan jumlah larutan dalam kuvet. Keuntungan dari metode spektrofotometri adalah hasil yang diperoleh sangat akurat dan pembacaan langsung dicatat oleh detektor dan dicetak dalam bentuk angka digital. Metode ini memberikan cara mudah untuk mengidentifikasi zat penghambat. Bahkan dengan hasil paling akurat, pembacaan segera direkam oleh browser dan dicetak sebagai angka atau grafik yang dimodifikasi (Sastrohamidjojo, 2013).

Jika radiasi atau cahaya putih melewati larutan berwarna, beberapa panjang gelombang radiasi akan diserap secara selektif (diserap) sementara yang lain akan terus melewatinya. Rasio intensitas cahaya yang diserap dengan intensitas cahaya datang disebut absorbansi. Nilai absorbansi berbanding lurus dengan spesies yang ada dalam sampel. Jika sampel memiliki kandungan bahan yang lebih tinggi, semakin banyak partikel yang menyerap panjang gelombang cahaya tertentu, semakin tinggi nilai absorbansinya. Jadi nilai serapannya berbanding lurus dengan kandungan di dalamnya.

Penyerapan atau peluruhan suatu zat adalah reaksi suatu medium atau zat di mana molekul mengalami perubahan energi dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi saat cahaya melewatinya. Hal ini dilakukan dengan mengkarakterisasi sampel menggunakan UV-Vis untuk mendapatkan spektrum serapan sampel. Histogram nilai panjang gelombang dan absorbansi diperoleh hasil karakterisasi (Day & Underwood, 2002).

Prinsip kerja spektrofotometer adalah penyerapan cahaya pada zat tertentu yang diuji. Setiap zat memiliki daya serap yang unik pada panjang gelombang tertentu. Pengukuran dengan tingkat penyerapan tertinggi dari zat uji. Cahaya yang diserap oleh material berbanding lurus dengan posisi material. Tingkat pengukuran yang diukur dengan jelas dibandingkan dengan tingkat (standar) yang diketahui, setelah memasuki ruang kosong (Rohman & Gandjar, 2018).

Cahaya dari lampu melewati lensa ke monokromator kemudian cahaya diubah dari cahaya warna-warni menjadi cahaya monokromatik (tunggal). Sebuah balok melewati sampel dengan kerapatan material tertentu. Cahaya yang dihasilkan sebagian diserap dan sebagian diteruskan. Cahaya yang ditransmisikan diterima oleh detektor. Cahaya yang diterima dihitung untuk mencari cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat dalam sampel sehingga

konsentrasi zat dalam sampel dapat ditentukan secara kuantitatif (Sastrohamidjojo, 2013).

Setiap unsur kimia menyerap atau memantulkan panjang gelombang cahaya tertentu (mungkin gelombang radio elektromagnetik). Nilai absorbansi cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi larutan dalam kuvet. Larutan tersebut kemudian ditempatkan dalam kuvet di mana cahaya melewati kuvet. Kuvet ini biasanya terbuat dari kaca yang menyerap sebagian cahaya. Kuvet terbuat dari kaca yang menangkap cahaya. Kuvet bahan kuarsa lebih dikenal daripada yang terbuat dari kaca. Kualitas kuvet ditunjukkan oleh banyaknya cahaya yang diserap oleh kuvet. Kuvet menyerap lebih sedikit cahaya, jika kualitas kuvet kurang baik (Mubarok, 2021).

13.2 Jenis-Jenis Spektrofotometer

Ada dua jenis spektrofotometer, yaitu spektrofotometer berkas tunggal dan spektrofotometer berkas ganda. Spektrofotometer berkas tunggal biasanya digunakan pada daerah spektrum ultraviolet dan tampak. Spektrofotometer sinar ganda tersedia di daerah UV dan tampak serta inframerah.

1. *Single-Beam*

Dengan mengukur absorbansi pada kuantifikasi panjang gelombang tunggal dapat dilakukan dengan menggunakan single beam. Pengukuran sampel dan blanko atau standar harus bergantian dalam sel yang sama.

2. *Double-Beam*

Karena spektrofotometer memiliki sinar ganda, tidak perlu beralih antara larutan sampel dan larutan blanko untuk pengukuran absorbansi. Jenis spektrofotometer ini menggunakan self-absorption (A) sebagai fungsi dari panjang gelombang (Suhartati, 2017). Konfigurasi dual beam ini menguntungkan karena sampel dan pengukuran statis dapat dilakukan secara bersamaan (simultan)

sehingga pengukuran dilakukan secara independen terhadap perubahan intensitas sumber cahaya.

Spektrofotometer meliputi spektrofotometer ultraviolet cahaya tampak, spektrofotometer inframerah, spektrofotometer resonansi magnetik nuklir, spektrofotometer serapan, spektrofotometer massa, dan spektrofotometer fluoresensi. Perbedaan dari spektrometer jenis ini terletak pada sumber cahaya atau sampel yang cocok untuk dianalisis (Suarsa, 2015).

13.3 Bagian-Bagian Spektrofotometer

Komponen utama spektrometer memiliki empat bagian utama: Kuvet dan Detektor Monokromator, Radiasi/Sumber Cahaya. Sumber radiasi adalah sumber energi yang memancarkan radiasi elektromagnetik dan monokromator adalah perangkat yang paling umum digunakan yang menghasilkan sinar radiasi dengan panjang gelombang tunggal. Monokromator untuk radiasi UV-Vis dan IR serupa karena memiliki lensa celah cermin prisma atau kisi-kisi. Ada dua jenis monokromator: monokromator prisma Bunsen dan monokromator kisi Czerny-Turney.

13.3.1 Sumber Cahaya

Sumber cahaya polikromatik berfungsi sebagai sumber cahaya polikromatik dengan rentang panjang gelombang yang berbeda. Sumber cahaya yang digunakan adalah lampu tungsten yang memiliki keuntungan bahwa energi cahaya yang dipancarkan tidak bervariasi pada panjang gelombang yang berbeda.

Spektrofotometer UV-Vis banyak digunakan untuk analisis kuantitatif dan kualitatif karena pengukuran spektrofotometri melibatkan sejumlah besar energi elektronik dalam molekul yang dianalisis. Spektra UV-Vis sangat berguna untuk pengukuran material. Konsentrasi analit dalam larutan dapat ditentukan dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang tertentu menggunakan hukum Lambert-Beer (Khopkar, 2007).

13.3.2 Monokromator

Monokromator merupakan alat yang berfungsi untuk membagi cahaya multiwarna menjadi komponen-komponen yang berbeda (tersebar) dengan panjang gelombang tertentu.

13.3.3 Kuvet

Kuvet adalah alat yang digunakan untuk mengukur konsentrasi reagen untuk pembacaan spektrofotometer. Jajaran genjang lebih akurat daripada kuvet karena cahaya akan berada pada sudut yang tepat terhadap permukaan kuvet.

13.3.4 Detektor

Fungsi detektor penerima adalah untuk menanggapi panjang gelombang cahaya yang berbeda. Detektor mengubah cahaya menjadi sinyal listrik yang kemudian ditampilkan sebagai penunjuk atau angka digital oleh tampilan data (Khopkar, 2007).

13.4 Analisis dengan Spektrofotometer UV-VIS

Spektrofotometri UV-Vis adalah teknik analisis spektroskopi yang menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet (190-380) dan tampak (380-780) melalui alat spektrofotometer. Spektrofotometri UV-Vis digunakan untuk analisis kuantitatif daripada kualitatif karena molekul yang dianalisis dengan spektrofotometri UV-Vis mengandung energi elektronik dalam jumlah besar (Khopkar, 2007).

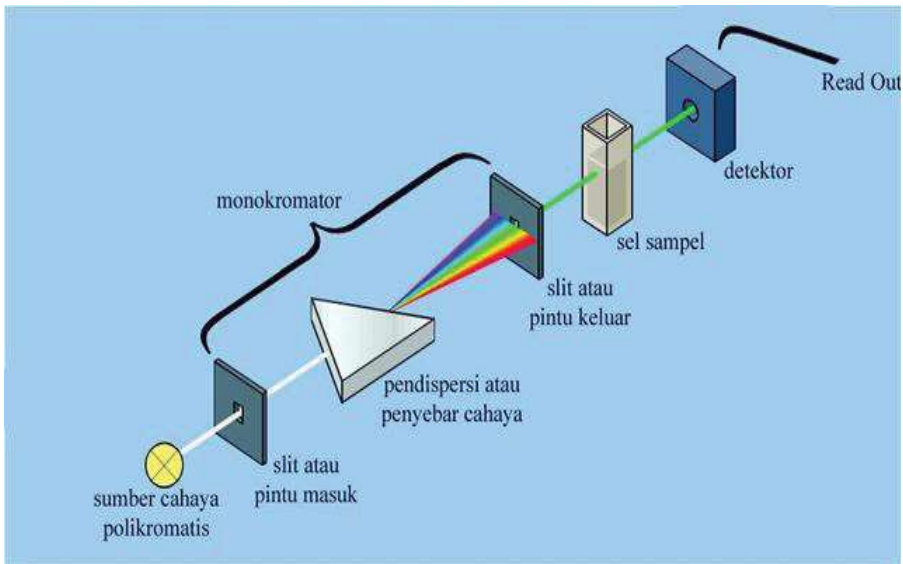
Spektrofotometer UV-Vis adalah pengukuran panjang gelombang dan intensitas sampel yang diserap oleh sinar ultraviolet dan sinar tampak. Sinar ultraviolet dan cahaya tampak memiliki energi yang cukup untuk mendorong elektron di kulit terluar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Spektroskopi UV-Vis umumnya digunakan untuk molekul dan ion anorganik atau kompleks dalam larutan. Spektrum UV-vis memiliki bentuk yang luas dan sedikit informasi tentang struktur yang dapat diperoleh

dari spektrum ini. Tetapi spektrum ini sangat berguna untuk pengukuran kuantitatif. Konsentrasi analit dalam larutan dapat ditentukan dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang tertentu menggunakan hukum Lambert-Beer.

Sinar ultraviolet memiliki panjang gelombang 200-400 nm sedangkan cahaya tampak memiliki panjang gelombang 400-800 nm. Panjang gelombang (λ) merupakan jarak antara lembah dan puncak sedangkan frekuensi adalah kecepatan cahaya dibagi dengan panjang gelombang (λ) (Dachriyanus, 2014).

Spektrofotometer yang paling sederhana adalah instrumen *single-beam* (berkas tunggal) yang dilengkapi dengan sebuah monokromator panjang gelombang tetap. Spektrofotometer berkas tunggal dikalibrasi dan digunakan dalam kondisi yang sama dengan fotometer. Sebuah contoh khas dari spektrofotometer berkas tunggal adalah Milton-Roys Spectronic-20. Spectronic-20 tersedia dari 340 hingga 625 nm (950 nm untuk detektor sensitif merah) dan memiliki area medan efektif tetap sebesar 20 mm (Yudono, 2017).

Pada umumnya lampu hidrogen atau deuterium digunakan sebagai sumber cahaya untuk pengukuran UV dan lampu tungsten digunakan sebagai sumber cahaya untuk pengukuran cahaya tampak. Panjang gelombang cahaya dari sumber cahaya dibagi oleh pembagi panjang gelombang (*wavelength splitter*): prismatik atau monokrom. Spektrum diperoleh dengan memindai dengan pembagi panjang gelombang tetapi pengukuran kuantitatif dapat dilakukan melintasi spektrum atau pada panjang gelombang tertentu. Gambar 13.1 di bawah ini adalah skema alat spektrofotometer UV-Vis dengan satu sumber cahaya. Pengukuran pelarut tanpa sampel dilakukan terlebih dahulu untuk menghilangkan sinyal pelarut dan kemudian mengukur larutan sampel. Gambar 13.2 adalah contoh spektrofotometer UV-terlihat dengan sumber cahaya tunggal (Dachriyanus, 2014).

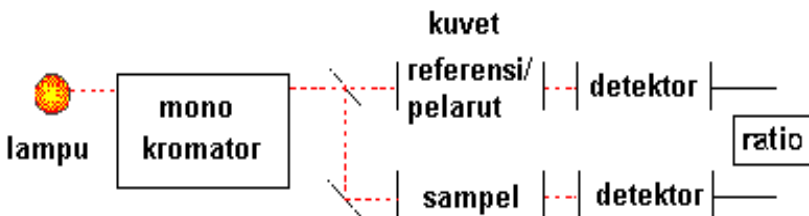


Gambar 13.1. Skema Alat Spektrofotometer UV-VIS *Single-Beam* (Sumber: (Suhartati, 2017))



Gambar 13.2. Alat Spektrofotometer UV-VIS *Single-Beam* (Spectronic-20). (Sumber: (Dachriyanus, 2014))

Spektrofotometer sinar ganda dirancang untuk digunakan pada panjang gelombang dari 190 hingga 750 nm. Instrumen dua balok (Gambar 13.3) terdiri dari dua balok yang dibentuk oleh cermin berbentuk V yang disebut pembagi balok. Sinar pertama melewati larutan kosong dan sinar kedua secara bersamaan melewati sampel (Suhartati, 2017).



Gambar 13.3. Skema Alat Spektrofotometer UV-VIS *Double-Beam*
(Sumber: (Dachriyanus, 2014))

Sebagian besar aplikasi metode spektrofotometri UV-Vis pada senyawa organik didasarkan pada $n-\pi^*$ atau $\pi-\pi^*$ karena UV-Vis memerlukan adanya kromofor dalam molekul. Transisi ini terjadi di wilayah spektral yang cocok untuk penggunaan eksperimental (sekitar 200 hingga 700 nm). Spektrofotometer UV-Vis komersial biasanya beroperasi pada rentang panjang gelombang 175 atau 200 hingga 1000 nm. Identifikasi kualitatif senyawa organik di wilayah ini jauh lebih rendah daripada di wilayah inframerah. Ini karena pita serapan terlalu luas dan kurang detail. Namun gugus fungsi tertentu seperti karbonilnitro dan sistem terkonjugasi menunjukkan puncak yang khas dan informasi yang berguna dapat diperoleh tentang ada atau tidaknya gugus tersebut dalam molekul (Day & Underwood, 2002).

13.4.1 Hukum Lambert-Beer

Hukum Lambert-Beers (Hukum Beers) adalah hubungan linier antara absorbansi dan konsentrasi larutan sampel. Konsentrasi sampel dalam larutan dapat ditentukan dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang tertentu menggunakan hukum Lambert-Beer. Secara umum hukum Lambert-Beer ditulis sebagai berikut :

$$A = \epsilon \cdot b \cdot C$$

Keterangan:

A = absorban (serapan)

ϵ = koefisien ekstingsi molar ($M^{-1} \text{ cm}^{-1}$)

b = tebal kuvet (cm)

C = konsentrasi (M)

Pada beberapa referensi lain, dapat juga ditulis sebagai berikut:

$$A = E \cdot b \cdot C$$

Keterangan:

E = koefisien ekstingsi spesifik ($\text{ml g}^{-1} \text{ cm}^{-1}$)

b = tebal kuvet (cm)

C = konsentrasi (gram/100 ml)

Hubungan antara E dan ϵ adalah:

$$E = 10 \cdot \epsilon$$

Massa molar

Pada percobaan, yang terukur adalah transmittan (T), yang didefinisikan sebagai berikut:

$$T = I / I_0$$

Keterangan:

I = intensitas cahaya setelah melewati sampel

I_0 = adalah intensitas cahaya awal

Hubungan antara A dan T adalah

$$A = -\log T = -\log (I / I_0)$$

(Dachriyanus, 2014)

13.4.2 Aplikasi Secara Kuantitatif

Spektrofotometer UV-Vis yang umum digunakan untuk analisis kuantitatif senyawa organik dapat dilakukan dengan menggunakan Lambert, untuk menentukan informasi struktur berdasarkan panjang gelombang, dan menentukan jenis kromofor berdasarkan ikatan rangkap terkonjugasi (Suarsa, 2015).

Penentuan konsentrasi analit berdasarkan penyerapan radiasi ultraviolet atau cahaya tampak adalah salah satu metode analisis kuantitatif yang paling umum. Salah satu alasannya adalah banyak senyawa organik dan anorganik memiliki pita serapan elektromagnetik yang kuat di bagian spektrum UV/tampak. Selain itu, analit yang tidak atau lemah menyerap radiasi UV/Vis sering dikaitkan dengan spesies penyerap secara kimia.

Metode analisis air dan air limbah yang bergantung pada penyerapan radiasi UV/Vis adalah beberapa metode analisis yang paling banyak digunakan. Ketika klorin ditambahkan ke air, sebagian tersedia untuk desinfeksi yang disebut residu klorin. Karena residu klorin bebas lebih efisien dalam desinfeksi, metode analitik telah dikembangkan untuk menentukan konsentrasi kedua bentuk residu klorin. Salah satu metode tersebut adalah metode Leuco Crystal Violet. Residu klorin bebas diukur dengan menambahkan leuco crystal violet ke dalam sampel. Ini segera teroksidasi menjadi warna biru dan dipantau pada 592 nm.

Konsentrasi fluoride dalam air minum dapat ditentukan secara tidak langsung melalui kompleksasi dengan zirkonium. Larutan pra-pewarnaan SPADNS menghasilkan senyawa zirkonium berwarna merah yang dikenal sebagai danau yang menyerap pada 570 nm. Setelah penambahan fluoride pembentukan kompleks ZrF_6^{2-} memisahkan penyerapan dengan menstabilkan fase danau. Oleh karena itu konsentrasi penyerapan dan konsentrasi fluorida memiliki kemiringan negatif.

Metode spektroskopi juga digunakan untuk mengidentifikasi bahan organik dalam air. Misalnya komposisi

fenol dan konsentrasi fenol tersubstitusi meta-ortodon ditentukan dengan distilasi uap untuk memisahkan fenol dari pengotor yang mudah menguap. Dispersi dengan 4-aminoantipyrine dengan adanya $K_3Fe(CN)_6$ membawa pH menjadi $7,9 \pm 0,1$ yang menghasilkan antipyrine berwarna. Pewarna dibawa ke $CHCl_3$ dan absorbansi dipantau pada 460 nm. Kurva kalibrasi disiapkan hanya untuk fenol yang disubstitusi dengan C_6H_5OH . Konsentrasi molar fenol tersubstitusi umumnya lebih rendah dari konsentrasi fenol yang dilaporkan dan oleh karena itu mewakili konsentrasi senyawa fenolik terendah.

Penyerapan molekuler UV/Vis digunakan dalam berbagai analisis sampel industri termasuk obat-obatan, cat makanan, kaca, dan logam. Senyawa farmasi mengandung banyak kromofor yang cocok untuk analisis penyerapan UV/Vis. Produk yang dianalisis antara lain vitamin hormon antibiotik dan pereda nyeri. Contoh aplikasi UVA adalah menentukan kemurnian tablet aspirin yang bahan aktifnya adalah asam asetilsalisilat. Asam salisilat yang dihasilkan oleh hidrolisis asam asetilsalisilat merupakan kontaminan yang tidak diinginkan dalam tablet aspirin dan tidak boleh melebihi 0,01 % b/b. Tingkat asam salisilat yang dapat diterima dalam sampel dapat diperiksa dengan memantau absorbansi pada 312 nm. Asam asetilsalisilat menyerap pada 280 nm tetapi lemah pada 312 nm. Sampel yang dipilih disiapkan dalam kondisi di mana absorbansi lebih besar dari 0.02 menunjukkan tingkat asam salisilat yang tidak dapat diterima (Yudono, 2017).

13.5 Analisis dengan Spektrofotometer Massa

Spektrometri massa merupakan salah satu metode yang diperlukan untuk menentukan struktur molekul senyawa organik. Bagian ini terutama membahas prinsip dasar spektrometri massa, proses fragmentasi senyawa organik dan analisis spektra massa beberapa contoh senyawa organik dan

beberapa contoh pola ionisasi dalam spektra massa (Suyatno, 2018).

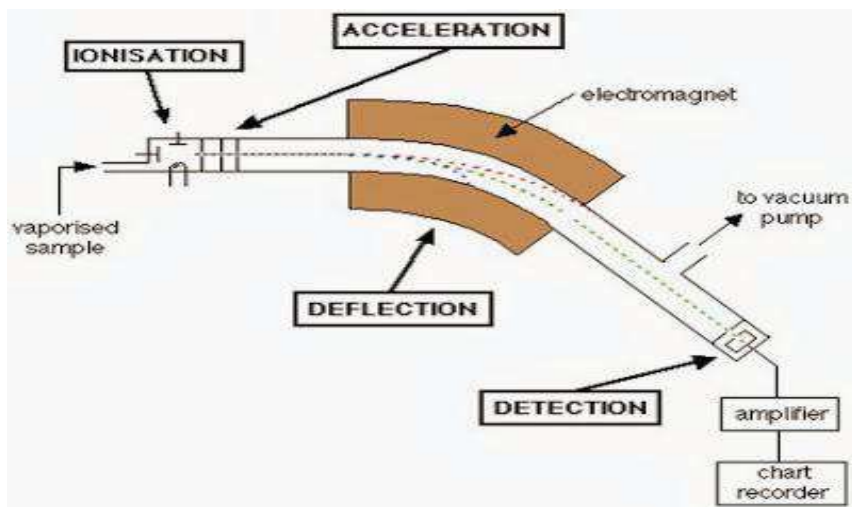
Spektrometri massa berbeda dari spektroskopi lainnya karena menganalisis senyawa yang mengalami perubahan fisik dan kimia. Analisis spektral massa senyawa organik meliputi massa ion molekuler (M_r) dan massa fragmen yang muncul dalam spektrum serta massa fragmen yang hilang. . Massa fragmen yang hilang sangat berguna dalam menentukan struktur molekul karena massa fragmen yang hilang dapat digunakan untuk memprediksi kelompok mana yang dimiliki dengan mengkorelasikannya dengan data spektroskopi UV-Vis IR atau NMR dari suatu senyawa. Dianalisis. Model *jigsaw puzzle* dapat digunakan untuk menentukan struktur molekul senyawa organik dengan menyusun berbagai struktur potongan senyawa (Suhartati, 2017).

13.5.1 Prinsip Dasar Spektrometri Massa

Spektrometri massa telah banyak digunakan dalam kimia organik sejak tahun 1960-an. Sejak saat itu metode ini menjadi semakin populer karena dua alasan: (1). Sebuah perangkat telah ditemukan yang dapat menguapkan hampir semua senyawa organik dan menguapkan ion-ionnya. (2). Fragmen ion yang dihasilkan dari ion molekul terkait dengan struktur molekul senyawa. Juga penemuan GC-MS yang menggabungkan kromatografi gas untuk memisahkan campuran dan spektrometri massa untuk menganalisis masing-masing komponen telah menyebabkan peningkatan pesat dalam penggunaan spektrometri massa dalam analisis kimia.

Dalam proses identifikasi senyawa organik spektrometri massa digunakan untuk menentukan berat molekul relatif (M_R) suatu senyawa dan menyimpulkan struktur molekulnya berdasarkan pola hamburannya. Dalam sampel spektrometer massa diuapkan di bawah vakum dan kemudian dipindahkan ke ruang ionisasi. Berkas elektron berenergi tinggi (± 70 eV atau 1610

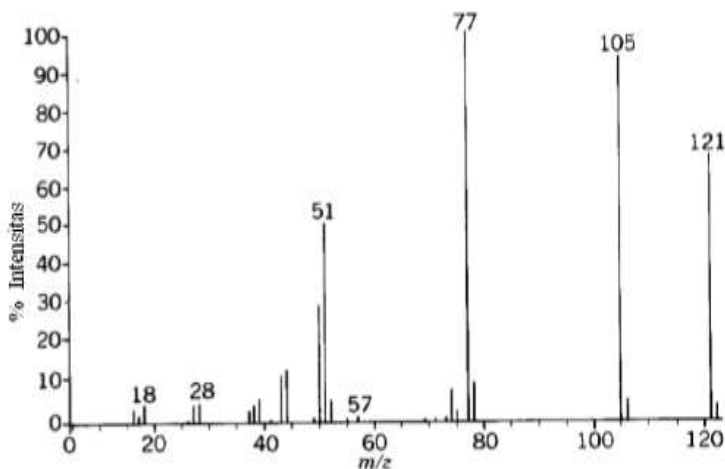
kkal/mol) diluncurkan ke dalam sampel untuk menghasilkan ion molekuler atau prekursor. Beberapa fragmen ion molekuler menjadi ion produk yang lebih kecil dan fragmen netral. Pelat akselerator dengan potensial positif 2000 volt digunakan untuk mempercepat pergerakan ion positif ke daerah medan magnet. Selanjutnya ion positif dibelokkan oleh medan magnet di lokasi yang berbeda tergantung muatannya (m/z). Setiap berkas ion yang bergerak melintasi pelat pengumpul menghasilkan sinyal yang diperkuat sebagai fungsi rasio massa terhadap muatan dan direkam. Ukuran setiap puncak adalah ukuran jumlah relatif ion di setiap bagian berkas ion. Diagram skematis instrumen spektrometer massa dapat dilihat secara singkat pada Gambar 4. Spektrum massa menunjukkan hubungan antara nilai m/z setiap fraksi ion dan kelimpahan relatifnya. Karena muatan dasar setiap fragmen yang mencapai pelat pengumpul adalah 1, nilai m/z juga menunjukkan massa molekul masing-masing fragmen (Suyatno, 2018).



Gambar 13.4. Skema Alat Spektrofotometer Massa
(Sumber: (Suhartati, 2017))

Fragmentasi ion molekuler dapat dideteksi oleh spektrometer massa dan dibaca sebagai spektrum massa yang merupakan jalur antara massa fragmen yang dinyatakan sebagai m/e atau m/z (magnitudo z dan e). muatan = 1 m = massa fragmen) kelimpahan atau intensitas yang dihasilkan di setiap fragmen muncul sebagai garis yang sesuai dengan massanya dan tinggi garis yang mewakili kelimpahannya (contoh bentuk spektrum massa dapat dilihat pada gambar 5).

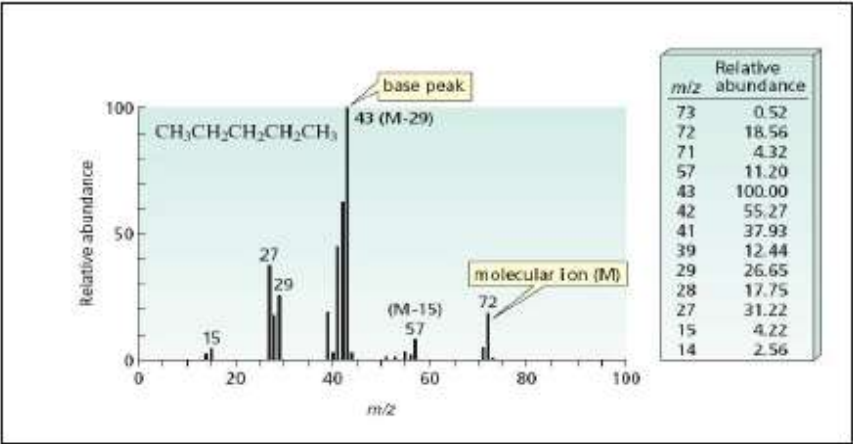
Dimungkinkan bahwa untuk menentukan struktur bagian dari bentuk fragmen dan dengan menjumlahkan spektrum struktur fragmen berbeda yang ada dalam suatu bentuk senyawa dan spektrum fragmen yang hilang, sehingga struktur molekul induk dapat ditentukan (Suhartati, 2017).



Gambar 13.5. Contoh Spektrum Massa Senyawa Organik
(Sumber: (Suhartati, 2017))

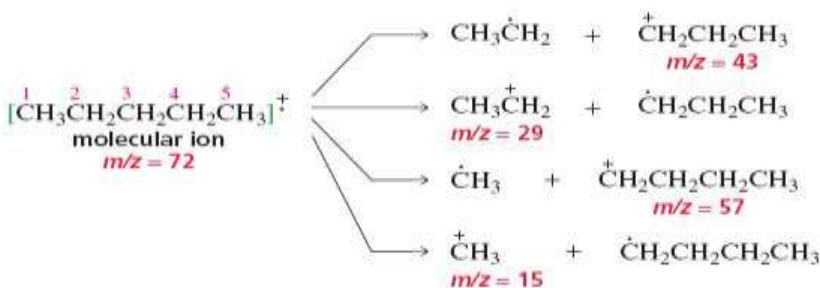
13.5.2 Fragmentasi Senyawa Organik

Ion terberat dalam spektrum massa (ion dengan nilai m/z terbesar) adalah ion molekuler. Hanya beberapa molekul yang tidak memiliki berat molekul karena reduksi langsung. Misalnya ion pentana memiliki puncak pada m/z 72 dalam spektrum massa. Nilai m/z maksimum adalah 72 yang merupakan ion maksimum yang melewati spektrometer massa. Ion molekuler dapat dipertimbangkan sehingga rumus massa relatifnya adalah 72 yang dapat dilihat pada gambar 6. Jadi apa yang diamati dalam spektrum massa relatif menentukan nilai m/z maksimum. Namun beberapa masalah akan terjadi jika molekul tersebut memiliki beberapa isotop baik karbon klorin atau bromin (Dachriyanus, 2014).



Gambar 13.6. Spektrum Massa n-pentana
(Sumber: (Suyatno, 2018))

Puncak $m/z = 57$ (M-15) dihasilkan dari ion molekuler yang kehilangan gugus metil (CH3), puncak $m/z = 43$ (M-29) dihasilkan oleh ion molekuler yang kehilangan gugus etil. Proses fragmentasi n-pentana dapat dinyatakan sebagai berikut:



Gambar 13.7. Fragmentasi Senyawa n-pentana
(Sumber: (Suyatno, 2018))

13.5.3 Penentuan Rumus Molekul dengan Penggunaan Nilai Massa

Rumus molekul senyawa organik dapat ditentukan dengan menggunakan spektroskopi resolusi tinggi atau dari spektrum massa yang dihasilkan menggunakan spektrometer massa konvensional. Namun intensitas puncak ion molekul dalam spektrum harus sangat tinggi 70-100%. Nilai massa ion molekul digunakan untuk menentukan rumus molekul suatu senyawa dengan melihat tabel dengan rumus molekul yang berbeda berdasarkan massa molekul (Suhartati, 2017).

Diketahui suatu gas mengandung elemen-elemen dibawah ini:

1 H = 1.0078

12 C = 12.0000

14 N = 14.0031

16 O = 15.9949

Dengan menggunakan spektrometer massa resolusi tinggi diketahui gas tersebut mempunyai puncak ion molekul pada $m/z = 28.0312$. Setelah dikalkulasikan, ada 3 gas yang memiliki BM kira-kira 28 yaitu N_2 , CO dan C_2H_4 . Dengan menghitung massa akuratnya maka didapat:

$N_2 = 28.0062$

CO = 27.9949

$C_2H_4 = 28.0312$

Maka dapat disimpulkan bahwa gas ini adalah C_2H_4 (Dachriyanus, 2014).

13.6 Analisis dengan Spektrofotometer Inframerah

Spektrofotometri inframerah (IR) merupakan salah satu alat yang dapat digunakan untuk menganalisis senyawa. Spektrum infra merah suatu senyawa dapat memberikan wawasan tentang struktur molekul senyawa tersebut. Spektra inframerah dapat dihasilkan dengan mengukur penyerapan radiasi yang dipantulkan atau dipancarkan di daerah inframerah.

Cahaya tampak terdiri dari banyak frekuensi elektromagnetik yang berbeda dan setiap frekuensi dapat dilihat sebagai warna yang berbeda. Radiasi infra merah juga memiliki rentang frekuensi yang luas tetapi tidak terlihat.

Pada spektrum inframerah pengukuran dilakukan pada daerah pertengahan inframerah yaitu panjang gelombang antara 25 dan 50 μm atau bilangan gelombang antara 4000 dan 200 cm^{-1} . Energi radiasi ini menyebabkan molekul bergetar atau bergetar. Pita serapan inframerah sangat spesifik dan unik untuk setiap jenis ikatan kimia atau gugus fungsi. Metode ini sangat berguna untuk identifikasi senyawa organik dan organologam (Dachriyanus, 2014).

Wilayah inframerah spektrum elektromagnetik mencakup bilangan gelombang dari 14000 cm^{-1} hingga 10 cm^{-1} . Wilayah mid-infrared (4000-400 cm^{-1}) diasosiasikan dengan transisi energi vibrasi molekuler dan memberikan informasi tentang gugus fungsi dalam molekul. Wilayah inframerah jauh (400-10 cm^{-1}) dapat digunakan untuk menganalisis molekul yang mengandung atom berat seperti senyawa anorganik tetapi membutuhkan teknik yang lebih khusus. Wilayah inframerah-dekat (12500-4000 cm^{-1}) peka terhadap getaran harmonik (Yudono, 2017).

Banyak hal yang perlu diperhatikan terkait penggunaan spektroskopi infra merah dalam analisis kualitatif karena setiap molekul pasti akan memberikan spektrum yang berbeda. Hal ini dapat dibantu dengan analisis kelompok fungsional. Karbohidrat adalah senyawa yang mengandung banyak ikatan C-C dan C-O selain ikatan O-H dan jika pati diesterifikasi, terbentuk gugus C=O. Biasanya gugus fungsi ini menyerap secara eksponensial pada frekuensi yang berbeda untuk kemudahan analisis.

13.6.1 Prinsip Dasar Spektrofotometri Inframerah

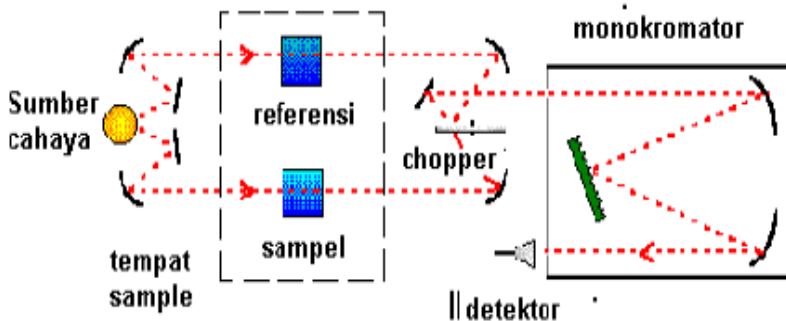
Spektrofotometri infra merah merupakan suatu metode mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0,75 – 1000 μm . Sumber cahaya yang paling umum digunakan adalah lampu pijar nornest atau glowbar. Spektrofotometer inframerah menggunakan monokromator yang beroperasi pada panjang gelombang tertentu.

Radiasi elektromagnetik pertama kali dikemukakan oleh James Clerk Maxwell yang menyatakan bahwa cahaya secara fisik merupakan gelombang elektromagnetik yaitu terdiri dari vektor listrik dan vektor magnetik yang keduanya tegak lurus terhadap arah rambat. Dalam hal ini interaksi antara cahaya infra merah dan molekul hanya menimbulkan getaran sehingga mereka pergi ke luar angkasa. Hooke menjelaskan dasar optik spektroskopi inframerah berdasarkan senyawa diatomik atau diatom (Suarsa, 2015).

Jika frekuensi tertentu dari radiasi infra merah melewati sampel senyawa organik, frekuensi dihasilkan oleh senyawa tersebut. Detektor yang terletak di sisi lain campuran mendeteksi frekuensi nyasar dalam sampel yang tidak diserap oleh campuran. Jumlah frekuensi yang melewati campuran (tidak diserap) diukur sebagai persentase transmisi.

Transmisi sebesar 100 persen berarti tidak ada frekuensi IR yang diserap oleh senyawa. Sebenarnya ini tidak pernah terjadi. Frekuensi ini selalu sedikit terserap

memberikan transmisi 95 %.5 % yang berarti hampir semua frekuensi yang ditransmisikan diserap oleh senyawa. Satelit yang sangat tinggi ini akan memberikan informasi penting tentang ikatan dalam senyawa ini. Adapaun skema alat spektrofotometer inframerah dapat dilihat pada gambar 13.8 sebagai berikut: (Dachriyanus, 2014).



Gambar 13.8. Skema Alat Spektrofotometer Inframerah
(Sumber: (Dachriyanus, 2014))

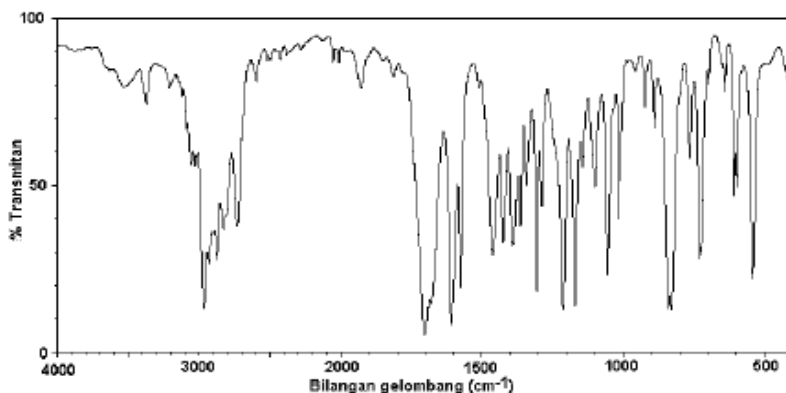
13.6.2 Analisis Secara Kuantitatif

Cahaya inframerah ditransmisikan melalui sampel organik komposit dan beberapa frekuensi diserap sementara yang lain ditransmisikan atau ditransmisikan tanpa penyerapan. Jika akan menavigasi antara persen penyerapan atau persen transmisi dan frekuensi spektrum inframerah akan dibuat.

Dengan menggunakan daerah bilangan gelombang dari 650 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} (154 sampai $25\text{ }\mu\text{m}$) pada spektrum inframerah daerah dengan frekuensi kurang dari 650 cm^{-1} disebut inframerah jauh. Wilayah frekuensi lebih tinggi dari 4000 cm^{-1} atau lebih disebut inframerah dekat. Masing-masing daerah ini lebih dekat ke spektrum yang terlihat. Sinar inframerah-jauh memiliki daya serap tertentu yang berguna untuk kimia organik dan daya serap ini terkait dengan perubahan rotasi molekul. Near-infrared

menunjukkan penyerapan nada harmonik getaran mendasar yang sebagian besar hadir di wilayah normal (Suarsa, 2015).

Spektrum yang dihasilkan berupa grafik yang menunjukkan persentase transmittan yang bervariasi pada setiap frekuensi radiasi inframerah, dapat dilihat pada gambar 13.9. Satuan frekuensi yang digunakan pada garis horizontal (aksis) dinyatakan dalam bilangan gelombang, yang didefinisikan sebagai banyaknya gelombang dalam tiap satuan panjang.



Gambar 13.9. Spektrum Inframerah
(Sumber: (Dachriyanus, 2014))

Metode spektrofotometri inframerah untuk penggunaan analisa kuantitatif berhubungan dengan hukum lambert-beer yang dinyatakan sebagai berikut:

$$A = a.b.c = \log (I_0/I)$$

Keterangan:

A= Absorban, a = daya serap, b = ketebalan, c = konsentrasi, I_0/I = Perbandingan intensitas radiasi yang datang dengan sinar yang diteruskan (Khopkar, 2007).

Spektrofotometri inframerah dapat digunakan untuk menganalisis hidrokarbon aromatik seperti C_8C_{10} (termasuk

bentuk orto-meta-para dari xilena dan etilbenzena) menggunakan sikloheksana sebagai pelarut. Sebuah puncak sekitar 12-15 μm panjang gelombang diperoleh. Koefisien kepunahan molar 13,47 dihitung untuk semua senyawa, 13,01; 12,58; dan 14,36 μ yang merupakan luas puncak dan tuliskan empat persamaan secara bersamaan untuk menghitung konsentrasi masing-masing komponen.

Aplikasi Spektrofotometri inframerah yang paling umum dalam analisis kuantitatif adalah analisis kandungan udara. Misalnya ketika udara mengandung polutan seperti CO, metil etil keton, metanol, etilen oksida, dan uap CHCl_3 . Sampel udara yang mengandung polutan udara dianalisis dengan perangkat IR. Kontaminan lain seperti CS_2 , HCN, SO_2 , Nitrobenzene, Vinyl Chloride, Diborane, Chlorophane, Methylmercaptan, Pyridine dapat dianalisis secara kuantitatif dengan spektrofotometer inframerah (Rohman, 2007).

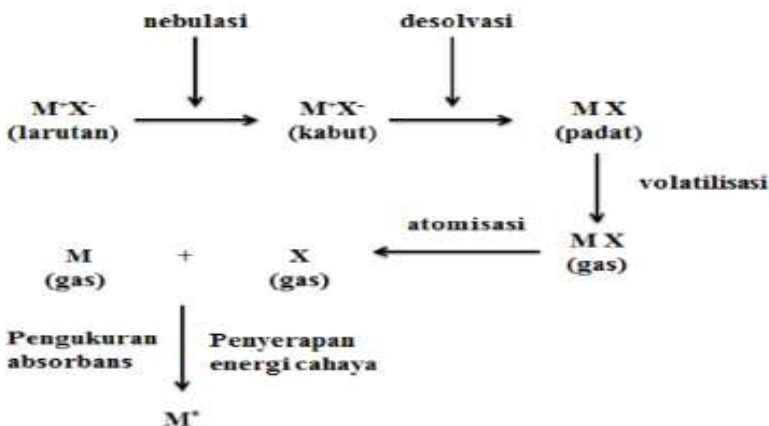
13.7 Analisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri serapan atom (AAS) dalam kimia analitik dapat didefinisikan sebagai teknik untuk menentukan konsentrasi unsur logam tertentu dalam suatu sampel. Teknik pengukuran ini dapat digunakan untuk menganalisis konsentrasi lebih dari 62 elemen logam. Teknik spektrometri serapan atom (AAS) dikembangkan pada tahun 1950-an oleh tim ahli kimia Australia yang dipimpin oleh Alan Walsh dengan bidang kimia fisik CSIRO (*Commonwealth Science and Industry Research Organisation*) di Melbourne Australia. Sampel unsur dapat terdeteksi dengan limit dan sensitivitas hingga $<1 \text{ mg/L}$ (1ppm) saat menggunakan lampu fluoresen normal dan berpotensi hingga 0.1 ppm menggunakan prosedur SSA yang lebih canggih (Yudono, 2017).

Untuk analisis kuantitatif logam dalam sampel, metode ini bergantung pada nyala api untuk mengubah logam dalam larutan

sampel menjadi atom logam berbentuk gas. Spektrum ini digunakan untuk mengidentifikasi logam dan unsur logam berdasarkan penyerapan panjang gelombang cahaya tertentu oleh atom logam bebas. Metode spektrofotometri serapan atom (SSA) sangat sensitif, murah, cepat, sederhana, dan membutuhkan ukuran sampel yang kecil. Selain itu, metode SSA digunakan untuk analisis kualitatif elemen jejak logam (ultraraces). Metode analitik ini memberikan kandungan total unsur logam dalam sampel yang tidak bergantung pada bentuk molekul logam dalam sampel. Ini sangat ideal untuk analisis logam dengan batas deteksi di bawah 1 ppm karena sensitivitasnya yang tinggi. Spektroskopi Serapan Atom bekerja berdasarkan penyerapan energi cahaya oleh molekul netral dalam keadaan gas (Rohman, 2007).

Teknik analisis SSA didasarkan pada pemecahan molekul menjadi atom (atomisasi) menggunakan energi api atau arus listrik. Atom berubah ketika mereka menyerap energi. Sebagian besar atom akan berada dalam keadaan dasar dan sejumlah kecil atom tereksitasi (bergantung pada suhu) akan memancarkan cahaya pada karakteristik panjang gelombang atom tersebut ketika mereka kembali ke keadaan dasar. Detektor akan mendeteksi energi radiasi. Skema kerja keseluruhan dari metode ini adalah sebagai berikut: (Harmita, 2006).



Gambar 13.10. Skema Atomisasi Spektrofotometer Serapan Atom
(Sumber: (Basset, *et al.*, 1994))

13.7.1 Prinsip Dasar Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Prinsip dasar spektrofotometri serapan atom adalah interaksi antara radiasi elektromagnetik dan sampel. Spektrofotometri emisi atom adalah metode yang sangat akurat untuk menganalisis zat pada konsentrasi rendah. Teknik ini banyak digunakan dalam analisis unsur. Teknik ini didasarkan pada emisi dan penyerapan uap atom. Faktor penting dalam spektroskopi serapan atom adalah sistem (instrumen) untuk menghasilkan uap atom dalam sampel (Khopkar, 2007).

Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) didasarkan pada cahaya yang dipancarkan oleh atom. Atom menyerap panjang gelombang cahaya tertentu tergantung pada sifat-sifat unsur tersebut. Ketika larutan yang mengandung garam logam ditiupkan ke dalam api (karena asetilena terbakar di udara), uap yang mengandung atom logam terbentuk. Beberapa atom logam dalam gas ini tereksitasi dari tingkat energi yang lebih rendah ke yang lebih tinggi yang memungkinkan mereka memancarkan karakteristik radiasi logam. Energi gelombang cahaya diserap oleh

atom-atom dalam keadaan dasar dan resonansinya unik untuk setiap atom dan biasanya merupakan radiasi yang dipancarkan oleh atom-atom ketika tereksitasi dalam keadaan dasar. Oleh karena itu ketika cahaya melewati nyala api yang mengandung atom dengan gelombang resonansi, cahaya diserap sebanding dengan jumlah atom keadaan dasar yang ada dalam nyala yaitu hukum Lambert-Beer (Basset, *et al.*, 1994).

Hukum serapan cahaya (Lambert-Beer) digunakan untuk spektrofotometer serapan sinar UV dan merah dan juga untuk spektrometer serapan atom (AAS). Hukum Lambert-Beer berbunyi: Jika sumber cahaya monokromatik melewati media transparan, intensitas cahaya yang ditransmisikan berkurang dengan meningkatnya ketebalan media penyerap. Pada saat yang sama hukum Beers menyatakan: intensitas cahaya yang ditransmisikan berkurang secara eksponensial dengan meningkatnya konsentrasi bahan penyerap cahaya (Khopkar, 2007).

Metode kerja spektrofotometer serapan atom didasarkan pada penguapan larutan sampel dan konversi logam yang ada di dalamnya menjadi atom bebas. Penyerapan radiasi nuklir dari sumber cahaya yang dipancarkan oleh lampu katoda analitis (lampu katoda berongga). Penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu tergantung pada jenis logamnya. Jika radiasi elektromagnetik diterapkan pada atom, elektron akan tereksitasi dari tingkat energi dasar ke tingkat energi tereksitasi. Jadi setiap panjang gelombang memiliki energi tertentu yang tereksitasi pada tingkat yang lebih tinggi.

Radiasi yang digunakan dalam SSA berasal dari sumber radiasi yang sesuai (lampu katoda terendam) yang diarahkan ke nyala api pembakaran yang mengandung sampel mikrokalsifikasi. Beberapa radiasi diserap oleh molekul sementara beberapa ditransmisikan ke detektor oleh monokromator. Helikopter digunakan untuk membedakan antara radiasi dari sumber

radioaktif dan radiasi dari api. Detektor mengukur sinyal dari sumber radiasi dan sampel. Intensitas pancaran total yang diserap sebanding dengan konsentrasi atom bebas dalam nyala dan dengan demikian mematuhi hukum Beer-Lambert (Suarsa, 2015).

I_0

$A = \dots = a.b.C$

I_t

Keterangan:

I_0 = intensitas sumber sinar

I_t = intensitas sinar yang diteruskan

ϵ = absorbtivitas molar (mol/liter)

b = tebal nyala (nm)

c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar (ppm)

A = absorbansi

Dari persamaan di atas dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day & Underwood, 2002).

13.7.2 Analisis Secara Kuantitatif dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom

Analisis kuantitatif menggunakan SSA membutuhkan pemrosesan sampel sebagai solusi. Penanganan sampel berbeda-beda sesuai dengan jenis dan tipe sampel. Persyaratan pembuatan larutan sampel adalah: (1) Segera larutkan dengan pelarut yang sesuai. (2) Sampel dilarutkan dalam asam. (3) Larutkan sampel dalam basa atau larutkan basa terlebih dahulu dan kemudian larutkan produk terlarut dalam pelarut yang sesuai. Pelarut apa pun yang dipilih untuk analisis dengan AAS, larutan yang dihasilkan harus jelas, stabil, dan bebas dari zat pengganggu.

Metode kurvas tandar dimulai dengan menyiapkan larutan standar berbagai konsentrasi dan absorbansi yang diukur dengan spektrometri serapan atom (AAS). Hasil grafik I vs absorbansi (A). Ini adalah garis lurus dengan titik nol. kemiringan = b . Konsentrasi

larutan sampel diukur dan kurva kalibrasi interpolasi atau kurva kalibrasi disesuaikan dengan persamaan regresi linier (Rohman, 2007).

Metode kurva konstan dilakukan dengan cara mengingat kurva sebelumnya agar sampel berikutnya waktu yang digunakan lebih efektif dan efisien. Meskipun metode penambahan standar lebih sensitif daripada kurva standar dalam kinerja analitik, metode penambahan standar dapat menggantikan metode penambahan standar untuk analisis timbal (Pb) dalam sampel tetapi metode penambahan standar membutuhkan pemrosesan tambahan. Karena pada saat menganalisis sampel, harus membuat kurva terlebih dahulu. Keuntungan dari metode kurva standar adalah zat pengoksidasi harus sesuai dan kondisi sampel yang dianalisis. Kurva standar ini dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk menganalisis sampel yang banyak dalam waktu yang relatif singkat (Rohman, 2007).

13.8 Contoh Soal Analisis dengan Metode Spektrofotometri

1. Sampel yang berisi Guanosine mempunyai absorban maksimum pada panjang gelombang 275 nm. $\epsilon_{275}=8400\text{M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ dan panjang jalur 1 cm. Menggunakan spektrofotometer diukur sampel guanosine tersebut pada panjang gelombang 275 nm didapatkan nilai 0,70 ($A_{275}=0,70$). Berapa konsentrasi dari sampel Guanosine?

Penyelesaian:

Untuk menghitung soal diatas maka gunakan rumus Lambert-Beer.

$$A=\epsilon.l.c$$

$$0,70 = (8400 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}) \times (1 \text{ cm}) \times c$$

$$c = 0,7 / [(8400 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1})(1 \text{ cm})]$$

$$c = 8,33 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$$

Maka konsentrasi sampel Guanosine (c) adalah $8,33 \times 10^{-5}$ mol/L (Dachriyanus, 2014).

2. Suatu senyawa mempunyai serapan maksimum pada 235 nm dengan 20% cahaya yang dapat dilewatkan atau ditransmisikan oleh senyawa ini. Diketahui bahwa senyawa ini mempunyai konsentrasi 2.0×10^{-4} molar dengan ketebalan sel 1 cm. Berapa koefisien ekstingsi molar senyawa ini pada λ 235?

Penyelesaian:

Diketahui: $T = 20\% = 0.2$ $A = -\log T = -\log 0.20 = 0.7$

$b = 1$

$c = 2.0 \times 10^{-4}$ molar

$A = -\log T = \epsilon \cdot b \cdot c$

$0.7 = \epsilon \cdot 1 \cdot 2.0 \times 10^{-4}$

$\epsilon = 0.7 / (2.0 \times 10^{-4})$

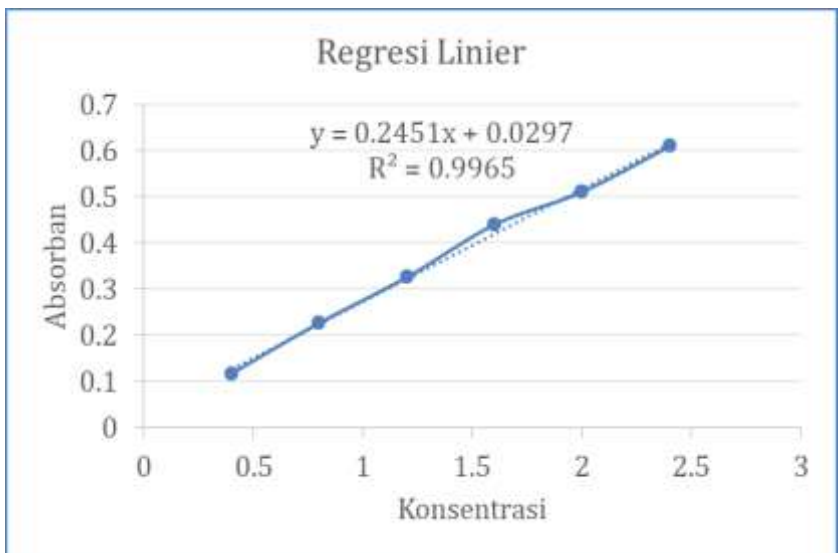
$\epsilon = 3.5 \times 10^3$ (Dachriyanus, 2014).

3. Serangkaian larutan sampel dengan konsentrasi yang diketahui biasanya disiapkan di laboratorium untuk praktikum kimia. Pengukuran absorbansi masing-masing larutan sampel pada konsentrasi tertentu dengan menggunakan spektrofotometer. Nilai konsentrasi dan absorbansi diambil dan kemudian dilakukan regresi linier untuk mendapatkan persamaan yang menghubungkan absorbansi dengan konsentrasi. Serangkaian larutan standar disiapkan dari zat yang akan dianalisis pada konsentrasi yang berbeda. Setelah mengukur absorbansi masing-masing individu pada konsentrasi yang berbeda, lalu dibuat kurva yang menunjukkan hubungan antara absorbansi. Misalnya seperti ini:

Tabel 13.1. Hasil Pengukuran Sampel pada alat Spektrofotometer

No.	Konsentrasi (X)	Absorban (Y)
1	0,4	0,118
2	0,8	0,228
3	1,2	0,327
4	1,6	0,441
5	2,0	0,512
6	2,4	0,611

Regresi linear dibuat antara konsentrasi vs absorban diatas dengan aplikasi MS. Excell, dengan grafik pada gambar 13.11 berikut:



Gambar 13.11. Grafik Regresi Linier

Dengan demikian, maka diperoleh persamaan sebagai berikut $y = 0.2451x + 0.0297$, dengan $R^2 = 0.9965$ (Mubarok, 2021).

4. Nilai ϵ_{maks} anilin pada λ_{maks} 280 nm adalah 1430. Suatu larutan anilin di dalam air memberikan transmittan 30% dengan ketebalan sel 1 cm. Berapa milligram anilin yang dibutuhkan untuk menyiapkan 100 ml larutan ini?

Penyelesaian:

Diket: $T = 30\% = 0.3$ $A = -\log T = -\log 0.3 = 0.52$

$$b = 1$$

$$\epsilon = 1430$$

$$\text{BM aniline} = 93$$

$$A = -\log T = \epsilon \cdot b \cdot c$$

$$0.52 = 1430 \cdot 1 \cdot c$$

$$c = 0.52 / 1430$$

$$c = 3.6 \times 10^{-4} \text{ mol/liter}$$

Jumlah anilin yang dibutuhkan untuk 1 liter pelarut adalah $3.6 \times 10^{-4} \times 93 = 0.034$ gram, sehingga untuk 100 ml dibutuhkan $0.1 \times 0.034 \text{ gram} = 0.0034 \text{ gram} = 3.4 \text{ mg}$ (Dachriyanus, 2014).

DAFTAR PUSTAKA

- Basset, J., C., D., G.H., J. & J., M., 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. 6 ed. Jakarta: EGC.
- Dachriyanus, 2014. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang: Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi (LPTIK), Universitas Andalas.
- Day, R. & Underwood, A., 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Harmita, 2006. *Buku Ajar Analisis Fisikokimia*. Depok: Departemen Farmasi, FMIPA Universitas Indonesia.
- Khopkar, S., 2007. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Mubarak, F., 2021. *Spektrofotometer, Prinsip dan Cara Kerja*. Jakarta: Farmasi Industri.
- Rohman, A., 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Rohman, A. & Gandjar, I. G., 2018. *Spektroskopi Molekuler untuk Analisis Farmasi*. Yogyakarta: UGM Press.
- Sastrohamidjojo, H., 2013. *Dasar-Dasar Spektroskopi*. Yogyakarta: UGM Press.
- Sastromidjojo, H., 2001. *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- Suarsa, W., 2015. *Spektroskopi*. Bali: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Udayana.
- Suhartati, T., 2017. *Dasar-Dasar Spektrofotometri UV-VIS dan Spektrometri Massa untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Lampung: AURA, Anugerah Utama Raharja.
- Suyatno, 2018. *Spektroskopi Massa*. Surabaya: Jurusan Kimia, Universitas Negeri Surabaya.
- Yudono, B., 2017. *Spektrometri*. Palembang: SIMETRI.

BIODATA PENULIS



apt. Muh Taufiqurrahman, M.Farm

Dosen di Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan (STIKES) Dirgahayu, Kota Samarinda

apt. Muh Taufiqurrahman, M.Farm adalah putra ke dua dari tiga bersaudara dari pasangan Ibrahim, BA dan Asiah S.Pd. Lahir 22 Agustus 1993 di Bima, Provinsi Nusa Tenggara Barat, Indonesia. Penggiat literasi ini telah menamatkan pendidikan SDN 55 Kota Bima, MTS Negeri 1 Kota Bima, dan SMA Negeri 4 Kota Bima. Ia saat ini tinggal di Kota Samarinda, Provinsi Kalimantan Timur bersama istri. Setelah lulus Program Magister Farmasi Universitas Pancasila, terhitung Agustus 2022, ia diamanahkan menjadi Dosen di Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan (STIKES) Dirgahayu, Kota Samarinda.

BIODATA PENULIS



Fathur Rahman Ma'rifatullah. S.Si, M.Si.

Pranata Laboratorium Pendidikan Jurusan Gizi
Poltekkes Kemenkes Mamuju

Penulis lahir di Makassar, tanggal 04 September 1987. Penulis adalah PLP Jurusan Gizi, Poltekkes Kemenkes Mamuju. Menyelesaikan pendidikan S1 pada Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Makassar lulus tahun 2010 dan melanjutkan S2 pada Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin lulus tahun 2014.

Penulis bergabung di Poltekkes Kemenkes Mamuju sejak tahun 2015. Saat ini juga aktif mengajar sebagai dosen luar biasa pada STIKES Andini Persada Mamuju pada Jurusan Farmasi. Mata kuliah yang diampu penulis adalah kimia dasar, kimia organik, dan biokimia. Buku ini diharapkan dapat memberi manfaat kepada mahasiswa dan pendidik.

BIODATA PENULIS



Ariani H. Hutuba, S.Farm., M.Farm

Dosen Program Studi Farmasi

Fakultas Olahraga dan Kesehatan Universitas Negeri Gorontalo

Penulis lahir di Gorontalo tanggal 7 November 1994. Penulis adalah dosen tetap pada Program Studi Farmasi Fakultas Olahraga dan Kesehatan Universitas Negeri Gorontalo. Menempuh jenjang Pendidikan Sarjana pada jurusan farmasi dan melanjutkan Magister Drug Development di Universitas Airlangga. Sebagai Pengajar, penulis mempunyai pengalaman dalam mata kuliah kimia analisis obat, biologi molecular, kimia medisinal, dan sintesis senyawa obat.

BIODATA PENULIS

Anisa Tri Hutami, ST

Dosen Poltekkes Kemenkes Sorong

Anisa Tri Hutami, ST lahir di Sorong pada tanggal 26 Oktober 2022, merupakan seorang lulusan Sarjana Teknik Kimia dari Universitas Diponegoro, Semarang pada tahun 2017. Anisa saat ini bekerja sebagai Pegawai Negeri Sipil (PNS) di Poltekkes Kemenkes Sorong sebagai Pranata Laboratorium Pendidikan (PLP) yang bertugas pada Laboratorium Kimia Terpadu. Salah satu karya penelitiannya yang ditulis bersama Prof. Dr. rer.nat Heru Susanto, ST, MM, MT, Yulianto Triyono Hadi, ST dan Yunita Fahni, ST adalah sebuah artikel berjudul *“Effects of Fly Ash Loading on the Characteristics of PVC-based Cation Exchange Membranes for Reverse Electrodialysis”* yang diterbitkan pada International Journal of Technology (IJTech) pada tahun 2020.

BIODATA PENULIS



Nuramaniyah Taufiq, S.Si., M.Si.

Dosen Program Studi DIII Teknologi Laboratorium Medis
Fakultas Teknologi Kesehatan Universitas Megarezky

Penulis lahir di Menge tanggal 4 Maret 1989. Penulis adalah dosen tetap pada Program Studi DIII Teknologi Laboratorium Medis Fakultas Teknologi Kesehatan, Universitas Megarezky. Menyelesaikan pendidikan S1 pada Jurusan Kimia di Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar pada tahun 2011 dan melanjutkan pendidikan S2 pada Jurusan Kimia di Universitas Hasanuddin pada tahun 2015.

BIODATA PENULIS



Nur Qadri Rasyid, S.Si, M.Si.

Dosen Program Studi Teknologi Laboratorium Medis
Politeknik Kesehatan Muhammadiyah Makassar

Nur Qadri Rasyid, S.Si, M.Si lahir di Sungguminasa pada tanggal 28 Februari 1988. Penulis menyelesaikan pendidikan sarjana pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Makassar tahun 2011. Penulis menyelesaikan pendidikan magister pada Program Studi Kimia, Sekolah Pascasarjana Institut Pertanian Bogor tahun 2013 melalui program Beasiswa Unggulan (BU). Penulis bekerja sebagai tenaga pengajar di Program Studi Teknologi Laboratorium Medis, Politeknik Kesehatan Muhammadiyah Makassar 2015-sekarang. Penulis aktif mempublikasi artikel ilmiah di jurnal nasional terakreditasi seperti: *Marina Chimica Acta 18 (1)* dengan judul *Analysis of iodine content in seaweed and estimation of iodine intake. Indonesia Chimica Acta 10(1)* dengan judul *The Determination Of Paraben Preservatives In Body Scrub dan Indonesia Chimica Acta Study of Electrolyte Levels in Diabetic Patients*. Jurnal Media Analis Kesehatan 12(2) : 86-93 dengan judul *Metode Sederhana Untuk Mendeteksi Keracunan Alkohol Dalam Saliva*.

BIODATA PENULIS



Nur Yusaerah, S.Si., M.Si.

Dosen Program Studi Tadris IPA IAIN Parepare

Penulis merupakan Putri Bungsu dari Bapak Muhammadong dan Ibu Raedana yang lahir di Watampone – Sulawesi Selatan pada tanggal 22 Oktober 1995. Penulis adalah Dosen Tetap pada Program Studi Tadris IPA Fakultas Tarbiyah, Institut Agama Islam Negeri Parepare. Penulis menyelesaikan Pendidikan S1 di Program Studi Kimia, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Makassar. Kemudian melanjutkan Pendidikan S2 di Departemen Kimia, Konsentrasi Kimia Analitik di Universitas Airlangga. Hingga saat ini, penulis menekuni bidang Kimia Analitik.

BIODATA PENULIS



Gregorio Antonny Bani, S.Si., M.Si.

Dosen Program Studi Agroteknologi

Fakultas Sains dan Pertanian Universitas Aryasatya Deo Muri

Penulis lahir di Kupang tanggal 14 Juni 1987. Penulis adalah dosen tetap pada Program Studi Agroteknologi Fakultas Sains dan Pertanian, Universitas Aryasatya Deo Muri. Menyelesaikan pendidikan S1 pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Katolik Widya Mandira Kupang dan melanjutkan S2 pada Jurusan Ilmu Lingkungan Universitas Nusa Cendana. Penulis menekuni menulis di bidang Kimia dan Ilmu Lingkungan.

BIODATA PENULIS



Muhammad Al Mustawa, S.Si., M.Si.

Dosen Program Studi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Hasanuddin

Penulis lahir di Sinjai tanggal 30 Juni 1997. Pada tahun 2014 penulis menyelesaikan pendidikan S1 pada Jurusan Kimia Universitas Hasanuddin dan kemudian berhasil menyelesaikan S2 pada Program Studi Ilmu Kimia Universitas Indonesia di tahun 2022. Penulis mengawali kariernya sebagai dosen Kimia pada tahun 2023 di Program Studi Kimia Universitas Hasanuddin.

BIODATA PENULIS



Rahmayanti, S.Si., M.Si.

Dosen Program Studi Teknik Kimia Mineral
Politeknik Industri Logam Morowali

Penulis lahir di Maros tanggal 21 Desember 1988. Salah satu alumni Kelas Unggulan yang diselenggarakan oleh Pemerintah Daerah Luwu Utara. Menyelesaikan pendidikan S1 pada Program Studi Kimia Universitas Negeri Makassar. Penulis pernah menjadi salah satu pengajar Kimia Bimbingan Belajar Ganesha Operation Cabang Makassar. Penulis melanjutkan S2 pada Program Studi Kimia Universitas Hasanuddin. Tahun 2018 menjadi Pegawai Negeri Sipil (PNS) di Politeknik Industri Logam Morowali sampai sekarang.

BIODATA PENULIS



Bulkis Musa, S.Si., M.Si.

Dosen Program Studi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Hasanuddin

Penulis lahir di Sampeang (Luwu) pada tanggal 5 September 1990. Penulis adalah dosen tetap pada Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin. Penulis menyelesaikan pendidikan S1 Prodi Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin pada tahun 2013 dan menyelesaikan pendidikan S2 pada tahun 2016 di Prodi Magister Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin pada bidang konsentrasi kimia.

BIODATA PENULIS

Muawanah, ST., M.Si

Dosen Program Studi DIII Teknologi Laboratorium Medis
Politeknik Kesehatan Muhammadiyah Makasar

Penulis lahir di Pekkae tanggal 15 Juni 1979. Penulis adalah dosen tetap pada Program Studi DIII Teknologi Laboratorium Medis Politeknik Kesehatan Muhammadiyah Makassar. Menyelesaikan pendidikan S1 Teknik Kimia Universitas Muslim Indonesia dan melanjutkan S2 pada Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin. Penulis menekuni bidang ilmu Kimia Analitik, Toksikologi Klinik, dan Biokimia.

BIODATA PENULIS



Dr. Rahmawati, S. Si, M. Kes.

Dosen Tetap Program Studi D3 Teknologi Laboratorium Medis (TLM) Politeknik Kesehatan Muhammadiyah Makassar

Penulis lahir di Desa Kasiwiang Kecamatan Suli Kabupaten Luwu pada tanggal 12 April 1980, merupakan anak kedua dari dua bersaudara dari pasangan Abd. Muis dan Rapidah Hasan. Penulis adalah dosen tetap yayasan pada Program Studi D3 Teknologi Laboratorium Medis (TLM) Politeknik Kesehatan Muhammadiyah Makassar. Menyelesaikan pendidikan sekolah dasar di SD Negeri 20 Cimpu Kecamatan Suli Kabupaten Luwu pada tahun 1992. Pada tahun 1995 telah menyelesaikan pendidikan sekolah menengah pertama pada SMP Negeri 2 Kabupaten Takalar. Kemudian pada tahun 1998 menyelesaikan pendidikan sekolah menengah atas pada Sekolah Menengah Farmasi (SMF) Depkes Ujungpandang, Makassar.

Penulis menyelesaikan pendidikan S1 pada Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin pada tahun 2003. Pada tahun 2004 melanjutkan S2 pada Jurusan Kesehatan Lingkungan Fakultas Kesehatan Masyarakat (FKM) Universitas Hasanuddin dan berhasil menyelesaikan studi pada tahun 2006. Kemudian pada tahun 2013 melanjutkan S3 pada jurusan Ilmu Kimia Fakultas

MIPA Universitas Hasanuddin dan berhasil meraih gelar Doktor pada tahun 2018. Penulis menekuni bidang ilmu kimia analitik dan biokimia serta toksikologi klinik.