

PENUNTUN PRAKTIKUM

KIMIA ANORGANIK II



Tim Penyusun :

Dr. rer.nat. H. Ahmad Zaeni, M.Si
Darwin Ismail, S.Si., M.Si
Dr. Fahmiati, S.Si., M.Si., M.Sc
Dr. Thamrin Azis, M.Si

PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MIPA UNIVERSITAS HALU OLEO
KENDARI
2020

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas berkenaan-Nya sehingga penyusunan dan penulisan Penuntun Praktikum Kimia Anorganik II ini dapat terselesaikan dengan baik dan tepat waktu. Salam dan doa tak lupa pula penulis haturkan kepada suri tauladan kita, Nabi Muhammad SAW.

Selama melakukan penyusunan dan penulisan penuntun ini, penulis banyak menghadapi tantangan dan hambatan. Kesemuanya itu dapat teratasi berkat bantuan segala pihak dan terutama adalah ridho Allah SWT. Untuk itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan terima kasih yang tulus kepada semua pihak yang telah turut memberikan andil dan membantu penulis hingga selesainya penyusunan Penuntun Praktikum ini.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penuntun ini masih banyak menampilkan kekurangan. Untuk itu penulis sangat mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak bagi perbaikan makalah ini dan menjadi masukan yang sangat berguna pada kesempatan berikutnya.

Dan akhirnya, semoga penuntun ini bermanfaat bagi semua pihak dan dapat memberi sumbangsi dalam perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi, serta kemaslahatan umat dan alam.

Kendari,

Tim Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL

KATA PENGANTAR

DAFTAR ISI

PERCOBAAN I	Kekuatan Medan Ligan	1
PERCOBAAN II	Kekuatan Asam dalam Medium Air	5
PERCOBAAN III	Pembuatan Garam Kompleks Tetra Amin Tembaga (II) Sulfat Monohidrat $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan Garam Rangkap Amonium Tembaga (II) Sulfat Heksahidrat $\text{Cu}(\text{SO}_4)_2(\text{NH}_3)_6 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	9
PERCOBAAN IV	Penetapan Rumus Molekul Senyawa Kompleks	13
PERCOBAAN V	Pembuatan Kalium Trioksalato Aluminat $\text{K}_3\text{Al}(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	16
PERCOBAAN VI	Pembuatan Kalium Merkuri Iodida $\text{K}_2\text{HgI}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	19
PERCOBAAN VII	Reaksi Kation Logam dengan Oksin	21
PERCOBAAN VIII	Pembuatan Kalium Tetraperoksokromat (V)	25
PERCOBAAN IX	Pembuatan Tawas Dari Kaleng Aluminium Bekas	27
PERCOBAAN X	Sintesis Kloropentaamin Kobalt Klorida	30

PERCOBAAN I

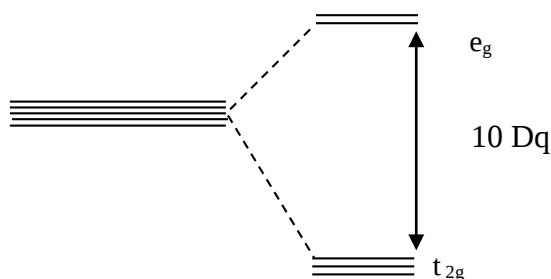
KEKUATAN MEDAN LIGAN

A. Tujuan Percobaan

Percobaan ini bertujuan untuk mempelajari perbedaan kekuatan medan antara ligan amonia dan air.

B. Pendahuluan

Teori medan kristal tentang kompleks mengusulkan bahwa interaksi yang terjadi antara ion logam (ion pusat) dengan ligan dalam pembentukan kompleks merupakan interaksi elektrostatik (ionik). Misalkan ada enam ligan yang berasal dari arah titik oktahedral berinteraksi dengan ion pusat maka lima orbital d ion pusat akan mengalami interaksi yang berbeda. Tentu saja orbital yang berhadapan langsung dengan ligan akan terpengaruh medan ligan yang lebih besar daripada orbital lain. Akibatnya orbital pertama akan meningkat tingkat energinya, atau dengan kata lain lima orbital d akan terbelah menjadi dua tingkat energi. Dua orbital dengan tingkat energi lebih tinggi dikenal dengan orbital e_g dan tiga orbital lainnya disebut t_{2g} .

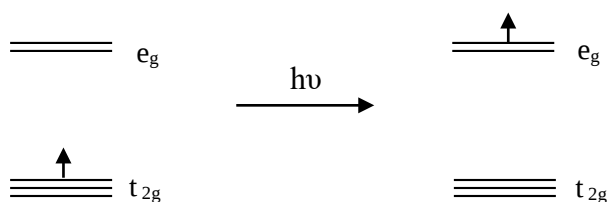


Gambar 1. Pembelahan orbital d akibat pengaruh medan ligan pada kompleks oktahedral

Perbedaan tingkat energi itu dapat besar atau kecil bergantung beberapa faktor, tetapi semua itu didefinisikan sebagai $10Dq$. Adanya perbedaan tingkat ini

dapat dipahami bahwa teori medan kristal dapat menerangkan perbedaan warna kompleks.

Berikut ini bagaimana terori medan kristal menerangkan kompleks $[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3-}$. Satu elektron dalam orbital d ion Ti^{3+} akan menempati tingkat energi yang lebih rendah (t_{2g}). Apabila kompleks menerima sejumlah energi (energi cahaya) yang energinya sama dengan $10 Dq$ maka energi tersebut akan diserap untuk mengeksitasi elektron ke tingkat energi yang lebih tinggi (e_g).



Gambar 2. Eksitasi elektron dalam kompleks $[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3-}$

Karena menyerap energi sebesar $h\nu$, energi yang diserap adalah :

$$E = h\nu$$

Dengan: h = tetapan planck, ν = frekuensi.

Hampir semua kompleks besarnya harga $10 Dq$ sama dengan energi yang frekuensinya terletak pada spektra daerah tampak. Karena ada kaitan antara warna dengan frekuensi maka warna suatu kompleks tergantung pada frekuensi yang diserap. Warna kompleks adalah komplemen warna cahaya yang diserap. Kompleks $[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ sebagai contoh, mempunyai warna violet, berarti kompleks itu menyerap warna komplemennya, yaitu hijau kekuningan. Secara umum kombinasi warna cahaya dan komplemennya adalah biru kuning, merah hijau kebiruan, dan hijau ungu.

Pengamatan terhadap serapan kompleks dapat digunakan sebagai alat untuk menentukan harga $10 Dq$. Gambar 2 menunjukkan bahwa serapan maksimum terletak pada frekuensi 20.300 cm^{-1} . besarnya energi $10 Dq$ adalah :

$$20.300 \text{ cm}^{-1} \times \frac{1 \text{ kkal/mol}}{349,75 \text{ cm}^{-1}} = 58,04 \text{ kkal/mol}$$

Selain itu besarnya juga dipengaruhi oleh jenis logam dan bilangan oksidasinya. Meskipun dapat dibuat suatu ketentuan umum mengenai urutan kekuatan ligan tetapi sering ditemui perkecualian. Sebagai contoh ion Cl^- dengan logam kobalt (III) nampak menghasilkan splitting medan kristal lebih besar daripada ion F. Walaupun demikian dengan menggunakan deret itu sifat-sifat kimia beberapa kompleks dapat diramalkan.

C. Alat dan Bahan

a. Alat-alat yang diperlukan

- Labu ukur 10 ml
- Pipet gondok 2 ml, dan 10 ml
- Beaker glass 100 ml dan 250 ml
- Alat-alat gelas lain
- Spektrofotometer spectronic 20

b. Bahan-bahan yang dibutuhkan

- Larutan amonia 1 M

Dibuat dengan melarutkan 18,7 mL larutan NH_3 25 %, massa jenis 0,91 kg/L dalam air sedemikian sehingga volume menjadi 250 mL

- Larutan ion Cu^{2+}

Dibuat dengan cara melarutkan 6,242 gram $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ dalam air sedemikian sehingga volume menjadi 250 mL.

D. Prosedur Kerja

1. Siapkan 4 buah labu ukur 10 mL untuk membuat larutan ion Cu^{2+} 0,02 M dalam pelarut air, 50 : 50 campuran air dan larutan amonia 1 M dan 75 : 25 campuran air dan larutan amonia
2. Larutan ion Cu^{2+} 0,02 M dalam larutan air dibuat dengan memindahkan 2,0 mL larutan Cu^{2+} 0,1 M ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan air hingga tanda.

3. Larutan ion Cu^{2+} 0,02 M dalam 50 : 50 campuran air dan amonia dibuat dengan memindahkan 2,0 mL larutan Cu^{2+} 0,1 M ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan 5,0 mL larutan amonia dan kemudian dilanjutkan dengan air sampai tanda
4. Larutan ion Cu^{2+} dalam 75 : 25 campuran air dan amonia dibuat dengan memindahkan 2,0 mL larutan Cu^{2+} 0,1 M ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan 2,5 mL larutan amonia dan kemudian dilanjutkan dengan air sampai tanda
5. Amati serapan ketiga larutan tersebut menggunakan spektrofotometer spectronic 20 dengan air sebagai blangkonya pada panjang gelombang antara 510 – 700 nm dengan interval 10 nm
6. Perbedaan kekuatan ligan antara air dan amonia dapat diketahui dengan membandingkan panjang gelombang maksimumnya.

PERCOBAAN II

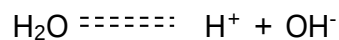
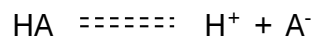
KEKUATAN ASAM DALAM MEDIUM AIR

A. Tujuan Percobaan

Percobaan ini bertujuan untuk menentukan konstanta disosiasi asam, K_a sebagai ukuran kekuatan asam

B. Pendahuluan

Menurut Arrhenius, asam dapat didefinisikan sebagai senyawa hidrogen yang bila dilarutkan dalam air mengalami disosiasi elektrolitik dan menghasilkan ion H^+ sebagai satu-satunya ion positif. Untuk asam monobasis, definisi ini dapat dinyatakan dalam reaksi berikut:



Reaksi ini masing-masing memiliki konstanta disosiasi, K_a (sering dinamakan konstanta asam) dan K_w (sering dinamakan hasil kali ion air), yang secara matematis dapat dinyatakan dalam persamaan :

$$K_a = \frac{[H^+] \times [A^-]}{[HA]} \quad (1)$$

dan

$$K_w = [H^+] \times [OH^-] \quad (2)$$

Kekuatan suatu asam sering didefinisikan sebagai kemampuan asam itu untuk menghasilkan ion H^+ makin besar. Dari persamaan (1) terlihat bahwa $[H^+]$ makin besar bila K_a makin besar. Kemiripan kecenderungan antara kekuatan asam dengan K_a sering digunakan dengan alasan mengapa K_a digunakan sebagai ukuran kekuatan asam.

Dalam percobaan ini, harga K_a beberapa asam monobasis akan ditentukan. Dalam pelaksanaannya, percobaan dilakukan dengan mengukur $[H^+]$ larutan asam pada konsentrasi yang diketahui secara eksperimental. Cara potensiometri merupakan salah satu cara terbaik untuk mengukur $[H^+]$ dalam larutan. Pada percobaan ini akan digunakan pH-meter yang dilengkapi dengan elektroda gelas. Pada prinsipnya alat ini akan mengukur "e.m.f" (electromotif force) yang timbul pada elektroda itu relatif terhadap elektroda standar kolomel, sehingga suatu hasil pengukuran pH tidak menggambarkan konsentrasi ion H^+ , melainkan akan memberikan gambaran tentang aktivitas ion H^+ , yang sering diberi notasi a_{H^+} .

Harga K_a yang ingin diukur dalam percobaan ini adalah konstanta asam dalam besaran konsentrasi, oleh karena itu perlu mengkonversi a_{H^+} kedalam $[H^+]$, dengan melibatkan koefisien aktifitas f_{H^+} . Besarnya koefisien aktivitas rata-rata ion dalam larutan $f_{\pm}$. Ternyata sangat bergantung pada kekuatan ion larutan itu, μ sebagaimana digambarkan dalam persamaan Debye-Huckel berikut:

$$-\log f_{\pm} = \frac{0,50 Z_1 Z_2 \mu^{1/2}}{1 + \mu^{1/2}} - 0,10 \mu \quad (3)$$

dengan Z_1 dan Z_2 masing-masing adalah jumlah muatan ion positif dan ion negatif. Sedangkan kekuatan ion larutan didefinisikan sebagai :

$$\mu = \frac{1}{2} \sum_i M_i Z_i^2 \quad (4)$$

Dengan M_i dan Z_i masing adalah molaritas dan muatan ion i . Selanjutnya aktifitas ion H^+ didefinisikan sebagai:

$$a_{H^+} = f_{\pm} [H^+] \quad (5)$$

Oleh karena itu harga pH yang diperoleh dari hasil pengukuran dengan alat ukur pH meter sesungguhnya adalah $pH = -\log a_{H^+}$, dan konsentrasi H^+ didapat dari:

$$\log [H^+] = -pH - \log f_{\pm} \quad (7)$$

atau

$$\log[H^+] = -pH + \frac{0,50 Z_1 Z_2 \mu^{1/2}}{1 + \mu^{1/2}} - 0,10 \mu \quad (8)$$

Persamaan (8) menunjukkan bahwa hubungan antara $[H^+]$ dan pH hanya dapat dicapai bila larutan memiliki kekuatan ion μ yang konstan. Kekuatan ion larutan dapat dijaga konstan selama pengukuran, dengan menambahkan elektrolit kuat dalam jumlah cukup kedalam larutan (untuk keperluan percobaan ini, 0,10 M KNO_3).

C. Bahan dan Alat

- a. Alat yang diperlukan
 - 1 set pH meter dilengkapi dengan elektroda gelas
 - Pengaduk magnet
 - Gelas beaker
 - Buret ukuran 50 mL
- b. Bahan yang digunakan
 - larutan 0,2 M KNO_3
 - larutan 0,5 M NaOH
 - larutan 0,2 M HCOOH
 - larutan 0,2 M CH_3COOH
 - larutan 0,2 M C_2H_5COOH
 - kristal asam oksalat $H_2C_2O_4 \cdot 2 H_2O$

D. Prosedur Kerja

a. Standarisasi larutan NaOH dan larutan asam

1. Timbang 1,26 g kristal $H_2C_2O_4 \cdot 2 H_2O$ kemudian larutkan dengan akuades dalam labu takar 100 mL dan encerkan sampai tanda
2. Ambil 25 mL larutan ini dan tambahkan 1 – 2 tetes indikator fenolftalein kemudian titrasi dengan larutan 0,5 M NaOH yang akan distandarisasi. Ulangi langkah ini sebanyak tiga kali, dan tentukan molaritas NaOH
3. dengan cara serupa, gunakan larutan NaOH yang telah distandarisasi untuk menstandarisasi larutan 0,2 M HCOOH, CH_3COOH , C_2H_5COOH

b. Penentuan konstanta asam, K_a

1. Campurkan 90 mL akuades, 100 mL 0,2 M KNO_3 dan 10 mL 0,2 M CH_3COOH dalam gelas beaker ukuran 500 mL. Masukkan batang pengaduk magnet ke dalam campuran itu dan celupkan elektroda gelas dari pH meter yang telah dikalibrasi untuk kisaran pH yang sesuai.
2. Siapkan larutan 0,45 M NaOH dalam buret dengan ujung buret diatas campuran tersebut. Sambil diaduk, tambahkan larutan NaOH dari buret ke dalam campuran, catatlah pH larutan untuk setiap penambahan 2,0 mL dan penambahan NaOH dihentikan pada jumlah 16 mL.
3. Lakukan percobaan serupa untuk HCOOH dan $\text{C}_2\text{H}_5\text{COOH}$.
4. Dari data percobaan hitunglah μ , $[\text{H}^+]$ dan $[\text{OH}^-]$. Kemudian hitunglah pKa semua asam yang dipelajari dengan rumus berikut ini, dan selanjutnya hitung harga K_a rata-rata setiap asam ($\text{pKa} = -\log K_a$)

$$\text{pKa} = \text{pH} + \frac{0,50 Z_1 Z_2 \mu^{1/2}}{1 + \mu^{1/2}} - 0,10 \mu + \log \frac{C_A - C_B + [\text{H}^+] - [\text{OH}^-]}{C_B + [\text{H}^+] - [\text{OH}^-]}$$

dengan C_A dan C_B masing-masing adalah konsentrasi asam dan NaOH yang digunakan.

Tugas:

1. Apakah perbedaan definisi asam menurut Arrhenius, menurut Bronsted dan menurut Lewis.
2. Bagaimanakah kekuatan asam dari asam-asam yang dipelajari diatas bila dilarutkan dalam medium bukan air.

PERCOBAAN III

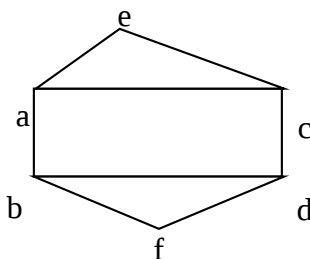
PEMBUATAN GARAM KOMPLEKS TETRA AMIN TEMBAGA (II) SULFAT MONOHIDRAT $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ DAN GARAM RANGKAP AMONIUM TEMBAGA (II) SULFAT HEKSAHIDRAT $\text{Cu}(\text{SO}_4)_2(\text{NH}_3)_6 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$

A. Pendahuluan

Dalam setiap kasus tembaga (ion Cu^{2+}) jika membentuk senyawa kompleks, maka kompleks tembaga mempunyai bilangan koordinasi enam, dimana empat ligan bertetangga dalam bidang segi empat dan dua ligan saling tegak lurus bidang segi empat membentuk struktur octahedral (sp^3d^2)

Sifat yang dimiliki senyawa kompleks tembaga pada umumnya berinteraksi dengan magnet, jadi bersifat paramagnetic. Hal ini disebabkan karena atom pusat Cu^{2+} memiliki orbital e d (3d_z) yang hanya memiliki satu electron yang menyebabkan molekulnya terpengaruh terhadap medan magnet.

Secara umum digambarkan molekul octahedral seperti kompleks Cu^{2+} tersebut]



Kompleks terbentuk octahedral ini ada yang berbentuk cis, trans, atau facila dan merdianol. Jika ligan $a = b = c = d$ dan ligan $e = f$ disebut isomer trans. Berbentuk isomer cis apabila $a = b = d = f$ dan $c = e$. untuk isomer facial, maka ligan $a = b = f$. senyawa $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Cu}(\text{SO}_4)_2(\text{NH}_3)_6 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ kemungkinan berbentuk cis dan trans.

B. Tujuan Percobaan

Percobaan ini bertujuan untuk memberi gambaran tentang proses pembuatan kompleks tetra tembaga (II) sulfat monohidrat dan garam rangkap ammonium tembaga (II) sulfat heksa hidrat.

C. Alat yang Digunakan

- Gelas piala
- Gelas ukur
- Corong
- Erlenmeyer
- Batang pengaduk

D. Bahan yang Digunakan

- $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$
- Ammonia
- Etanol
- Es batu
- Ammonium sulfat

E. Prosedur Kerja

a. Pembuatan kompleks $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

- Larutkan 2,495 gram $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan 1,32 gram amonium sulfat $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ dengan 10 mL aquades dalam gelas kimia 100 mL. panaskan secara perlahan-lahan sampai semua garam larut sempurna
- Biarkan semua larutan tersebut menjadi dingin pada temperatur kamar sampai terbentuk kristal. Apabila dibiarkan semalam maka akan diperoleh kristal yang banyak.
- Lanjutkan pendinginan campuran itu dengan water bath, kemudian didekantit untuk memisahkan kristal dari larutan.
- Keringkan kristal dalam kertas saring. Kristal yang diperoleh berbentuk monoklin.

- Timbanglah kristal yang dihasilkan dan catat jumlah mol reaktan dan mol kristal hasil. Kemudian hitunglah persen hasilnya.

b. Pembuatan garam rangkap $\text{Cu}(\text{SO}_4)_2(\text{NH}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$

- Tempatkan 4 mL larutan amonia 15 M dan encerkan dengan 2,5 mL aquades dalam cawan penguapan.
- Timbang 2,495 gram $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan tambahkan kristal tersebut ke dalam larutan amonia dan aduk sampai semua kristal larut sempurna.
- Tambahkan 8 mL etil alkohol secara perlahan-lahan melalui dinding gelas kimia sehingga larutan tertutupi alkohol. Jangan diaduk atau digoyang dan biarkan selama semalam.
- Setelah didiamkan semalam, aduk pelan-pelan untuk mengendapkan secara sempurna. Pisahkan kristal yang terbentuk dengan dekantasi. Pindahkan kristal ke dalam kertas saring dan cuci dengan 3 – 5 mL campuran larutan amonia 15 M dengan alkohol yang perbandingan volumenya sama.
- Cuci sekali lagi kristal dalam corong dengan 5 mL etil alkohol dan saring dengan pompa
- Timbang kristal kering yang dihasilkan dan tentukan berapa mol amonia yang diperlukan.

PENGAMATAN

a. Pembuatan kompleks $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

1. Berat $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ =gram
2. Kristal $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
 - Berwarna =
 - Bentuk =
 - Berat =
3. Rendamen =%

b. Pembuatan kompleks $\text{Cu}(\text{SO}_4)_2(\text{NH}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

1. Berat $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ =gram

2. Kristal $\text{Cu}(\text{SO}_4)_2(\text{NH}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Berwarna =

Bentuk =

Berat =

3. Rendamen =%

PERCOBAAN IV

PENETAPAN RUMUS MOLEKUL SENYAWA KOMPLEKS

A. Pendahuluan

Reaksi antara dua molekul stabil atau lebih dapat menghasilkan produk yang lebih dengan sifat karakteristik. Sebagai contoh kompleks amina akan terbentuk jika amina direaksikan dengan kobalt (II) klorida. Dalam beberapa hal kompleks tidak akan memberikan reaksi dalam larutan karakteristik ion logam atau ligan tidak kompleks. Tetapi stabilitas termodinamik dan kinetik bervariasi sehingga hal ini bukan merupakan kriteria pembentukan senyawa koordinasi.

Hakekat struktur senyawa koordinasi adalah transfer elektron yang terjadi antara ligan dan molekul atau ion logam. Dalam yang paling sederhana, ikatan koordinasi oleh transfer pasangan elektron ligan atau molekul ke ion logam. Molekul netral atau ion-ion logam bertindak sebagai ligan yang memiliki pasangan elektron sunyi, NH_3 , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$. Senyawa koordinasi paling sederhana akan terbentuk dengan ikatan sigma suatu ligan dan suatu molekul atau ion logam. Beberapa kompleks dikenal dimana ikatan sigma ikatan n keduanya dapat terjadi. Kompleks yang terbentuk ion oksalat memungkinkan ikatan n dari orbital 2p pada oksigen mengontribusi seluruh ikatan. Dalam ligan yang lain, seperti karbon monoksida dan nitroksida, kontribusi dari orbital ikatan n berperan dalam seluruh ikatan. Gugus CO bereaksi dengan suatu logam yang mempunyai orbital kosong dan dua orbital d_n terisi untuk memberikan ikatan resultan dengan ikatan n antar logam karbon. Sedangkan untuk NO memerlukan suatu logam yang mempunyai orbital kosong dan dua orbital d_n yang hanya mengandung tiga elektron. Hal ini dapat dikatakan bahwa derajat sumbangan elektron dapat diharapkan bervariasi terhadap sifat ilmiah logam, keadaan oksidasi dan ligan-ligan lain dalam orbital.

B. Tujuan Percobaan

Tujuan percobaan ini adalah untuk mempelajari pembuatan dan penentuan rumus molekul senyawa kompleks besi (II).

C. Alat yang Digunakan

- Gelas piala
- Gelas ukur
- Penyaring Buchner
- Termometer
- Buret
- Erlenmeyer

D. Bahan yang Digunakan

- Amonium besi (II) sulfat
- Asam oksalat
- Asam sulfat
- Kalium permanganat
- Serbuk seng
- Akuades

E. Prosedur Kerja

1. Siapkan larutan besi (II) dan larutan asam oksalat dengan cara berikut :
larutan besi (II) dibuat dengan melarutkan 8 gram amonium besi (II) sulfat dalam 25 mL aquades yang telah diasamkan dengan 1 mL asam sulfat 2 M, sedangkan larutan asam oksalat dibuat dengan melarutkan 5 gram asam oksalat dalam 30 mL aquades.
2. Tambahkan larutan asam oksalat tersebut ke dalam larutan besi (II) sulfat kemudian dididihkan
3. Endapan kuning yang terbentuk disaring dengan penyaring Buchner dan cuci dengan air panas diikuti dengan pencucian aseton.

4. Setelah endapan dikeringkan, tentukan rendamen sintesa dan komposisi hasil dengan prosedur sebagai berikut : larutkan 0,2 gram – 0,3 gram hasil dalam asam sulfat 2 M, kemudian titrasi dengan larutan standar kalium permanganat. Jika warna kuning memucat, panaskan larutan sampai 60°C dan lanjutkan titrasi sampai mencapai titik ekuivalen. Didihkan larutan dengan 2 gram serbuk seng selama 20 menit. Tes larutan dengan tetes larutan tiosianat, jika ada warna merah jambu teruskan pendidihan selama 10 menit. Saring larutan dengan gelas wool dan cuci residu seng dengan asam sulfat 2 M. titrasi campuran antara filtrat dan hasil cucian dengan larutan kalium permanganat standar. Dari hasil-hasil tersebut tentukan kadar besi, oksalat dan kadar airnya. Tuliskan rumus empirisnya.

PERCOBAAN V

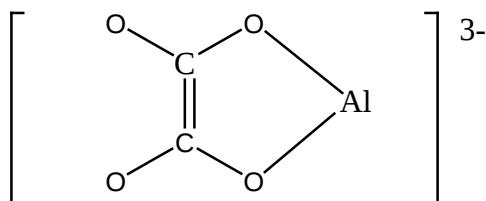
PEMBUATAN KALIUM TRIOKSALATO ALUMINAT

$K_3Al(C_2O_4) \cdot 3H_2O$

A. Pendahuluan

Alumunium merupakan salah satu unsur golongan III A yang berada pada periode ke tiga dan dapat membentuk oksida dan hidroksida amfoter.

Alumunium dapat membentuk senyawa kompleks oktahedral seperti misalnya kalium Trioksalato Aluminat $K_3Al(C_2O_4) \cdot 3H_2O$. Anion kompleksnya berbentuk :



Senyawa tersebut memperlihatkan bahwa unsur trivalensi Al membentuk kompleks dengan bilangan koordinasi enam. Anion trioksalat berfungsi sebagai pelindung (zat pengkhelat) ion Al terhadap reaksi-reaksinya dengan unsur atau senyawa lain. Kompleks netral ini larut dalam pelarut organik seperti benzena, n-heksan, kloroform, dan sebagainya. Akan tetapi tidak larut dalam pelarut polar seperti air. Pengendapan akan lebih baik apabila air yang digunakan pada proses pengendapan adalah air yang mengalir.

B. Tujuan Percobaan

Tujuan percobaan ini adalah untuk mempelajari proses pembuatan kalium Trioksalato Aluminat $K_3Al(C_2O_4) \cdot 3H_2O$.

C. Alat yang Digunakan

- Gelas piala 200 mL
- Gelas ukur 100 mL
- Corong glaswool

- Pemanas listrik

D. Bahan yang Digunakan

- Serutan alumunium
- Kalium hidroksida
- Asam oksalat
- Etanol
- KMnO_4 0,1 N
- Alizarin

E. Prosedur Kerja

1. Timbanglah kira-kira 1 g serutan alumunium ke dalam gelas piala 200 mL. tambahkan dengan 10 mL air hangat, lalu masukkan ke kamar asam.
2. Tambahkan 30 mL larutan KOH 20 % sedikit demi sedikit, biarkan berbuih dengan hebat (terjadi pembebasan gas H_2) . didihkan sampai semua alimunium larut. Saring dengan glaswool
3. Timbanglah kira-kira 14 gram asam oksalat dihidrat dan tambahkan sedikit demi sedikit ke dalam 10 mL aguadaes panas
4. Campurkan larutan pertama (point 2) ke dalam larutan panas asam oksalat, lalu setelah diaduk saring dengan kertas saring Whatman dan dinginkanlah sampai suhu kamar.
5. Tambahkan 50 mL etanol dan lanjutkan pendinginan dalam air mengalir sehingga kompleks terpisah sebagai prisma-prisma kecil yang tak berwarna. Pengocokan sesekali mungkin diperlukan untuk merangsang kristalisasi.
6. Cuci kristal yangh terbentuk dengan etanol 50 % dan akhirnya dengan etanol murni. Keringkan kristal pada suhu kamar
7. Catat hasil yang anda dapatkan dan bandingkan dengan berat hasil teoritis berdasarkan banyaknya alumunium yang digunakan

Uji :

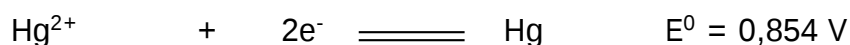
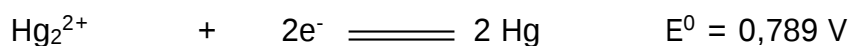
Masukkan sedikit kristal ke dalam tabung reaksi dan tambahkan sedikit aquades (2 mL), perhatikan pH larutan dan cobalah endapkan Al(OH)_3 dengan alizarin.

PERCOBAAN VI

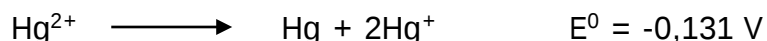
PEMBUATAN KALIUM MERKURI IODIDA
K₂HgI₄. 2H₂O

A. Pendahuluan

Pemahaman thermodinamika kesetimbangan penting untuk memahami kimiawi keadaan air raksa. Berdasarkan data potensial reduksi yaitu :



Jadi jelaslah bahwa hanya zat pengoksidasi yang memiliki potensial antara -0,789 sampai -0,848 yang dapat mengoksidasi Hg menjadi Hg²⁺. Fenomena lain yang penting adanya proses kesetimbangan disproportionasi yaitu:



Persamaan diatas memberikan penjelasan bahwa Hg sendiri dengan mudah mereduksi Hg²⁺ menjadi Hg₂²⁺. Jadi pereaksi apapun yang mereduksi keaktifan Hg²⁺ (dengan pengendapan atau pengompleksan) sampai batas tertentu yang lebih besar jika pereaksi tersebut menurunkan keaktifan Hg₂²⁺. Terdapat banyak pereaksi semacam di atas OH⁻, S²⁻, CN⁻, dsb, menyebabkan senyawa Hg₂²⁺ yang stabil sangat sedikit jadi cenderung Hg menggunakan valensi +2, misalnya K₂HgI₄. 2 H₂O.

B. Tujuan Percobaan

Percobaan ini bertujuan untuk mempelajari proses pembuatan senyawa kompleks kalium merkuri iodida K₂HgI₄. 2 H₂O.

C. Alat yang Digunakan

1. Gelas piala
2. Corong
3. Erlenmeyer

D. Bahan yang Digunakan

1. Kalium iodida
2. HgCl_2

E. Prosedur Kerja

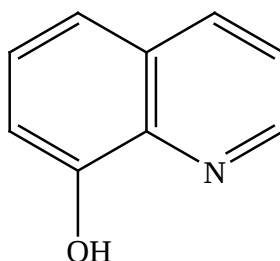
1. Endapkan merkuri iodida dengan menambahkan larutan KI (0,1 mol sama dengan 16,6 g KI) ke dalam larutan HgCl_2 (0,05 mol = 13,5 g HgCl_2 dalam 150 mL aquades). Aduklah campuran tersebut
2. Saring endapan merah yang terbentuk dengan kertas saring Whatman, cuci dengan air panas dan biarkan endapan mengering
3. Masukkan endapan yang telah kering ke dalam larutan KI (16 g KI dalam 10 mL akuades) panas sambil diaduk
4. Panaskan campuran diatas penangas air selama 30 menit, untuk menjenuhkan larutan dengan merkuriiodida, aduklah sekali-kali. Kelebihan merkuriiodida dapat dihilangkan dengan cara filtrasi.
5. Pindahkan larutan ke dalam cawan petri dan uapkan di atas penangas air, selanjutnya masukkan dalam desikator yang berisi zat pengering CaCl_2 .
6. Biarkan beberapa jam (dapat semalam) sampai hampir kering. Untuk mempercepat penguapan, rusakkan lapisan atas (kerak) kristal dengan batang pengaduk
7. Setelah agak kering, kikislah residu pada cawan petri dan pindahkan ke atas lembaran kertas saring, lalu keringkan lagi dalam desikator. Hasilnya adalah krista;-kristal berwarna kuning pucat.
8. Timbanglah dan hitung rendemennya.

PERCOBAAN VII

REAKSI KATION LOGAM DENGAN OKSIDAN

A. Pendahuluan

Senyawa dengan rumus molekul C_9H_7ON dikenal dengan nama oksin, tak lain dari 8-hidroksi-1-kuinolin dengan massa molekul relatif 145 g mol^{-1} . Senyawa ini memiliki struktur seperti berikut :



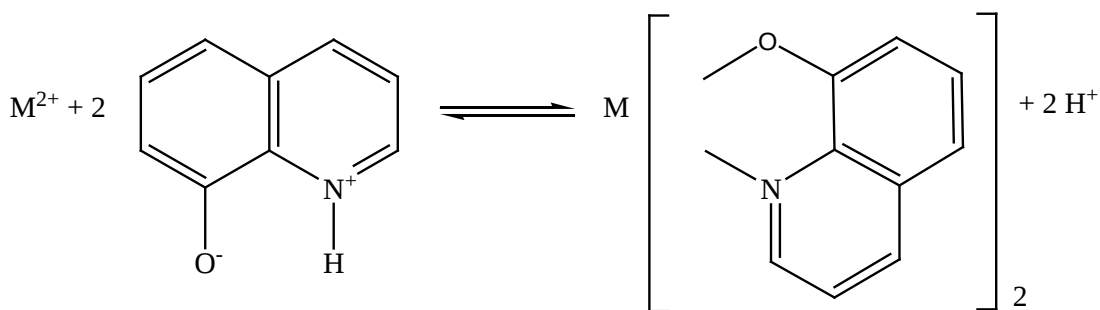
8-hidroksi-1-kuinolin

Oksin merupakan senyawa dengan bentuk kristal berwarna putih yang melebur pada suhu $74 - 76^\circ\text{C}$. Senyawa ini sulit larut di dalam air maupun di dalam eter, tetapi larut baik dalam alkohol, kloroform, dan benzena. Dengan adanya sedikit air, larutan yang awalnya tidak berwarna akan mengalami perubahan menjadi kekuningan.

Oksin adalah salah satu pereaksi pengendap bagi banyak logam. Logam-logam divalen atau trivalen yang telah diendapkan oksin dapat digambarkan dalam bentuk umum sebagai berikut

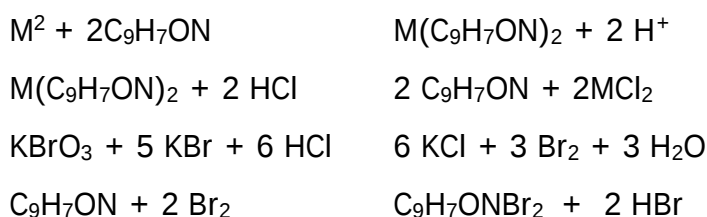


Reaksi logam divalen dan trivalen dengan oksin dapat dipaparkan dalam bentuk skema sebagai berikut :



Hasil reaksi yang diperoleh dari proses penggabungan antara kation logam dengan oksin adalah suatu senyawa kompleks internal yang sifatnya tidak larut dalam air. Kompleks ini memiliki nilai hasil kali kelarutan Ksp sekitar 10^{-12} dan 10^{-20} . Akibatnya, senyawa ini dapat digunakan sebagai pengendap pada nilai pH yang berbeda-beda sehingga dapat dilakukan pemisahan campuran logam yang terkandung dalam cuplikan.

Kualitas logam yang terendapkan dengan oksin, dapat ditentukan berdasarkan reaksi-reaksi berikut :



Berdasarkan persamaan-persamaan reaksi diatas tampak bahwa 1 mol kation M^{2+} ekuivalen dengan 2 mol oksin, sedangkan 1 mol oksin ekuivalen dengan 4 mol atom Brom. Dengan demikian 1 mol M^{2+} setara dengan 8 mol Br. Jadi, massa ekuivalen (ME) dari kation M^{2+} adalah :

$$ME = \frac{Ar M^{2+}}{8}$$

Dalam penitrasi, 1 mEk $KBrO_3$ sebanding dengan 1 mEk $Na_2S_2O_3$. jadi jika $KBrO_3$ yang digunakan sebanyak a mEk sedangkan natrium tiosulfat adalah b mEk, maka banyaknya $KBrO_3$ yang bereaksi dengan natrium tiosulfat adalah (a-b) mEk. Sama dengan mEk logam divalen M^{2+} .

Dengan demikian banyaknya logam M^{2+} yang terkandung sampel dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut :

$$M^{2+} \text{ (mg)} = (a-b) ME M^{2+}$$

B. Tujuan Percobaan

Tujuan percobaan ini adalah untuk mengamati reaksi pemisahan logam dengan pereaksi pengendapan oksin dan sekaligus menentukan konsentrasi logam yang terkandung dalam sampel.

C. Alat yang Digunakan

1. Erlenmeyer
2. Buret
3. Corong
4. Pemanas Listrik

D. Bahan Yang Digunakan

1. Logam Nikel, tembaga, magnesium dan besi
2. Natrium asetat 0,1 M
3. Asam asetat 0,1 M
4. HCl 4 M
5. Larutan oksin 2 %
6. KBr
7. KBrO_3 0,1 N
8. KI 10 %
9. Natrium tiosulfat 0,1 M
10. Indikator methyl orange 0,1 %
11. Larutan kanji 1%

E. Prosedur Kerja

1. Sebanyak 20 mL larutan logam netral (Ni, Cu, Mg dan Fe) dipipet ke dalam gelas piala 400 mL ditambahkan sejumlah larutan garam natrium asetat 0,1 M dan larutan asam asetat 0,1 M sehingga pH larutan mencapai nilai 6 – 7. Selanjutnya, ditambahkan setetes demi setetes larutan oksin 2 % dalam alkohol sambil diaduk, hingga terbentuk endapan.
2. Endapan yang terbentuk kemudian dipanaskan beberapa menit pada suhu 60 – 70°C lalu disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman. Endapan dicuci dengan air panas, dan selanjutnya endapan dilarutkan dengan menambahkan 50 mL larutan HCl 4 M panas. Ditambahkan 0,5 g KBr dan 2 – 3 tetes indikator MO. Larutan kemudian dititrasi dengan larutan baku KBrO_3 0,1 N sampai terbentuk warna kuning muda. Perlu

diperhatikan bahwa, pengamatan terhadap perubahan warna indikator pada tahap ini cukup sulit. Karena itu sebaiknya penambahan KBrO_3 dilakukan secara berlebih.

3. Setelah dititrasi larutan diencerkan dengan 25 mL HCl 2 M lalu dibiarkan sekitar 2 menit di tempat tertutup, kemudian ditambahkan dengan 10 mL larutan KI 10% dan akhirnya dititrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat 0,1 N dengan menggunakan indikator amilum. Penambahan amilum dilakukan setelah titik akhir hampir tercapai yang ditandai dengan terbentuknya warna kuning pucat. Berdasarkan jumlah titran natrium tiosulfat, yang digunakan, konsentrasi logam dapat dihitung.

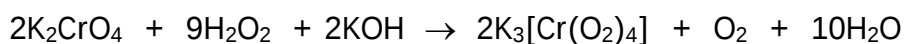
PERCOBAAN VIII

PEMBUATAN KALIUM TETRAPEROKSOKROMAT (V)

A. Pendahuluan

Kalium tetraperoxokromat (V) dibuat melalui reaksi hidrogen peroksida dengan kalium kromat dalam larutan alkali kuat.

Persamaan reaksi :



B. Tujuan Percobaan

Tujuan percobaan ini adalah untuk membuat kalium tetraperoxokromat (V)

C. Alat yang Digunakan

1. Erlenmeyer
2. Pemanas Listrik

D. Bahan Yang Digunakan

1. K_2CrO_4
2. KOH
3. H_2O_2
4. Es batu

E. Prosedur Kerja

1. Larutkan 2 gram K_2CrO_4 dan 2 gram KOH dengan 25 mL air dalam labu erlenmeyer 100 mL
2. Celupkan labu dalam campuran es/garam (atau campuran es kering/alkohol) dan tunggu sampai isi labu tersebut memadat.
3. Tanpa mendinginkan labu, tambahkan 13 mL larutan H_2O_2 30% dan aduk secara intensif
4. Biarkan labu dalam keadaan berdiri pada wadah pendingin tersebut selama 1 jam, sambil diaduk dari waktu ke waktu

5. Pindahkan labu dari wadah pendingin dan panaskan sampai isinya meleleh
6. Saring garam merah coklat yang mengendap dengan corong gelas, kemudian cuci dengan etanol (15 mL) dan keringkan di udara

Analisis kemurnian kalium tetraaperoksokromat (V)

Dapat dilakukan melalui penentuan kualitatif ion O_2^- . Hidrogen peroksida bereaksi dengan kalium kromat dalam larutan asam, reaksi tersebut menghasilkan warna biru (chromium blue) yang dapat diekstrak dalam eter.

Prosedurnya adalah:

Masukkan sedikit K_2CrO_4 dalam tabung reaksi, larutkan dengan 2 mL air, tambahkan sedikit H_2O_2 encer (3%), 2 mL dietil eter dan sedikit asam sulfat encer (3:1). Kocok tabung reaksi dan lihat warna yang terjadi pada lapisan eter.

PERCOBAAN IX

PEMBUATAN TAWAS DARI KALENG ALUMINIUM BEKAS

A. Pendahuluan

Aluminium adalah logam yang berlimpah di permukaan bumi (sekitar 7,5% berat). Aluminium juga memiliki sifat fisika dan kimia yang menarik serta merupakan salah satu bahan baku industri.

Setiap tahunnya, berjuta-juta ton kaleng aluminium diproduksi, karena bahan ini tidak cepat berkarat. Hal ini menimbulkan masalah lingkungan yaitu menumpuknya limbah kaleng bekas aluminium tersebut. Salah satu solusi yang dapat dilakukan untuk mengatasinya adalah dengan mendaur ulang aluminium melalui pembuatan tawas.

Percobaan ini menggambarkan suatu proses recovery bahan kimia, yaitu mengkonversi logam aluminium menjadi kalium aluminium sulfat atau tawas. Tawas adalah suatu istilah umum yang menguraikan garam rangkap dari logam-logam tertentu. Tawas mengkristal dengan struktur oktahedral dan memiliki warna yang indah, terutama jika mengandung logam-logam transisi d.

B. Tujuan Percobaan

Tujuan percobaan ini adalah untuk membuat tawas dari kaleng aluminium bekas

C. Alat yang Digunakan

1. Gelas kimia
2. Pemanas Listrik
3. Penyaring Buchner

D. Bahan Yang Digunakan

1. Potongan aluminium

2. KOH
3. H_2SO_4
4. Indikator metil merah

E. Prosedur Kerja

1. Timbang suatu potongan aluminium kira-kira 0,5 – 0,9 gram. Masukkan ke dalam gelas kimia 250 mL.
2. Tambahkan KOH ke dalam gelas kimia tersebut.
3. Jika reaksi sangat lambat, tempatkan gelas kimia di atas nyala api kecil dan panaskan secara perlahan
4. Ketika reaksi sudah selesai (ditandai dengan tidak terbentuknya lagi gelembung gas), dinginkan gelas kimia tersebut pada suhu kamar. Jika larutan tidak mengandung residu padat, lanjutkan ke langkah ke-7 (jika ada residu, lakukan langkah ke-5)
5. Saring dengan perlahan-lahan dengan menggunakan penyaring buchner
6. Gunakan botol semprot untuk membilas semua larutan yang ada pada gelas kimia dimana terdapat larutan aluminium. Jangan menggunakan lebih dari 20 mL air untuk membilas gelas kimia. (Lebih baik menggunakan 4 kali 5 mL untuk membilas dibanding dengan 20 mL sekaligus)
7. Tambahkan 10 tetes indikator metil merah pada larutan yang jelas bersih. (catatan: metil merah berwarna kuning pada larutan basa dan berwarna kuning pada larutan basa dan berwarna merah pada larutan asam.
8. Masukkan 25 mL 6M H_2SO_4 ke dalam gelas kimia besar.
9. Tambahkan 6 M H_2SO_4 beberapa mililiter secara perlahan-lahan sambil diaduk sampai larutan baru berwarna merah. Hindati penambahan H_2SO_4 berlebih. (Catatan: Penambahan H_2SO_4 akan menyebabkan $\text{Al}(\text{OH})_3$ membentuk endapan putih, kelebihan H_2SO_4 akan melarutkan $\text{Al}(\text{OH})_3$)
10. Panaskan larutan secara perlahan-lahan sambil diaduk sampai semua $\text{Al}(\text{OH})_3$ larut. Larutan yang panas berwarna merah dan tidak mengandung suspensi padatan apapun. Jika larutan tidak berwarna merah, secara

perlahan-lahan tambahkan beberapa tetes 6M H_2SO_4 sampai larutan berwarna merah.

11. Dinginkan larutan tersebut dalam penangas es selama 20-30 menit sambil sekali-kali diaduk. Kristal tawas akan terbentuk.
12. Siapkan corong buchner
13. Saring kristal tawas dengan menggunakan corong buchner (catatan: jika masih tersisa wakru sekitar 45 menit atau lebih, lanjutkan ke langkah 14. Jika waktu yang tersedia kurang dari itu, lanjutkan ke langkah 15).
14. Masukkan larutan ke dalam gelas kimia sebelumnya dan uapkan sampai sekitar $\frac{1}{2}$ volume aslinya. Dinginkan larutan itu dalam penangas es selama 20-30 menit dan kemudian saring kristal yang kedua dengan menggunakan saringan yang sama dengan kristal pertama. Perhatian: jauhkan etil alkohol yang mudah terbakar dari api.
15. Cuci kristal dengan menggunakan 20 mL etil alkohol. Biarkan dalam pompa vakum sekitar 3-5 menit. Keringkan kristal dalam oven selama beberapa menit. (tawas meleleh pada 92°C).
16. Timbang gelas kimia bersih dan kering (100-150 mL)
17. Pindahkan kristal yang kering pada gelas kimia tersebut. Timbang kristal dan gelas kimia tersebut.
18. Hitung % rendamen hasil tawas.

PERCOBAAN X

SINTESIS KLOROPENTAAMIN KOBALT KLORIDA

A. Pendahuluan

Senyawa kompleks kobalt (II) memiliki konfigurasi elektron d^7 . Hampir semua kompleks kobalt (II) berada dalam keadaan dasar elektronik spin tinggi, tetapi tidak menutup kemungkinan untuk spin rendah. Kekuatan ligan yang menyerang ion pusat menentukan dua keadaan dasar elektronik tersebut.

Kompleks kobalt (II) dapat membentuk geometri oktahedral dan segi empat datar. Senyawa kobalt pada umumnya memiliki dua bilangan oksidasi, yaitu kobalt (II) dan kobalt (III). Kecenderungan senyawa menuju kestabilan dari tingkat oksidasi yang tinggi ke tingkat oksidasi yang rendah menyebabkan senyawa kobalt (II) lebih banyak terdapat di alam daripada senyawa kobalt (III). Kobalt (III) relatif kurang stabil dalam senyawa kompleks.

Ligan adalah gugus atom yang terkoordinasi dengan ion logam membentuk senyawa kompleks, umumnya berupa molekul netral atau anion. Suatu deret telah disusun untuk menggambarkan kekuatan ligan-ligan, deret ini disebut deret spektrokimia. Dalam deret ini ligan disusun berdasarkan kenaikan kekuatannya : $I^- < Br^- < S^{2-} < SCN^- < Cl^- < NO_3^- < F^- < OH^- < ox^{2-} < H_2O < NCS < CH_3CN < NH_3 < en < bipy < phen < NO_2^- < CN^- < CO$. Dari deret tersebut diketahui bahwa ligan NH_3 lebih kuat dibandingkan ligan Cl^- . Keduanya bersifat monodentat.

B. Tujuan Percobaan

Tujuan percobaan ini adalah untuk membuat senyawa kloropentadiamin kobalt klorida

C. Alat yang Digunakan

1. Gelas kimia
2. Pemanas Listrik

3. Desikator vakum

D. Bahan Yang Digunakan

1. Ammonium karbonat
2. Amonia pekat
3. Kobalt (II) klorida
4. Ammonium klorida
5. HCl
6. Air es

E. Prosedur Kerja

1. Larutkan 2,5 gram ammonium karbonat dalam 20 mL air dingin
2. Tambahkan 12,5 mL amoniak pekat, kemudian diikuti dengan penambahan larutan 1 gram kobalt (II) klorida dalam 10 mL
3. Diamkan dalam desikator vakum selama 3 jam
4. Tambahkan 0,25 gram ammonium klorida
5. Panaskan larutan sampai mulai terbentuk kristal
6. Tambahkan beberapa tetes HCl 6M
7. Netralkan dengan 3 mL amoniak pekat
8. Tambahkan 15 mL amoniak 1 M
9. Panaskan dalam penangas selama 45 menit, kemudian tambahkan HCl pekat 5 mL, selanjutnya larutan dipanaskan selama 30 menit, dinginkan larutan dalam penangas es
10. Saring kompleks yang terbentuk, cuci dengan beberapa mililiter air es, kemudian tambahkan beberapa mililiter etanol, lalu dikeringkan.