

PENUNTUN PRAKTIKUM

METODE PEMISAHAN KIMIA (KIM 4141)



Oleh:

Tim Penyusun :

Prof. Dr. H. Muh. Nurdin. M.Si

Dr. Mashuni, S.Si., M.Si

Dr. Abd. Haris Watoni, M.Si

Dr. La Ode Kadidae, S.Si., M.Si

Armid, S.Si., M.Sc, DSc

Halimahtussaddiyah Ritonga, S.Si., M.Si

JURUSAN KMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HALU OLEO
KENDARI
2020

TATA TERTIB PRAKTIKUM

Tata tertib ini dibuat untuk ketertiban dan kelancaran selama menjalankan praktikum.

1. Praktikan sudah harus hadir di laboratorium selambat-lambatnya 5 (lima) menit sebelum praktikum dimulai.
2. Sebelum memasuki laboratorium, praktikan telah mempersiapkan alat-alat, seperti: lab halus, lab kasar, sikat tabung, cairan pencuci (deterjen), dan alat tulis.
3. Setelah memasuki laboratorium, jas praktikum sudah harus dikenakan.
4. Selama praktikum berlangsung, tidak diperkenankan makan, minum, merokok, mengobrol dan meninggalkan laboratorium (mondar-mandir) tanpa seizin dosen atau asisten yang bertugas.
5. Peminjaman alat laboratorium selalu disertai bon peminjaman yang diketahui oleh dosen atau asisten yang bertugas.
6. Alat yang dirusakkan/pecah, harus diganti paling lambat sebelum ujian final dilaksanakan.
7. Bila berhalangan hadir, praktikan harus memberitahukan ketidakhadirannya. Sebayak tiga kali praktikan tidak mengikuti praktikum, maka yang bersangkutan tidak diperkenankan untuk mengikuti praktikum selanjutnya.
8. Tidak diperkenankan ikut dalam kelas/kelompok lain selama waktu yang telah ditentukan untuk masing-masing praktikan, kecuali atas seizin coordinator praktikum.
9. Hal-hal yang perlu dan tidak tercantum dalam tata tertib ini akan diatur kemudian.
10. Pelanggaran atas tata tertib ini dikenakan sanksi berupa pembatalan percobaan.

Kendari,

Koordinator Praktikum

DAFTAR ISI

Halaman

TATA TERTIB

DAFTAR ISI

PERCOBAAN I

DESTILASI SEDERHANA

PERCOBAAN II

PEMURNIAN FENOL DENGAN DESTILASI

PERCOBAAN III

TETAPAN DISTRIBUSI (KD) IOD PADA EKSTRAKSI CAIR-CAIR

PERCOBAAN IV

EKSTRAKSI PADAT CAIR

PERCOBAAN V

PENENTUAN NIKEL SEBAGAI KOMPLEKS NIKEL-
DIMETILGLIOKSIM DENGAN EKSTRAKSI

PERCOBAAN VI

EKSTRAKSI PADAT-CAIR FENOL DENGAN SEP PAK C18
SEBAGAI FASA PADAT

PERCOBAAN VII

PENENTUAN KAPASITAS RESIN PENUKAR ION

PERCOBAAN VIII

UJI KUALITATIF SENG DAN NIKEL DALAM CAMPURAN
MENGUNAKAN PENUKAR ION

PERCOBAAN IX

KROMATOGRAFI KERTAS

PERCOBAAN X

PEMISAHAN DENGAN KROMATOGRAFI GAS

PERCOBAAN I

DESTILASI SEDERHANA

A. Teori Dasar

Destilasi digunakan untuk memurnikan zat cair yang didasarkan pada perbedaan titik didih cairan. Pada proses ini cairan berubah menjadi uap yang merupakan zat murni. Kemudian uap tersebut didinginkan. Pada proses pendinginan, uap mengembun menjadi cairan murni yang disebut destilat. Destilasi dapat digunakan untuk memperoleh pelarut murni dari larutan yang mengandung zat terlarut.

Destilasi adalah suatu metode pemisahan Hukum Raoult berdasarkan perbedaan titik didih. Untuk membahas destilasi perlu dipelajari pula kesetimbangan fasa uap-cair; kesetimbangan ini tergantung pada tekanan uap larutan. Hukum Raoult digunakan untuk menjelaskan fenomena yang terjadi pada proses pemisahan yang menggunakan metode destilasi; menjelaskan bahwa tekanan uap suatu komponen yang menguap dalam larutan sama dengan tekanan uap komponen murni dikalikan dengan fraksi mol komponen yang menguap dalam larutan, pada suhu yang sama. Bila di dalam larutan terdapat komponen A yang mempunyai tekanan uap murni P_A^0 , maka tekanan uap komponen A dalam larutan adalah:

$$P_A = P_A^0 \cdot X_A$$

Dimana:

P_A = tekanan uap doatas larutan

P_A^0 = tekanan uap A murni

X_A = Fraksi mol A

Bila larutan merupakan campuran biner dan merupakan larutan ideal, maka tekanan uap campuran uap biner A dan B merupakan jumlah dari tekanan uapnya.

$$P_{\text{total}} = P_A + P_B = P_A^0 X_A + P_B^0 X_B$$

B. Tujuan: Untuk mengetahui prinsip dasar proses destilasi secara sederhana

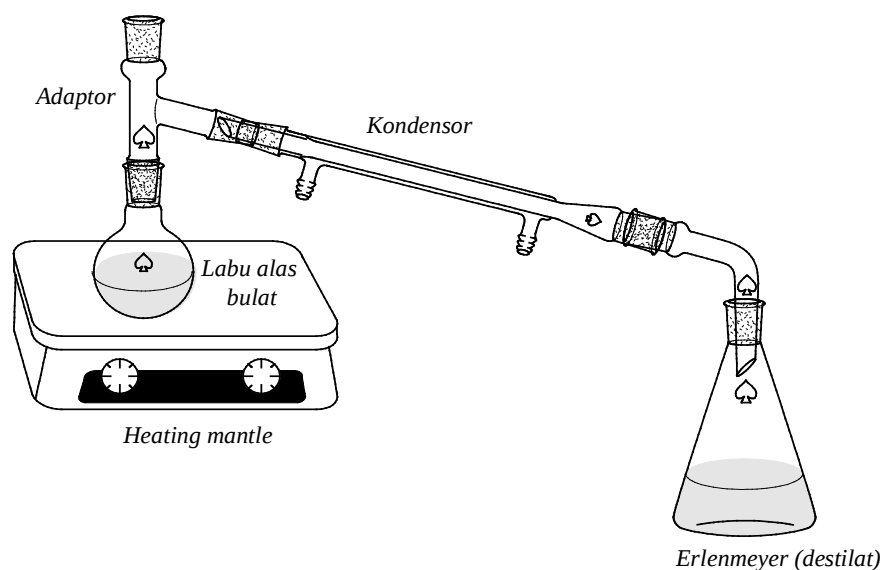
C. Alat dan Bahan

Alat : labu destilasi, gabus/karet berlubang, *thermometer*, *elektromantel*, gelas ukur, statif dan klem, pendingin (kondensor), batu didih, labu erlenmeyer, gelas kimia, adaptor, dan selang karet.

Bahan : contoh yang akan di destilasi (contoh: etanol-aquades) dan vaselin.

D. Prosedur Kerja

1. Susunlah rangkaian alat destilasi sesuaidengan gambar.
2. Labu destilasi diisi dengan aquades dan etanol masing-masing sebanyak 50 ml
3. Kemudian memasukkan beberapa butir batu didih.
4. Alirkan air melalui alat pendingin kemudian panaskan labu destilasi sampai campuran mendidih.
5. Amati kenaikan suhu pada thermometer dan baca titik didih destilasi.
6. Ukur volume destilat yang diperoleh.



Gambar 1. Peralatan destilasi sederhana

PERCOBAAN II PEMURNIAN FENOL DENGAN DESTILASI

A. Teori Dasar

Pemurnian suatu zat volatil dapat dilakukan dengan metode destilasi. Pada percobaan ini fenol didestilasi dari kotoran yang tidak menguap pada kecepatan tidak tetap. Kecepatan penguapan fenol perlahan-lahan sehingga volume destilat dan sampel yang didestilasi harus sama. Penggunaan CuSO_4 selama destilasi sampel yang telah diasamkan memungkinkan pembentukan kupri sulfidatanpa diikuti dekomposisi menjadi H_2S . Larutan yang asam juga mencegah pengendapan kupri hidroksida yang berperan sebagai bahan pengoksidasian terhadap fenol.

B. **Tujuan:** Untuk memurnikan fenol

C. Alat dan Bahan

Alat : - peralatan destilasi, semua dari gelas yang terdiri dari alat destilasi
pyrex kapasitas 1 liter dengan kondensor Graham

- pH meter

Bahan : semua bahan disiapkan dengan aquades bebas fenol dan klorin sebagai berikut:

- Larutan tembaga sulfat

Larutan 100 gram $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dalam aquades, encerkan sampai 1 liter

- Larutan asam fosfat, 1+9

Encerkan 10 ml H_3PO_4 85% sampai 100 ml dengan aquades

- Indikator metal jingga

Larutkan 0,5 gram metal jingga dalam 1 liter aquades

- Reagensia khusus untuk destilat yang keruh

1. Asam sulfat 1 N

2. Natrium klorida

3. Kloroform atau etil eter

4. Natrium hidroksida 2,5 N

Encerkan 41,7 ml NaOH 6 N sampai 100 ml atau 10 gram NaOH dilarutkan sampai 100 ml aquades

D. Prosedur Kerja

1. Sebanyak 500 ml sampel dimasukkan dalam gelas piala. pH diturunkan mendekati 4,0 dengan larutan H_3PO_4 1+9. Pengukuran pH menggunakan indikator metal jingga atau pH meter. Tambahkan 5 ml larutan CuSO_4 . Pindahkan larutan pada alat destilasi, gunakan gelas ukur 500 ml sebagai penerima.
2. Jika volume destilat telah mencapai 450 ml, destilasi dihentikan. Jika pendidihan berhenti, tambahkan 50 ml aquades bebas fenol pada labu destilasi, kemudian destilasi dilanjutkan hingga diperoleh 500 ml
3. Satu kali proses destilasi hendaknya memurnikan sampel sampai cukup baik. Kadang-kadang destilat keruh, dalam hal ini destilat perlu diasamkan dengan H_3PO_4 1+9 dan ditambahkan 5 ml larutan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ lalu didestilasi ulang seperti prosedur 2 di atas. Jika destilat kedua masih keruh, maka sebelum didestilasi digunakan proses ekstraksi seperti diuraikan dalam prosedur 4 di bawah ini.
4. Jika destilat kedua keruh, sampel asli 500 ml diekstraksi terlebih dahulu, dengan cara sebagai berikut:

Sampel diasamkan dengan ditambahkan 4 tetes indikator metal jingga dan H_3PO_4 1 N secukupnya. Pindahkan ke corong pisah dan tambahkan 150 gram NaCl. Kocok dengan penambahan kloroform lima kali. Penambahan pertama 40 ml dan penambahan selanjutnya masing-masing 25 ml. lapisan kloroform dipindahkan ke corong pisah kedua, kocok dengan penambahan 3 kali berturut-turut larutan NaOH 2,5 N, penambahan pertama 4,0 ml dan penambahan berikutnya masing-masing 3,0 ml. ekstrak alkali digabungkan, dipanaskan pada penangas air sampai kloroform hilang. Dinginkan dan encerkan sampai 500 ml dengan aquades dan akhirnya lakukan destilasi seperti diuraikan dalam prosedur 1 dan 2 di atas.

PERCOBAAN III

TETAPAN DISTRIBUSI (K_D) IOD PADA EKSTRAKSI CAIR-CAIR

A. Teori Dasar

Pada dasarnya harga K_D (tetapan distribusi) dapat ditentukan pada suhu tetap jika konsentrasi masing-masing gugus zat (analit) diketahui besarnya baik pada fasa air maupun pada fasa organiknya.

Iod (I_2) dapat larut dalam pelarut air tetapi jauh lebih mudah larut dalam pelarut organik, misalnya kloroform ($CHCl_3$) dan karbon tetraklorida (CCl_4). Apabila ke dalam larutan iod (pelarut air) ditambahkan salah satu pelarut organik tersebut, kemudian campuran di kocok dengan kuat, akan terjadi distribusi iod diantara kedua pelarut. Sedangkan iod larut di dalam pelarut organik dan sisanya tetap ketinggalan dalam air.

Dengan cara titrasi dapat ditentukan sisa konsentrasi iod dalam air dan konsentrasi iod yang pindah ke pelarut organik. Hasil ini dapat dipakai kemudian untuk menghitung harga K_D iod dalam sistem organik/air.

Pada pelaksanaan ekstraksi perlu dicari kondisi yang efisien apabila ekstraksi cukup dilakukan satu kali atau perlu dilakukan berulang. Alat yang umum digunakan dalam ekstraksi pelarut adalah corong pisah. Pertanyaan yang timbul adalah sampai batas sekecil berapakah jumlah pelarut akan digunakan dalam ekstraksi pelarut, atau dibagi menjadi berapa bagiankah pelarut tersebut untuk dipakai dalam pengulangan pemisahan supaya diperoleh kondisi yang optimum? Jawaban permasalahan ini dapat dijabarkan sebagai berikut:

Misalnya dalam volume V ml pelarut air (polar) mengandung W_0 gram senyawa terlarut yang dapat diekstraksi atau diambil dengan menambahkan pelarut organik (nonpolar) sebanyak S ml, jika W_1 gram merupakan berat dari zat terlarut yang tertinggal dalam fasa air sesudah pemisahan pertama, maka konsentrasi zat terlarut dalam fasa air adalah W_1/V g/ml dan dalam fasa organik adalah $(W_0 - W_1)/S$ g/ml dengan harga tetapan distribusinya:

$$K_D = \frac{W_1/V}{(W_0 - W_1)/S} \quad \text{atau} \quad W_1 = W_0 \frac{K_d V}{K_d V + S}$$

Selanjutnya, misalkan W_1 gram tetap tinggal dilapisan kedua, maka:

$$K_D = \frac{W_2/V}{(W_1 - W_2)/S} \quad \text{atau} \quad W_2 = W_1 \frac{K_d V}{K_d V + S}$$

$$= W_0 \left(\frac{K_d V}{K_d V + S} \right)^2$$

Hal yang sama juga apabila W_n gram tertinggal di dalam lapisan air, setelah pemisahan yang ke- n kalinya, maka:

$$W_n = W_0 \left(\frac{K_d V}{K_d V + S} \right)^n$$

Hasil akan diperoleh dengan baik apabila ekstraksi dilakukan beberapa kali dengan jalan membagi pelarut ekstraksi menjadi beberapa bagian daripada dilakukan sekali ekstraksi dengan menggunakan seluruh jumlah pelarut yang sama.

B. Tujuan: Menentukan nilai K_D iod untuk sistem organik/iod

C. Alat dan Bahan

Alat : corong pisah 50 ml atau 100 ml, gelas piala 100 ml, gelas ukur 50 ml, pipet ukur 25 ml, erlenmeyer, buret asam 50 ml, statif dan klem

Bahan : padatan iod, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,01 M, H_2SO_4 2 M, larutan kanji 0,2%, CCl_4 atau CHCl_3 , larutan kanji, dan aquades.

D. Prosedur Kerja

Timbang dengan teliti 0,125 gram padatan iod, kemudian larutkan dalam 50 ml air. Pindahkan 25 ml larutan kedalam corong pisah berukuran 50 ml atau 100 ml. tambahkan 5 ml pelarut kloroform atau tetraklorida (salah satunya saja) lalu kocok beberapa menit. Diamkan (*standing*) beberapa saat sampai terjadi pemisahan lapisan secara sempurna. Keluarkan larutan organikya melalui bagian bawah corong pisah dan lapisan airnya dituangkan kedalam erlenmeyer melalui bagian atas corong pisah. Asamkan larutan dalam pelarut air tersebut

dengan 4 ml larutan H_2SO_4 2 M. Tambahkan 1 ml larutan kanji 0,2% dan secepatnya dititrasi dengan larutan baku 0,01 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampai warna biru larutan tepat hilang. Hitung gram iod yang tertinggal dalam air. Dengan mengetahui jumlah gram iod aslinya, dapat dihitung jumlah gram iod yang terekstraksi dalam pelarut organik. Hitung K_D iod.

PERCOBAAN IV

EKSTRAKSI PADAT-CAIR

A. Teori Dasar

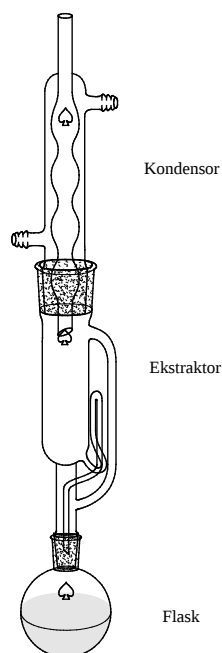
Jika suatu komponen dari campuran merupakan padatan yang sangat larut dalam pelarut tertentu dan komponen yang lain secara khusus tidak larut, maka proses pemisahan dapat dilakukan dengan pengadukan sederhana dan dengan pelarut tertentu yang diikuti dengan proses penyaringan. Akan tetapi, bila komponen terlarut sangat sedikit larut atau disebabkan oleh bentuknya sehingga proses pelarutan sangat lambat, maka perlu dilakukan pemisahan dengan ekstraksi soxlet.

B. **Tujuan:** menentukan kadar lemak dan minyak dalam ikan atau kemiri

C. Alat dan Bahan

Alat : alat ekstraksi padat-cair (soxlet)

Bahan : petroleum eter, CaCl_2 anhidrat, sampel ikan atau kemiri



Gambar 2. Alat ekstraksi padat-cair (soxlet)

D. Prosedur Kerja

a. Ekstraksi minyak ikan

Timbang ± 50 gram daging ikan yang telah dipotong-potong dan keringkan dalam oven selama 1 hari pada suhu 110°C . Daging ikan yang telah kering lalu ditimbang untuk mendapatkan kandungan air didalamnya. Daging ikan selanjutnya digerus dengan mortal sampai lunak. Pindahkan daging lunak tersebut secara hati-hati ke dalam filter, tambahkan 3 gram CaCl_2 dan tutup filter dengan kapas pada kedua sisinya. Jika ruang soxlet terlampau besar, isilah ruang ekstraksi soxlet dengan kelereng sedemikian hingga apabila filter yang telah terisi ikan kering diletakkan pada ekstraksi soxlet, maka sisi atasnya akan sedikit lebih tinggi daripada tabung sirkulasinya. Isilah labu pemanas dengan petroleum eter sampai kurang lebih $3/2$ volume labu. Panaskan hingga petroleum mendidih secara sempurna (*pemanasan dapat juga digunakan water bath*). Alirkan air pendingin melalui kondensor. Ekstraksi daging ikan tersebut selama kurang lebih 2 jam atau paling sedikit 6 kali sirkulasi. Setelah selesai, pasang labu yang berisi petroleum ke alat rotasi *evaporator* dan uapkan hingga seluruh petroleum hilang. (Penguapan dapat dilakukan juga secara terbuka dalam lemari asam, namun harus hati-hati sebab petroleum eter sangat mudah terbakar). Bersihkan bagian luar labu dengan tissue kemudian timbang labu yang berisi minyak ikan di dalamnya. Ukur volume minyak ikan yang diperoleh dan tentukan kandungan lemak dalam presentase dan hitung berat jenisnya.

b. Ekstraksi minyak kemiri

Haluskan butiran biji kemiri secukupnya dengan mortal hingga halus kemudian timbang ± 5 gram. Pindahkan kemiri halus secara hati-hati ke dalam filter, tambahkan pasir yang telah dipijarkan dan tutup filter tersebut dengan kapas pada kedua sisinya, lakukan ekstraksi sebagaimana prosedur a

PERCOBAAN V
PENENTUAN NIKEL SEBAGAI KOMPLEKS NIKEL-
DIMETILGLIOKSIM DENGAN EKSTRAKSI

A. Teori Dasar

Bila suatu zat terlarut terbagi atas dua cairan yang tidak saling bercampur, maka dalam keadaan setimbang terdapat hubungan antara konsentrasi zat terlarut dalam kedua fasa tersebut. Nernts pertama kali memberikan pernyataan mengenai Hukum Distribusi (1891), yaitu suatu zat terlarut akan membagi dirinya antara dua cairan yang tak saling campur sehingga angka banding konsentrasi pada kesetimbangan adalah konstan pada temperatur tertentu:

$$\frac{[A]_1}{[A]_2} = \text{tetap}$$

Dimana: $[A]_1$ = konsentrasi zat terlarut A dalam fasa cair 1

$[A]_2$ = konsentrasi zat terlarut A dalam fasa cair 2

Ekstraksi merupakan proses pemisahan di mana suatu zat terbagi dalam dua pelarut yang tidak bercampur.

$$K_D = \frac{[A]_1}{[A]_2}$$

K_D adalah koefisien distribusi atau koefisien partisi yang merupakan kelarutan relatif dari suatu senyawa terlarut dalam dua pelarut yang tidak bercampur. $[A]_1$ dan $[A]_2$ adalah konsentrasi senyawa A dalam pelarut 1 dan pelarut 2.

Biasanya pelarut pertama adalah air sedangkan pelarut kedua adalah pelarut organik yang tidak bercampur dengan air. Dengan demikian senyawa organik polar sebagian besar akan terdapat dalam fasa organik. Hal tersebut dikenal dengan *like dissolves like* yang berarti bahwa senyawa polar akan mudah larut dalam pelarut polar dan sebaliknya.

Ekstraksi pelarut umum dipakai untuk memisahkan sejumlah gugus yang diinginkan. Teknik pengerjaannya meliputi penambahan pelarut organik pada larutan air yang mengandung gugus yang bersangkutan. Selanjutnya proses

pemisahan dilakukan dalam corong pisah dengan jalan pengocokan beberapa kali. Untuk memilih jenis pelarut yang sesuai, harus diperhatikan faktor-faktor sebagai berikut:

1. Nilai koefisien distribusi tinggi untuk gugus yang bersangkutan dan koefisien distribusi rendah untuk gugus pengotor lainnya
2. Kelarutan rendah dalam air
3. Kekentalan rendah dan tidak membentuk emulsi dengan air
4. Tidak mudah terbakar dan tidak bersifat racun
5. Mudah melepaskan kembali gugus yang terlarut didalamnya untuk keperluan analisis lebih lanjut.

Ekstraksi dapat dilakukan secara kontinu atau secara bertahap; cara terakhir ini cukup dilakukan dalam corong pisah. Campuran dua pelarut dimasukkan dalam corong pisah, lapisan yang lebih ringan berada di sebelah atas. Proses ekstraksi dilakukan dengan jalan pengocokan berulang kali. Mengingat bahwa proses ekstraksi merupakan proses kesetimbangan maka pemisahan salah satu lapisan pelarut baru dapat dilakukan setelah kedua jenis pelarut ada dalam keadaan diam. Lapisan yang ada dibagian bawah dikeluarkan dari corong pisah dengan cara membuka kran corong, dijaga agar jangan sampai lapisan atas ikut mengalir keluar. Agar terjadi pemisahan cukup kuantitatif, sebaiknya ekstraksi dilakukan lebih dari satu kali.

Penentuan nikel sebagai kompleks dimetilglioksim

Dalam jumlah renik (200-400 µg nikel), ion logam ini membentuk kompleks merah dengan dimetilglioksim dalam suasana sedikit basa. Ia hanya sedikit larut dalam kloroform (35-50 µg Ni per ml). Nikel pH maksimum yang dibutuhkan untuk ekstraksi adalah 7-12, tercampur dengan sitrat. Kompleks nikel ini menyerap dengan maksimal pada 366 nm dan juga antara 465-470 nm.

B. Alat dan Bahan

- Alat :
- Corong pisah 125 ml
 - Labu takar 25 ml
 - Peralatan gelas analitik yang umum
 - Spektronik 20D
 - Pipet ukur 10 ml
 - Timbangan analitik
- Bahan :
- Nikel (II) amoniumsulfat.6H₂O
 - Asam sitrat
 - Amoniak pekat
 - Dimetilglioksim
 - Kloroform

C. Prosedur Kerja

Timbang dengan teliti 0,135 gram nikel (II) amoniumsulfat murni dan larutkan dalam 1 liter aquades. Pindahkan 10 ml larutan ini (kadar Ni kira-kira 200 µg) ke dalam gelas kimia yang berisi 90 ml air, lalu tambahkan 2 gram asam sitrat dan larutan amoniak encer hingga pH menjadi 7,5. Dinginkan dan pindahkan ke dalam corong pisah, tambahkan 20 ml larutan dimetilglioksim. Setelah 1-2 menit, tambahkan 12 ml kloroform. Kocok selama 1 menit, lalu biarkan kedua lapisan terpisah. Keluarkan lapisan organik yang berwarna merah, tentukan absorbansi larutan ini dalam sel 1,0 cm pada panjang gelombang 366 nm terhadap larutan blanko.

Catatan: sebagai larutan dimetilglioksim dipakai 0,5 gram pereaksi yang dilarutkan dalam 250 ml larutan amonia kemudian diencerkan dengan air hingga 500 ml.

PERCOBAAN VI

EKSTRAKSI PADAT-CAIR FENOL DENGAN SEP PAK C18 SEBAGAI FASA PADAT

A. Teori Dasar

Ekstraksi padat-cair adalah teknik preparasi sampel secara kromatografi yang dipakai untuk pemisahan, pemekatan dan pemurnian senyawa kimia dan larutan. Untuk mengambil komponen yang diinginkan maka perlu digunakan pelarut yang selektif terhadap komponen tersebut, sehingga selain dengan maksud untuk pemekatan juga berfungsi sebagai pemisahan dan pemurnian.

Dalam ekstraksi padat-cair, sampel ditahan atau diserap oleh suatu adsorben kemudian didesorpsi dengan cara elusi, pemilihan fasa padat (adsorben) adalah faktor yang sangat menentukan karena fasa padat merupakan inti dari metode ekstraksi ini yang prinsipnya mirip dengan kolom dalam kromatografi. Untuk mengekstraksi fenol dalam air dengan menggunakan metode ekstraksi padat cair telah dikembangkan beberapa fasa padat diantaranya adalah CCB, asetil-PS_DVB, amberlit XAD-4, oktadesil Si-100, tenax, polimer Rp-18, C18, carbograph-4, carbograph-5, PLR-PS, eviro-chrom P, dan LIChrrolutEN.

Pada percobaan ini dipelajari ekstraksi padat cair dengan menggunakan cartridge Sep Pak C18 untuk mengekstraksi fenol dalam sampel air. Setelah itu, dilakukan uji kualitatif fenol yang terekstrak dengan pereaksi aminoantipirin.

- B. Tujuan :** mempelajari ekstraksi padat - cair. Fenol dengan menggunakan cartridge Sep Pak C18 dan menentukan fenol yang terekstrak secara kualitatif dengan pereaksi aminoantipirin.

C. Alat dan Bahan

- Alat : corong pisah, erlenmeyer bercucuk, syringe, sumbat karet, pompa vacuum, cartridge sep pak C18, dan peralatan gelas lainnya
- Bahan : - Asam klorida 2 M

- Methanol
- Larutan amonium klorida
Larutkan 5 gram NH_4Cl dalam aquades dan encerkan hingga 100 ml
- Larutan aminoantipirin
Larutkan 2,0 gram 4-aminoantipirin dalam aquades dan encerkan hingga 100 ml. larutan ini dibuat baru setiap kali akan digunakan
- Larutan kaliumferisianida
Larutkan 8,0 gram $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ dalam aquades dan encerkan hingga 100 ml. jika perlu, disaring. Larutan yang baru dapat digunakan selama 1 minggu.

D. Prosedur Kerja

a. Aktivasi sep pak C18

Alirkan berturut-turut 10 ml HCl 2 M, 10 ml aquades, dan 10 ml methanol ke dalam sep pak dan dibiarkan sampai menetes.

b. Adsorpsi fenol pada sep pak C18

Proses adsorpsi fenol pada cartridge Sep Pak C18 menggunakan alat seperti pada gambar 3 dan dilakukan dengan cara mengalirkan 500 ml sampel air yang mengandung fenol dengan laju alir 20 ml/menit ke dalam cartridge Sep Pak C18, selama mengalirkan sampel pompa vakum dihidupkan dan untuk mengatur laju alir dilakukan dengan mengatur kran sesuai dengan laju alir yang diinginkan.

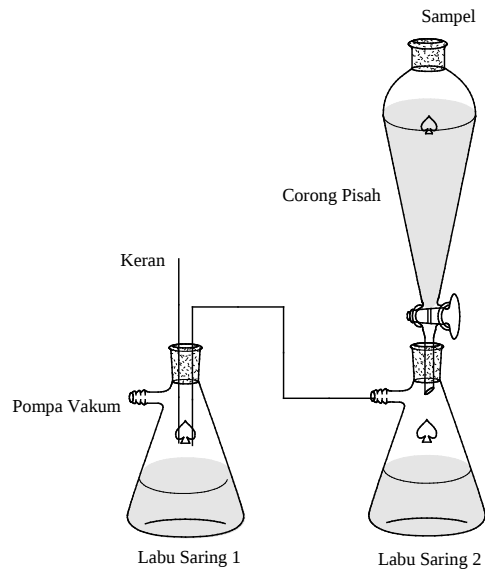
c. Elusi fenol dan sep pak C18

Untuk mengelusi fenol yang sudah teradsorb dalam cartridge Sep Pak C18 dilakukan dengan cara mengaliri cartridge Sep Pak C18 tersebut dengan 5 ml methanol. Tampung efluent dalam tabung reaksi.

d. Penentuan kualitatif fenol

Fenol yang terelusi ditambahkan 1 ml larutan NH_4Cl , pH diatur sampai $10,0 \pm 0,2$ dengan NaOH pekat. Tambahkan berturut-turut 1 ml larutan

aminoantipirin dan 1 ml larutan kaliumferisianida, lalu kocok tabung reaksi. Larutan akan jernih dan berwarna kuning muda.



Gambar 3. Rangkaian Peralatan absorpsi fenol pada cartidge Sep Pak C 18

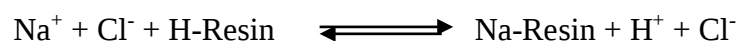
PERCOBAAN VII

PENENTUAN KAPASITAS RESIN PENUKAR ION

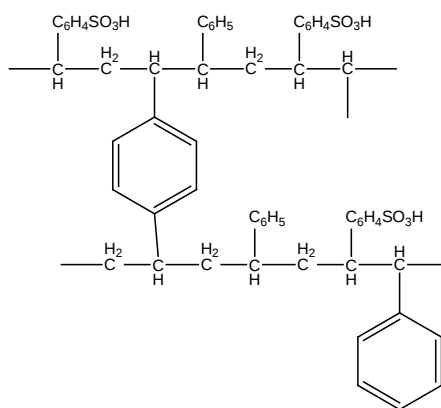
A. Teori Dasar

Anekaragam bahan alamiah maupun sintetik organik maupun anorganik, memperagamkan perilaku petukaran ion. Dalam laboratorium penelitian, di mana keseragaman dipentingkan, penukar ion yang disukai biasanya adalah bahan sintetik yang dikenal sebagai resin penukar ion. Resin penukar ion adalah suatu senyawa polimer tinggi dimana terdapat gugusan-gugusan fungsional yang mengandung ion-ion yang dapat ditukar. Kalau ion-ion yang dapat ditukar ini adalah kation, maka disebut resin penukar kation (*cation exchange resin*), sedangkan jika yang dipertukarkan adalah anion disebut resin penukar anion (*anion exchange resin*). Resin-resin itu disiapkan dengan memasukkan gugus-gugus terionkan ke dalam suatu matriks polimer organik, yang paling lazim diantaranya adalah polistirena dengan hubgan silang (*cross linking*) yang mengakibatkan molekul resin mempunyai konfigurasi tata jarring (*network*) yang permeabel sehingga air dan larutan ion-ion dapat bergerak masuk didalamnya. Banyaknya hubungan silang yang memberikan konfigurasi tata jarring ditentukan oleh presentase divinilbenzen yang ditambahkan. Resin penukar ion biasanya dibuat dalam bentuk buti-butir bulat dengan berbagai ukuran (mesh). Pada aplikasinya, resin dimasukkan ke dalam kolom kaca dengan panjang tertentu sehingga diperoleh suatu kolom resin penukar ion. Di dalam kolom ini dapat dilakukan penukaran dan pemisahan ion-ion secara ekuivalen.

Suatu contoh jenis penukar kation, berupa kopolimer dari stiren dan divinilbenzen dan disulfonasikan (dapat dilihat pada gambar 4). Apabila larutan yang mengandung NaCl dituangkan pada kolom penukar kation, maka akan terjadi reaksi pertukaran sebagai berikut:



dengan H-Resin merupakan resin (polimer) yang tidak bergerak dalam keadaan *hydrogencycle*. Dalam reaksi penukaran di atas, ion H^+ ditukar dengan jumlah ekuivalen ion Na^+ sehingga walaupun yang dituangkan ke dalam kolom adalah NaCl, tetapi yang keluar dari dalam kolom adalah HCl (pertukaran secara ekuivalen).

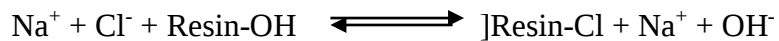


Gambar 4. Resin Penukar Kation

Jumlah NaCl yang dapat diubah ke dalam bentuk HCl bergantung pada *kapasitas resin* dan *banyaknya resin* itu sendiri di dalam kolom. Kapasitas resin penukar ion adalah suatu bilangan yang menyatakan banyaknya ion yang dapat ditukarkan untuk setiap satu gram resin kering, atau banyaknya ion yang dapat ditukar untuk setiap satu milliliter resin basah. Besarnya nilai kapasitas pertukaran dari suatu resin penukar ion bergantung pada jumlah gugus ion yang dapat ditukarkan yang terkandung dalam setiap gram bahan resin tersebut. Semakin besar jumlah gugusan ion semakin besar pula nilai kapasitas pertukarannya. Nilai kapasitas pertukaran suatu resin perlu diketahui dalam suatu analisis kimia untuk dapat memperkirakan banyaknya resin yang diperlukan dalam kolom.

Resin penukar anion pada gambar 5 merupakan suatu kopolimer dari system dan divinilbenzen yang mengandung gugusan-gugusan amin (ammonium kuarterner) bersifat basa dan ion Cl^- (namun ion lain dapat dipakai, misalnya OH^- , SO_4^{2-} , dan sebagainya).

Seperti halnya pada resin penukar kation, maka resin penukar anion dapat mempertukarkan ion OH⁻ dari resin dengan anion-anion lain secara ekuivalen. Jika NaCl dimasukkan ke dalam kolom berisi resin penukar anion, maka akan terjadi reaksi:



B. Alat dan Bahan

Alat :	o Cawan penguap	o Corong pisah
	o Kaca arloji	o Erlenmeyer
	o Corong	o Buret
	o Kolom resin	o Gelas kimia
Bahan :	o Resin	o NaNO ₃ 0,25 M
	o Na ₂ SO ₄ 0.25 M	o AgNO ₃ 0,1 M
	o NaOH 0,1 M	o K ₂ Cr ₂ O ₄ (sebagai indikator)
	o Indikator PP	o Aquades

C. Prosedur Kerja

a. Kapasitas resin penukar kation

Keringkan resin penukar kation (misalnya zirconit 225 dalam bentuk hidrogen) dalam cawan penguap yang ditutupi dengan kaca arloji pada temperatur 25°C-30°C selama 2-3 hari. Siapkan kolom resin penukar ion ukuran ±15 cm x 1 cm. tuangkan ke dalam kolom resin tersebut air suling sampai terisi ½ bagian kolom. Timbang teliti 0,5 gram resin kering dalam kaca arloji dan masukkan hati-hati ke dalam kolom. Tambahkan air suling untuk melindungi resin dengan permukaan air tetap 1 cm di atas permukaan resin. Tambahkan 250 ml 0,25 M Na₂SO₄ melalui corong pisah di atas kolom dengan kecepatan penetesan 2 ml/menit. Tangkap efluent dalam erlenmeyer 500 ml. bila semua efluent sudah tertampung, titrasi efluent dengan larutan

standar 0,1 N NaOH dengan indikator phenolphthalein (PP) sampai warna merah.



Kapasitas resin penukar kation dalam miliekivalen/gram adalah

$$C = \frac{N \cdot v}{w}$$

dimana: C = kapasitas resin

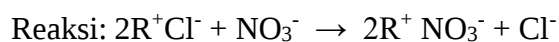
N = normalitas NaOH (mek/ml)

v = volume NaOH (ml)

w = berat resin (g)

b. Kapasitas resin penukar anion

Siapkan kolom resin penukar ion ukuran ± 15 cm x 1 cm. Tuangkan ke dalam kolom resin tersebut air suling sampai terisi $\frac{1}{2}$ bagian kolom. Timbang tetli 1 gram resin penukar anion (dalam bentuk klorida) dalam kaca arloji dan masukkan hati-hati ke dalam kolom. Tambahkan air suling untuk melindungi resin dengan permukaan air tetap 1 cm di atas permukaan resin. Tambahkan 250 ml 0,25 M NaNO₃ melalui corong pisah di atas kolom dengan kecepatan penetesan 2 ml/menit. Tampung efluent dalam erlenmeyer 500 ml. bla semua efluent sudah tertampung titrasi efluent dengan larutan standar 0,1 M AgNO₃ dengan K₂Cr₂O₄ sebagai ndikator.



Kapasitas resin penukar anion dalam miliekivalen/gram adalah:

$$C = \frac{N \cdot v}{w}$$

dimana: C = kapasitas resin

N = normalitas AgNO₃ (mek/ml)

v = volume AgNO₃ (ml)

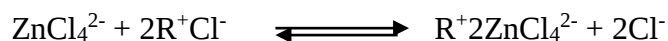
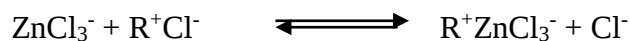
w = berat resin (g)

PERCOBAAN VIII

UJI KUALITATIF SENG DAN NIKEL DALAM CAMPURAN MENGUNAKAN PENUKAR ION

A. Teori Dasar

Percobaan ini menggunakan aplikasi penukar ion pada pemisahan dua komponen dari suatu campuran dengan pembentukan kompleks. Dalam larutan HCl 2 M, seng (II) akan membentuk kompleks bermuatan negatif ZnCl_2 dan ZnCl_4^{2-} yang dapat ditukarkan dengan ion-ion klorida dalam suatu resin penukar ion yang berada dalam bentuk klorida.



Nikel (II) tidak membentuk kompleks yang stabil dengan klorida pada kondisi tersebut, dan juga karena kation tidak dapat berinteraksi dengan situs penukar anion, maka nikel tidak terjerap dalam resin. Jika suatu resin pertukaran anion dalam bentuk klorida ditempatkan dalam kolom dan larutan yang mengandung campuran seng dan nikel dalam HCl 2 M dilewatkan dalam resin tersebut, maka seng akan terjerap dalam resin dan nikel tidak. Jika nikel telah dielusi, 0,01 M HCl kemudian dilewatkan dalam kolom. Hal ini akan menurunkan konsentrasi ion klorida pada level dimana kompleks anionik seng-kloro tidak lagi stabil dan seng dapat dielusi. Kompleks-kompleks kloro dari logam-logam transisi mempunyai stabilitas yang bervariasi pada range yang luas; dengan suatu perubahan sistematis pada konsentrasi eluent HCl, sejumlah nikel dan seng dapat dipisahkan menggunakan prosedur yang digambarkan disini.

Setelah pemisahan, seng dan nikel dapat diuji keberadaannya dengan pereaksi-pereaksi spesifik.

- B. **Tujuan :** menentukan seng dan nikel yang ada dalam campuran secara kualitatif dengan pereaksi spesifik setelah dipisahkan dengan penukar ion.

C. Alat dan Bahan

Alat : kolom resin, tabung reaksi, alat-alat gelas

Bahan :

▪ Resin penukar anion basa kuat	▪ NaNO_3 0,25 M
▪ Cuplikan (campuran seng+nikel)	▪ NH_3 6 M
▪ HCl 2 M	▪ NaOH 0,01 M
▪ HCl 0,1 M	▪ Natrium dimetilglioksim 2%
	▪ $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ 1 M

D. Prosedur Kerja

a. Pemisahan seng dan nikel dengan penukar anion

Siapkan kolom yang panjangnya 25 cm dengan diameter 1,3 cm lalu isi dengan resin penukar anion basa kuat setinggi ± 10 cm. bilas kolom dengan aquades untuk menghilangkan gelembung udara pada dinding kolom. Cuci dengan 50 ml NH_3 6 M untuk menghilangkan spesies-spesies anion logam lain, kemudian cuci dengan 100 ml aquades dan 100 ml HCl 2 M. semua tahap pencucian ini dilakukan dengan laju alir 2-3 ml/menit. jaga agar permukaan air tetap berada diatas resin. Siapkan pula larutan cuplikan yang mengandung campuran seng dan nikel.

Lewatka 10 ml cuplikan (campuran seng dan nikel) ke dalam kolom dengan kecepatan 2-3 ml/menit lalu tamping efluent dalam Erlenmeyer. Bila kolom resin dengan beberapa porsi HCl 2 M sebanyak 3-4 ml, biarkan HCl ini menyentuh permukaan resin. Setelah itu lewatkan 50 ml HCl 2 M ke dalam kolom untuk mengelusi nikel. Setelah elusi selesai, tempatkan Erlenmeyer ke dalam *steam bath* atau *hot plate* (jangan memanaskan residu terlalu tinggi sebab akan menyebabkan nikel klorida yang larut terkonversi ke dalam bentuk nikel oksida yang tidak larut).

Pasang erlenmeyer lain di bawah kolom lalu elusi seng dari dalam kolom dengan beberapa porsi HCl 0,01 M sebanyak 2-3 ml, biarkan beberapa saat larutan HCl bersentuhan dengan permukaan resin kemudian lewatkan 150 ml HCl 0,01 M ke dalam kolom dengan kecepatan 1-2 ml/menit (15-20 tetes/menit)

b. *Uji kualitatif nikel (Ni)*

Sebanyak 1-2 ml efluent yang mengandung nikel dimasukkan ke dalam tabung reaksi, tambahkan NaOH 0,01 M secukupnya hingga pH sekitar 7, lalu masukkan beberapa tetes larutan natrium dimetilglioksim 2%. Terbentuknya endapan merah menunjukkan adanya nikel.

c. *Uji kualitatif seng (Zn)*

Sebanyak 1-2 ml efluent yang mengandung seng dimasukkan ke dalam tabung reaksi, tambahkan beberapa tetes larutan $K_4Fe(CN)_6$ 1 M atau. terbentuknya endapan putih menunjukkan adanya seng.

(Catatan: Apabila kolom telah dipakai dan hendak disimpan, lewatkan berturut dinatrium fosfat 1 M -turut 50 ml HCl 0,1 M dan 50 ml HCl 2 M dengan laju alir 2-3 ml/menit untuk mengkonversi resin ke dalam bentuk klorida kembali. Setelah itu kolom dicuci dengan aquades hingga efluent yang mempunyai pH netral)

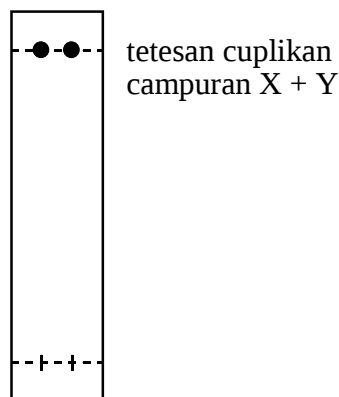
PERCOBAAN IX

KROMATOGRAFI KERTAS

A. Teori Dasar

Gordon, Martin, dan Synge telah melakukan kromatografi partisi dengan menggunakan kertas sebagai adsorbennya. Oleh karena itu, cara kromatografi ini disebut kromatografi kertas.

Suatu campuran zat-zat yang akan dipisahkan berupa tetesan kecil ditetesi beberapa cm dari tepi secarik kertas saring (gambar 6). Kemudian tepi (ujung) kertas saring yang paling berdekatan dengan tetesan campuran zat tersebut dicelupkan dalam suatu sistem pelarut sedemikian hingga tetesan itu sendiri tidak tercelup.



Gambar 6. Suatu teknik kromatografi kertas sederhana

Sistem pelarut tersebut (developing solution) biasanya terdiri dari pelarut organik yang telah dijenuhkan dengan air. Sistem pelarut akan terhisap oleh kertas saring dan akan bergerak sepanjang kertas saring tersebut, melalui tetesan zat yang akan dipisahkan. Air dari sistem pelarut yang terhisap oleh kertas saring akan diadsorpsi oleh kertas dan menjadi pelarut diam atau fasa diam. Sedangkan pelarut organik dari sistem pelarut akan bertindak sebagai pelarut bergerak atau fasa gerak.

Sesudah men-*develop* yang cukup lama hingga pelarut berkesempatan untuk bergerak sepanjang jarak tertentu pada kertas saring, maka kromatogram tersebut dikeringkan lalu disemprot dengan suatu pereaksi. Pereaksi tersebut akan mengadakan reaksi warna dengan berbagai zat terlarut yang sudah terpisah satu sama lain. Tempat terdapatnya berbagai zat yang sudah terpisah ditandai dengan noda warna tertentu.

Suatu besaran yang penting dalam kromatografi kertas ini adalah nilai R_f dengan rumus:

$$R_f = \frac{\text{jarak gerak zat terlarut}}{\text{jarak gerak pelarut}} = \frac{x}{p} = \frac{y}{p}$$

Nilai R_f ini bersifat spesifik untuk setiap zat yang telah terpisah pada pelarut tertentu.

B. Tujuan: menentukan nilai R_f cuplikan tertentu dengan kromatografi kertas

C. Alat dan Bahan

Alat : silinder kaca, kertas saring whatman, alat-alat gelas

Bahan : - cuplikan yang mengandung ion-ion Pb^{2+} , Ag^+ , dan Hg^{2+}
- larutan standar (4 mg/ml) dalam bentuk klorida: Pb^{2+} , Ag^+ , dan Hg^{2+}

Pelarut : campuran air 15%, etilasetoasetat 10%, n-butanol 75%, dan asam asetat glasial secukupnya sampai range pH 3,5-5.

D. Prosedur Kerja

Tempatkan 50 ml pelarut dalam silinder kaca. Siapkan kertas whatman 25x25 cm. Pada jarak 2 cm dari salah satu sisinya dibuat garis (dengan pensil) yang dibagi menjadi 6 bagian dan ditandai dari nomor 1 sampai dengan nomor 6. Pada tanda 1, 3, dan 5, teteskan larutan standar (masing Pb^{2+} , Ag^+ , dan Hg^{2+}). Pada tanda 2, 4, dan 6 teteskan larutan cuplikan. Dengan menggunakan penjepit, buat kertas ini menjadi suatu silinder. Tempatkan silinder kertas ini dalam silinder kaca yang sudah disediakan, dengan sisi kertas yang mengandung

tetesan-tetesan zat pada bagian bawah. Jaga agar silinder kertas tidak menyinggung dinding kaca. Tutup silinder kaca tersebut. Setelah permukaan pelarut berjalan hingga $\pm 3/4$ bagian dari tinggi kertas, keluarkan silinder kertas tersebut. Beri tanda permukaan pelarut dengan pensil, buka penjepit kertas dan keringkan. Semprot lembaran ini dengan K_2CrO_4 encer. Warna-warna $PbCrO_4$, $AgCrO_4$, dan $HgCrO_4$ dapat didefinisikan setiap ion-ion dalam larutan. Beri tanda noda-noda yang terjadi dan hitung R_f untuk zat standar dan cuplikan.

PERCOBAAN X

PEMISAHAN DENGAN KROMATOGRAFI GAS

A. Teori Dasar

Campuran pentana, heksana, dan heptana dapat dipisahkan dengan kromatografi gas. Pemisahan ini dapat dilakukan dengan berbagai jenis kolom, sedangkan detektornya dapat dipakai detektor *thermal conductivity* atau *hot wire* yang sederhana. Respon instrumen terhadap masing-masing senyawa dikalibrasi dengan menginjeksikan senyawa-senyawa tersebut secara individual.

- B. **Tujuan:** memisahkan senyawa pentana, heksana, dan heptana secara kromatografi gas

C. Alat dan Bahan

Alat : instrumen kromatografi gas, alat-alat gelas

Bahan : aseton dan campuran standar yang dibuat dengan cara mencampur 15 ml n-pentana, 10 ml n-heksana, dan 15 ml n-heptana. Campuran sebaiknya dibuat pada hari percobaan dan ditempatkan dalam botol yang tertutup.

D. Prosedur Kerja

Mintalah campuran senyawa yang belum diketahui dari asisten, selanjutnya alat KG diset sesuai dengan kondisi percobaan yang diperlukan (harap konsultasi terlebih dahulu dengan asisten atau operator). Gunakan *syringe* yang sesuai dengan alat yang dipergunakan, dan ambilah kromatogram untuk tiap-tiap senyawa secara terpisah, tiga kromatogram campuran standar dan tiga kromatogram campuran yang belum diketahui (sampel). Selesai pengambilan kromatogram, biarkan instrumen seperti semula dan konsultasikan kepada asisten atau operator untuk mematikannya. Berdasarkan data kromatogram campuran standar dan kromatogram dari individu campuran, tentukan kadar masing-masing senyawa dalam campuran yang belum diketahui.

DAFTAR PUSTAKA

- Day, R.A. and Underwood, A.L.. 1989, *Analisis Kimia Kuantitatif* , Edisi Kelima, Erlangga, Jakarta.
- Grenberg, A.E., Rand, M.C., and Taras. M.J., 1992, *Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater*, Eighteenth Edition, American Public Health Association, Washington DC.
- Harris, W.E. and Kratochvil, B., 1980, *An Introduction to chemical Analysis*, Saunders College Publishing, Philadelphia.
- Radojevic, M. And Bashkin, V.N. , 1999, *Practical Enviromental Analysis*, Thomas Graham House, Cambridge.