



ANALISIS ANION KATION

KIM/ ANL - II

BAGIAN PROYEK PENGEMBANGAN KURIKULUM
DIREKTORAT PENDIDIKAN MENENGAH KEJURUAN
DIREKTORAT JENDERAL PENDIDIKAN DASAR DAN MENENGAH
DEPARTEMEN PENDIDIKAN NASIONAL
JAKARTA
2004

KATA PENGANTAR

Pendidikan Menengah Kejuruan sebagai penyedia tenaga kerja terampil tingkat menengah dituntut harus mampu membekali tamatan dengan kualifikasi keahlian standar serta memiliki sikap dan perilaku yang sesuai dengan tuntutan dunia kerja. Sejalan dengan itu maka dilakukan berbagai perubahan mendasar di dalam penyelenggaraan pendidikan kejuruan. Salah satu perubahan tersebut adalah penerapan Sistem Pendidikan dan Pelatihan Berbasis Kompetensi.

Dalam rangka mengimplementasikan kebijakan tersebut, maka dirancang kurikulum yang didasarkan pada jenis pekerjaan dan uraian pekerjaan yang dilakukan oleh seorang analis dan teknisi kimia di dunia kerja. Berdasarkan hal itu disusun kompetensi yang harus dikuasai dan selanjutnya dijabarkan ke dalam deskripsi program pembelajaran dan materi ajar yang diperlukan yang disusun ke dalam paket-paket pembelajaran berupa modul.

Modul-modul yang disusun untuk tingkat II di SMK program keahlian Kimia Analisis dan Kimia Industri berjumlah empat belas modul yang semuanya merupakan paket materi ajar yang harus dikuasai peserta didik untuk memperoleh sertifikat sebagai **Pengelola Laboratorium**. Judul-judul modul dapat dilihat pada peta bahan ajar yang dilampirkan pada setiap modul.

BANDUNG, DESEMBER 2003

TIM KONSULTAN KIMIA
FPTK UPI

DAFTAR ISI MODUL

Halaman

HALAMAN DEPAN	
KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	ii
PETA KEDUDUKAN MODUL	iv
PERISTILAHAN/GLOSARIUM	v
I. PENDAHULUAN	
A. Deskripsi	1
B. Prasyarat	1
C. Petunjuk Penggunaan Modul	1
1. Panduan belajar bagi siswa	1
2. Panduan Mengajar Bagi Guru	2
D. Tujuan akhir	2
E. Kompetensi	2
F. Cek Kemampuan	3
II. PEMBELAJARAN	
A. Rencana Belajar Siswa	5
B. Kegiatan Belajar	5
1. Kegiatan Belajar 1	5
a. Tujuan Kegiatan Pembelajaran 1	5
b. Uraian Materi: Metode Analisis Kualitatif.....	5
1. Analisis Pendahuluan	6
a. Pengamatan terhadap warna, bau, serta bentuk/wujud sampe.....	6
b. Tes kelarutan	7
c. Tes keasaman larutan.	7
d. Pemanasan zat pada pipa pijar	7
e. Tes nyala	8
2. Penentuan Titik Leleh	9
3. Pengamatan Bentuk Kystal	10
4. Indeks bias	11
5. Penentuan Titik Didih.....	12

6. Penentuan Sifat Keasaman dan Kebasaan Sampel	13
c. Rangkuman 1	14
d. Tugas 1	14
e. Tes Formatif 1	14
f. Kunci Jawaban Tes Formatif 1	15
2. Kegiatan Belajar 2	16
a. Tujuan Kegiatan Belajar 2	16
b. Uraian Materi : Analisis Kualitatif Berdasarkan Metode H ₂ S	16
1. Identifikasi kaiton berdasarkan H ₂ S	16
a. Golongan I.....	18
b. Golongan II	20
c. Golongan III	22
d. Golongan IV	23
e. Golongan V (Golongan sisa)	23
2. Identifikasi anion	26
c. Rangkuman 2.....	28
d. Tugas 2	28
e. Tes Formatif 2.	28
f. Kunci Jawaban Tes Formatif 2	29
 III. EVALUASI	 30
Kunci Jawaban Evaluasi	30
 IV. PENUTUP	 33
 DAFTAR PUSTAKA	 34

PERISTILAHAN/GLOSARIUM

Analisa kualitatif	: Suatu analisa untuk menentukan macam atau jenis atau komponen-komponen bahan yang dianalisa, analisa ini disebut juga sebagai analisa jenis
Analisa pendahuluan	: Suatu tahapan analisa awal dalam analisa kualitatif, biasanya dilakukan berdasarkan pengamatan terhadap sifat-sifat fisis sampel
Anion	: Ion yang bermuatan negatif, misalnya Cl^- , SO_4^{2-}
Indeks bias	: Bilangan yang menunjukkan perbandingan sinus sudut datang dengan sinus sudut bias cahaya yang melewati suatu media
Indikator asam-basa	: Suatu zat yang mampu berubah warna yang berlainan dengan adanya perubahan pH
Kation	: Ion yang bermuatan positif, misalnya Na^+ , Ca^{2+}
Larutan ekstrak soda	: Filtart yang diperoleh dari larutan yang dibuat dengan cara memasak sampel dalam larutan jenuh natrium karbonat
Menyublim	: Suatu perubahan fasa dari fasa padat ke fasa gas
Metode H_2S	: Suatu cara penentuan kation dalam analisa kualitatif dengan cara klasifikasi kation-kation terhadap beberapa pereaksi klorida, sulfida dan karbonat
Tes nyala	: Suatu tes yang dilakukan dalam analisa kualitatif dengan cara mengamati warna nyala suatu sampel pada suatu pembakar
Titik didih	: Suhu dimana tekanan uap zat cair sama dengan tekanan luar di atas permukaan zat cair tersebut
Titik leleh	: Suhu dimana keadaan setimbang antara fasa padat dan fasa cair

Comment:

I. PENDAHULUAN.

A. Deskripsi

Modul asidi alkali metri (Titrasi) ini adalah modul ke 9 yang harus dikuasai siswa di tingkat II untuk Kimia Analisis . Dalam modul ini dibahas mengenai analisis kualitatif bahan secara karakterisasi fisis dan secara kualitatif dengan metode H₂S. Analisis kualitatif bahan secara fisis meliputi pengamatan wujud, warna, kelarutan, titik didih, indeks bias, titik leleh, reaksi nyala serta bentuk kristal. Sedangkan analisis bahan secara kualitatif dengan metode H₂S meliputi analisis kation dan penggolongannya serta analisis anion. Pembahasan materi tersebut dibagi dalam dua kegiatan belajar. Kegiatan belajar 1 merupakan pembahasan tentang analisis kualitatif bahan secara karakterisasi fisis dan kegiatan belajar 2 mengenai analisis bahan dengan metode H₂S.

Waktu untuk mempelajari modul ini dialokasikan sebanyak 120 jam.

B. Prasyarat

Agar dapat menguasai materi modul ini secara optimal , dipersyaratkan anda memahami terlebih dahulu dengan baik tentang sifat fisis dan sifat kimia dari bahan termasuk di dalamnya pemahaman tentang reaksi-reaksi kimia. Oleh karena itu anda terlebih dahulu harus sudah menguasai materi modul:

1. Nama dan Sifat Bahan Kimia
2. Stoikiometri
3. Kimia Unsur 1

C. Petunjuk Penggunaan Modul

Modul ini dirancang sebagai bahan untuk melangsungkan pembelajaran maupun kerja mandiri. Untuk meningkatkan proses dan hasil belajar, maka pada bagian ini diberikan panduan belajar bagi siswa dan panduan mengajar bagi guru.

1. Panduan belajar bagi siswa
 - a. Bacalah dengan cepat secara keseluruhan modul ini (*skimming*)
 - b. Buatlah diagram yang berisikan materi utama yang dibicarakan dalam modul ini berikut aktifitas yang diminta. Beri kotak segi empat untuk setiap materi/konsep utama yang dibicarakan. Tiap kotak diberi nomor urut untuk memudahkan penelusuran isi konsepnya.

- c. Siapkan kertas kosong HVS berukuran 10x10 cm (lebih baik lagi kertas lipat berwarna yang banyak dijual di toko buku). Tuliskan nomor dan makna atau isi konsep sesuai yang tercantum dalam diagram.
 - d. Pahami isi masing-masing konsep yang tertera pada diagram.
 - e. Diskusikan dengan guru dan teman-teman tentang konsep-konsep yang belum anda fahami hingga mendapat kejelasan.
 - f. Jawablah semua soal yang menguji penguasaan konsep, kemudia periksa hasilnya dengan kunci jawaban yang disediakan. Pelajarilah kembali apabila penguasaan kurang dari 80 %. Ingat! Kunci jawaban hanya digunakan setelah anda mengerjakan soal, dan hanya digunakan untuk mengetahui pemahaman nyata anda.
 - g. Selesaikanlah tugas-tugas yang diberikan pada modul ini.
2. Panduan Mengajar Bagi Guru
- a. Sebelum pembelajaran dengan modul ini dilangsungkan, terlebih dahulu dipersiapkan OHT (*Overhead Transparencies*) yang memuat struktur materi/konsep utama dalam bentuk diagram. Transparansikan bagan ruang lingkup materi titrasi asidi alkali metri dan kaitannya dengan konsep-konsep lain.
 - b. Tugaskan pada kelompok siswa untuk menelaah konsep dasar titrasi, penggolongan titrasi serta alasan pemilihan indikator dalam titsuai asam basa.
 - c. Diskusikan kesulitan siswa dalam memahami dan melakukan titrasi asam basa serta latih keterampilan siswa dalam menentukan titik akhir titrasi.
 - d. Bimbing siswa dalam melakukan praktek dan menganalisis data hasil titrasi.
 - e. Evaluasi kemampuan siswa dalam aspek kognitif, psikomotor dan afektif. Bagi siswa yang belum mencapai penguasaan minimal 80% disuruh untuk mempelajari kembali secara mandiri materi dalam modul ini di rumahnya.

D. Tujuan Akhir

Setelah mempelajari modul ini diharapkan Anda:

1. Mampu dan terampil melakukan analisis bahan secara fisis
2. Mampu dan terampil melakukan analisis bahan secara kualitatif dengan metode H₂S

E. Kompetensi

Kompetensi yang harus dicapai melalui modul ini mencakup aspek-aspek:

Kompetensi : Menganalisis bahan secara kualitatif

Sub Kompetensi	: Melakukan analisis kualitatif bahan secara karakterisasi fisis dan metode H ₂ S.
Kriteria unjuk kerja	: Analisis kualitatif bahan didasarkan karakterisasi fisis dan metode H ₂ S
Lingkup belajar	: Analisis bahan secara kualitatif
Pengetahuan	: 1. Sifat fisis bahan (wujud, warna, kelarutan, titik didih, titik leleh dan indeks bias), reaksi nyala, penentuan sifat ke-asaman dan kebasaaan. 2. Analisis kualitatif bahan dengan metode H ₂ S
Keterampilan	: Trampil dalam mengamati sifat fisis bahan dan menentukan titik leleh, titik didih, indeks, kelarutan, menggunakan indikator dalam menentukan keasaman dan kebasaaan
Sikap	: Teliti dan cermat dalam melakukan analisis kualitatif bahan secara fisis dan dengan metode H ₂ S.

F. Cek Kemampuan

Berikut ini merupakan lembar pengecekan kemampuan anda terhadap isi materi yang akan dicapai pada modul. Lembar isian tersebut harus dipandang sebagai alat evaluasi diri, oleh karena itu harus diisi dengan sejujurnya, dan apabila sebagian besar pertanyaan sudah anda kuasai, maka anda dapat mengerjakan soal atau minta pengujian praktek pada guru.

Beri tanda cek (V) pada tingkat penguasaan sesuai yang ada.

No	Aspek yang harus dikuasai	Tingkat penguasaan		
		Baik	Sedang	Kurang
1.	Pengetahuan anda tentang pengertian analisis kualitatif dan metode-metode yang digunakan			
2.	Pemahaman anda tentang aspek-aspek yang dilakukan dalam menganalisis bahan secara fisis			
3.	Keterampilan dalam mengidentifikasi sifat fisis bahan			
4.	Keterampilan anda dalam melakukan tes nyala			
5.	Keterampilan anda dalam melakukan tes kelarutan			
6.	Ketrampilan anda dalam menguji keasaman dan kebasaaan larutan			
7.	Ketrampilan anda dalam menentukan titik didih			

8.	Ketrampilan anda dalam menentukan titik indeks bias			
9.	Ketrampilan anda dalam menentukan titik leleh			
10.	Ketrampilan anda dalam menentukan bentuk kristal			
11.	Pengetahuan anda dalam melakukan analisis kualitatif dengan metode H ₂ S			
12.	Ketrampilan anda tentang pemisahan, identifikasi dan penggolongan kation			
13.	Keterampilan anda tentang pemisahan dan identifikasi anion			
10.	Pemahaman anda dalam menghubungkan antara data eksperimen dengan perhitungan teoritis.			

II. PEMBELAJARAN

Rencana Belajar Siswa

Tabel berikut merupakan rambu-rambu rencana pembelajaran dengan menggunakan Modul ini. Rambu-rambu ini bersifat fleksibel dan dapat dimodifikasi sesuai dengan kondisi sekolah.

Jenis Kegiatan	Tanggal	Waktu	Tempat Belajar	Perubahan dan Alasan	Tanda tangan Guru
KBM 1 Analisis kualitatif berdasarkan sifat fisis bahan		40	Kelas dan Laboratorium		
KBM 2 Analisis kualitatif dengan metode H ₂ S		60	Kelas dan Laboratorium		

KEGIATAN BELAJAR

1. Kegiatan Belajar 1

a. Tujuan Kegiatan Pembelajaran 1

Melalui kegiatan belajar satu ini, diharapkan anda:

- 1) Mampu menjelaskan metode-metode yang digunakan dalam analisis kualitatif;
- 2) Mampu menjelaskan tentang aspek-aspek yang dilakukan dalam menganalisis bahan secara fisis
- 3) Mampu mengidentifikasi sifat fisis bahan
- 4) Terampil melakukan tes nyala
- 5) Terampil melakukan tes kelarutan
- 6) Terampil dalam menguji keasaman dan kebasaaan
- 7) Terampil menentukan titik leleh
- 8) Terampil menentukan bentuk kristal

2. Uraian Materi 1

Metode Analisis Kualitatif

Analisa kualitatif atau disebut juga analisa jenis adalah untuk menentukan macam atau jenis zat atau komponen-komponen bahan yang dianalisa. Dalam melakukan analisa kita mempergunakan sifat-sifat zat atau bahan, baik sifat-sifat fisis maupun sifat-sifat kimianya. Misalnya ada suatu sampel cairan dalam gelas kimia. Bila kita ingin tahu apa sampel cair itu maka kita lakukan analisa kualitatif terhadap sampel cairan itu. Caranya ialah kita tentukan sifat-sifat fisis sampel tersebut. Misalnya bagaimanakah warna, bau, indeks bias, titik didih, massa jenis serta kelarutan. Begitu pula bila sampel berupa padatan, kita tentukan bagaimanakah warna, bau, warna nyala, titik leleh, bentuk kristal, serta kelarutannya. Harus disadari bahwa untuk melakukan analisa kualitatif yang cepat dan tepat diperlukan pengetahuan yang cukup mengenai sifat fisis bahan-bahan yang dianalisa. Pengetahuan ini sangat diperlukan dalam menarik kesimpulan yang tepat. Data tentang sifat-sifat fisis ini dapat ditemukan dalam suatu Hand Book, misalnya dalam *Physical and Chemical Data Hand Book*.

Berdasarkan metodenya, analisa kualitatif dapat dikelompokkan dalam dua kelompok. Pertama, analisis bahan berdasarkan karakterisasi fisis, yaitu penentuan sifat fisis dan keasaman. Kedua, analisis bahan berdasarkan metode H₂S, yaitu analisis kation dan analisis anion. Pada bab ini akan diuraikan bagaimana cara melakukan analisa kualitatif tersebut.

Analisis kualitatif berdasarkan sifat fisis bahan

Sebelum kita melakukan penentuan sifat fisis berupa penentuan titik leleh dan bentuk kristal untuk sampel padat dan penentuan titik didih dan indeks bias untuk sampel cair, lakukanlah terlebih dahulu analisis pendahuluan. Untuk sampel padat analisis pendahuluan meliputi: warna, bau, bentuk, kelarutan, pemanasan dalam tabung uji serta tes nyala. Sedangkan untuk sampel cair analisis pendahuluan meliputi: warna, bau, kelarutan serta keasaman.

1. Analisis Pendahuluan

Cara melakukan analisis pendahuluan:

a. Lakukanlah pengamatan terhadap warna, bau, serta bentuk/wujud sampel.

Beberapa contoh senyawa berwarna adalah sebagai berikut:

Merah : Pb₃O₄, HgI₂, K₃[Fe(CN)₆]

Merah jingga : Dikromat

Merah jambu : garam-garam dari mangan dan kobalt yang berhidrat

Kuning	: $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$, $FeCl_3$ dan kromat.
Hijau	: Garam-garam besi(II), garam-garam nikel, dan $CuCl_2$
Biru	: garam-garam kobal anhidrat, garam-garam tembaga(II) berhidrat
Coklat	: Fe_3O_4
Hitam	: MnO_2

Bila zat dilarutkan dalam air atau dalam asam encer, warna larutan harus diperhatikan karena mungkin memberikan keterangan yang berharga. Di bawah ini beberapa contoh warna ion yang terdapat dalam larutan encer.

Biru	: Tembaga(II)
Hijau	: Nikel, besi(II), kromium(III)
Kuning	: Kromat, heksasianoferrat(II)
Merah jingga	: Dikromat
Ungu	: Permanganat
Merah jambu	: Kobalt

Beberapa contoh cairan tak berwarna yaitu: H_2O , alkohol, aseton, eter, asam asetat, ester, amonia, asam sulfat dan asam klorida.

Beberapa contoh zat yang memberikan bau khas yaitu: alkohol, ester, asam asetat dan amonia.

b. Tes kelarutan.

Bagaimanakah kelarutan zat tersebut dalam beberapa pelarut (air, alkohol, atau pelarut lainnya). Beberapa contoh zat yang sukar larut dalam air adalah $BaSO_4$, $BaCO_3$, $CaCO_3$ dan senyawa organik yang memiliki polaritas rendah, seperti aseton. Beberapa senyawa organik yang memiliki polaritas tinggi kelarutannya cukup baik dalam air, seperti alkohol, glukosa, serta asam asetat. Sedangkan senyawa organik nonpolar tidak larut dalam air, seperti karbon tetraklorida. Semua senyawa nitrat larut baik dalam air. Tes kelarutan dilakukan dengan cara memasukkan sedikit sampel ke dalam tabung reaksi kemudian ke dalamnya tambahkan pelarut. Goyang-goyangkan supaya zat dapat larut. Amati apakah zat melarut.

c. Tes keasaman larutan

Larutan yang bersifat asam akan mengubah warna kertas lakmus biru menjadi merah, dan larutan yang bersifat basa akan mengubah warna kertas lakmus merah menjadi biru. Bila ada, pengukuran keasaman dapat pula menggunakan indikator universal atau pH meter.

d. Pemanasan zat pada pipa pijar

Pemanasan sampel pada pipa pijar dapat dilakukan pada sampel padat. Berdasarkan sifatnya pada waktu dipanaskan, zat dibagi menjadi dua golongan besar yaitu zat-zat yang bentuknya berubah tetapi tidak terurai dan zat-zat yang terurai. Gejala-gejala yang dapat dilihat adalah:

- *Perubahan warna*

Contoh:

Tanpa penguraian: F_2O_3 pada waktu dingin berwarna coklat dan pada waktu panas berwarna hitam.

ZnO pada waktu dingin berwarna putih dan pada waktu panas berwarna kuning

Mengalami penguraian: $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ pada waktu dingin berwarna biru dan pada waktu panas berwarna putih.

$FeSO_4 \cdot 7H_2O$ pada waktu dingin berwarna hijau muda dan pada waktu panas berwarna putih.

- *Melumer*

Ketika sampel padat dipanaskan dapat melumer disertai penguraian maupun tanpa penguraian, dapat pula disertai perubahan maupun tanpa perubahan warna.

Contoh:

Melumer tanpa disertai penguraian, yaitu KOH .

Melumer disertai penguraian dan tidak terjadi perubahan warna, yaitu $CaCl_2 \cdot 6H_2O$ dan $MgSO_4 \cdot 7H_2O$.

- *Menyublim*

Ketika sampel padat dipanaskan dapat pula menyublim, yaitu mengalami perubahan fasa dari fasa padat ke fasa gas.

Contoh: $HgCl_2$, warna sublimat putih

As_2S_3 , warna sublimat kuning

Kamper, warna sublimat putih seperti kabut

- *Keluar uap air atau gas*

Pada beberapa sampel, ketika dipanaskan dapat pula terjadi pengeluaran uap air atau gas seperti beberapa contoh berikut ini.

Gas tidak berwarna dan tidak berbau, contoh: CO_2

Gas tidak berwarna tapi berbau, contoh: NH_3 , H_2S

Gas berwarna dan berbau, contoh: NO_2 (berwarna coklat) dan I_2 (berwarna merah lembayung)

e. Tes nyala

Beberapa senyawa logam tertentu dapat memberikan warna yang khas pada nyala pembakar Bunsen, misalnya kuning dari Natrium dan lembayung dari Kalium. Ketika melakukan tes nyala perlu difahami secara benar bagian-bagian utama nyala Bunsen.

Tes nyala dilakukan dengan cara mencelupkan kawat platina atau nikrom yang telah bersih ke dalam HCl pekat lalu disentuhkan ke dalam zat yang akan diperiksa, kemudian dimasukkan ke dalam nyala pada daerah oksidasi bawah. Warna nyala dapat dilihat dengan mata langsung atau melalui kaca kobalt seperti ditunjukkan pada tabel berikut ini.

Tabel: Beberapa warna nyala

Senyawa logam	Warna nyala	Warna nyala melalui kaca kobalt
Na	Kuning	Tak tampak (tak ada warna)
K	Lembayung	Merah tua
Ca	Merah bata	Hijau muda
Sr	Merah tua	Ungu
Ba	Hijau kekuningan	Hijau kebiruan

Hasil dari analisis pendahuluan ini akan mengasilkan kesimpulan sementara. Untuk membuktinnya selanjutnya dilakukan analisis sifat fisis sampel seperti penentuan titik leleh serta bentuk kristal untuk sampel padatan, dan penentuan titik didih dan indeks bias untuk sampel cairan.

2. Penentuan Titik Leleh

Titik leleh suatu zat adalah suhu dimana terjadi keadaan setimbang antara fasa padat dengan fasa cair.

Cara menentukan titik leleh suatu zat

Haluskan zat yang akan diperiksa. Ambil pipa kapiler yang berdiameter $\pm 1,5 - 2$ mm dengan tingginya ± 5 cm, bakar salah satu ujungnya sampai tertutup rapat. Masukkan zat kedalam pipa kapiler dengan cara mengetuk-ngetukan ujung pipa kapiler yang terbuka diatas zat dalam gelas arloji sampai terisi ± 2 mm (sampai dapat diamati) dan cukup rapat. Untuk

membantu supaya zat mudah turun pada bagian bawah pipa kapiler yang tertutup bisa menggunakan bantuan corong gelas yang berleher panjang atau pipa, dengan cara menjatuhkan pipa kapiler yang berisi zat dalam corong atau pipa berulang-ulang. Tempelkan pipa kapiler pada termometer dengan ujung pipa kapiler yang tertutup tingginya sejajar dengan tinggi reservoir termometer kemudian ikat. Masukkan kedalam pemanas. Panaskan penangas tersebut dengan cepat sampai suhu 40°C , kemudian naikan lagi 20°C secara perlahan-lahan dan akhirnya pemanasan diteruskan dengan kenaikan suhu 1°C sampai dengan 2°C tiap menit (api kecil). Catat suhu mulai zat meleleh dan saat zat meleleh semuanya. Hentikan pemanasan kemudian catat suhu saat kristal terbentuk kembali.

Hal-hal yang harus diperhatikan supaya memperoleh hasil yang baik atau mendekati

- 1) Penangas harus dipanaskan dengan kecepatan yang teratur (kenaikan kira-kira 2°C tiap menit) bila sudah mendekati titik lelehnya.
- 2) Memperkecil perbedaan waktu antara proses pelelehan dan pemindahan panas, yang dapat diacapai dengan cara :
 - a) Jumlah zat yang dilelehkan harus sedikit
 - b) Zat harus duhaluskan terlebih dahulu dan dimasukkan secara padat kedalam pipa kapiler.
 - c) Pipa kapiler yang dipergunakan harus tipis dan diameternya harus kecil

Dalam memilih penangas perlu diperhatikan sampai seberapa besar temperatur yang akan di amati. Untuk titik leleh dibawah 100°C dapat dipergunakan air. Diatas 100°C - 250°C dapat dipergunakan minyak parafin (parafin cair), gliserin yang tidak mengandung air atau minyak jenuh. Sedangkan untuk titik leleh yang lebih tinggi dari 250°C dapat dipergunakan melting blok.

Pada alat yang lebih modern, pengaturan suhu untuk pelelehan dan pengamatan terhadap proses pelelehan lebih mudah, karena sistem pemanasan sudah menggunakan sumber energi listrik serta bagian pengamatan untuk proses pelelehan sudah dilengkapi kaca pembesar/mikroskop sehingga hasil penentuan titik leleh sampel akan lebih akurat.

3. Pengamatan Bentuk Kristal

Informasi tentang bentuk kristal suatu zat padat sangat penting dalam analisis kualitatif zat, karena bentuk kristal suatu zat adalah khas. Alat yang biasa digunakan untuk melihat bentuk kristal adalah mikroskop.

Cara mengamati bentuk kristal

Bersihkan slide mikroskop, cuci dengan dengan air dan keringkan dengan cara menggosok dengan kapas beralkohol. Larutkan zat yang akan diperiksa dalam pelarutnya sampai jenuh. Celupkan ujung batang pengaduk kedalam larutan tersebut, kemudian kenakan pada slide hingga merata, biarkan kristal tumbuh. Hindarkan slide tersebut dari gangguan guncangan selama pertumbuhan kristal. Apabila kristal telah tumbuh dengan jumlah dan ukuran yang cukup untuk diamati, letakan dan jepit slide pada meja tepat ditengah-tengah lingkaran lobang mikroskop yang telah dibersihkan sebelumnya. Tempatkan obyektif yang terendah ukurannya dengan jarak dekat diatas slide. Putar cermin untuk mendapatkan cahaya yang sempurna, kemudian putar makrometer dengan arah obyektif menjauhi slide sehingga didapatkan gambar. Apabila gambar kurang jelas putar mikrometer.

Untuk memperkecil atau memperbesar penglihatan putar obyektif berlawanan dengan arah jarum jam diatas slide. Kekuatan pembesaran mikroskop ditentukan oleh pembesaran obyektif dan okuler. Misalnya: Jika obyektif dengan pembesaran 10X dan okuler 10X, maka kombinasi dari kedua pembesaran adalah 100X. Untuk memperjelas penglihatan dengan menggunakan pembesaran yang besar digunakan bantuan olive oil, dengan cara meneteskan minyak tersebut pada slide yang akan diperiksa.

Mikroskop merupakan alat optik oleh karena itu harus dijaga dengan hati-hati. Jika tidak digunakan, lensa-lensa dari obyektif dan okuler harus dijaga tetap bersih. Untuk membersihkannya dapat digunakan alkohol atau yang lebih baik lagi dengan menggunakan xylol. Caranya adalah dengan meneteskan alkohol atau xylol pada kapas kemudian gosokkan pada lensa tersebut, kemudian lakukan lagi dengan menggunakan kapas kering yang bersih hingga kering.

Gelas-gelas untuk peralatan optik selalu lebih lembut daripada gelas-gelas untuk peralatan lain, oleh karena itu lebih mudah pecah. Pada waktu digunakan hindari tempat yang basah atau dekat dengan api.

4. Indeks bias

Indek bias adalah bilangan yang menunjukkan perbandingan sinus sudut datang dengan sinus sudut bias cahaya yang melewati suatu media. Panjang gelombang cahaya dan temperatur yang biasa digunakan sebagai standar adalah cahaya natrium (D) dan temperatur 20° C. Oleh karena itu indek bias yang diukur pada kondisi tersebut dinyatakan dengan simbol n^{20D} . Alat yang digunakan untuk menentukan indek bias adalah Refraktometer.

Cara menentukan Indeks Bias

Buka prisma refraktometer, bersihkan dengan menggunakan kapas berlakohol kemudian keringkan. Sesudah kering teteskan zat yang akan diperiksa sampai menutup semua permukaan prisma tersebut secara merata kemudian tutup. Atur cahaya yang masuk apabila belum jelas. Putar makrometer, apabila tidak kelihatan batas terang gelap putar mikrometer, kemudian putar kembali makrometer sampai batas terang gelap memotong titik perpotongan dua garis diagonal yang saling berpotongan. Baca angka pada layar. Pembacaan hanya dilakukan pada angka bagian atas, dengan bilangan keempat dibelakang koma ditentukan berdasarkan penafsiran sipembaca.

Prisma refraktometer terbuat dari gelas batu api yang lunak sehingga mudah tergores dan mengalami korosi, oleh karena itu harus diperlakukan secara benar. Sebelum dan sesudah digunakan kaca prisma harus selalu bersih dan kering. Untuk membersihkannya dapat digunakan kapas beralkohol. Pada waktu menestaskan zat yang akan diperiksa, ujung pipet tetes tidak boleh kena pada kaca prisma. Penyimpanan harus dilakukan ditempat kering dan bersih. Simpan kembali refraktometer pada kotak yang tersedia setelah digunakan. Serta pada waktu digunakan jangan ditempat yang basah atau dekat dengan api.

5. Penentuan Titik Didih

Titik didih suatu zat adalah suhu dimana tekanan uap zat cair sama dengan tekanan luar diatas permukaan zat cair tersebut. Berdasarkan jumlah zat yang digunakan penentuan titik didih dibagi menjadi dua cara, yaitu penentuan titik didih secara mikro bila jumlah zat yang digunakan sedikit dan penentuan titik didih secara makro bila jumlah zat yang digunakan banyak.

a. Cara menentukan titik didih secara mikro

Ambil pipa kapiler yang berdiameter ± 1 mm dengan panjang 9-10 cm. Bakar salah satu ujungnya sampai tertutup rapat. Masukkan pipa kapiler tersebut pada tabung reaksi kecil yang berisi zat yang akan diperiksa dengan ujung pipa kapiler yang terbuka tercelup pada zat tersebut. Tempelkan tabung reaksi kecil pada termometer dengan tinggi ujung tabung reaksi sejajar dengan ujung reservoir termiometer, kemudian ikat. Masukkan kedalam penangas yang telah diberi batu didih. Panaskan secara perlahan-lahan dengan api kecil. Catat suhu pada saat mulai timbul gelembung pada ujung pipa kapiler serta pada saat gelembung yang terjadi cepat dan teratur. Cepat hentikan pemanasan kemudian catat suhu saat gelembung

terakhir keluar. Amati data tersebut, kemudian tentukan titik didihnya. Data yang mendekati adalah data yang perbedaan suhunya kecil ($\pm 5^\circ\text{C}$). Titik didih zat adalah rata-rata dari data tersebut.

b. Cara menentukan titik didih secara makro dengan destilasi

Pasang alat seperti gambar dibawah ini. Masukkan batu didih dan zat pada labu destilasi (isi zat dalam paling banyak $2/3$ bagian dari labu), kemudian masukkan pula batu didih pada penangas. Panaskan mula-mula dengan api kecil kemudian diperbesar sampai zat mendidih. Atur pemanasan hingga pemanasan destilat ± 2 tetes per detik. Bacalah suhu pada setiap lima detik. Suhu pada saat konstan menunjukkan titik didih zat cair. Untuk zat yang mempunyai titik didih yang tinggi (lebih dari 250°C) penangas yang digunakan adalah penangas pasir dengan pendingnya adalah pendingin udara.

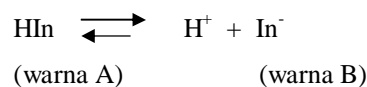
6. Penentuan Sifat Keasaman dan Kebasaan Sampel

Penentuan sifat asam atau basa suatu sampel dapat dilakukan secara langsung dengan alat pH meter atau dengan menggunakan suatu indikator, baik indikator universal, kertas lakmus maupun indikator asam basa lainnya yang merupakan hasil sintesis maupun hasil isolasi dari bahan alam.

Perubahan warna suatu indikator asam basa disebabkan oleh sifat keasaman atau kebasaaan lingkungannya, karena:

1. indikator asam basa merupakan asam organik lemah atau basa organik lemah
2. molekul-molekul indikator tersebut mempunyai warna yang berbeda dengan ion-ionnya
3. letak trayek pH pada pH tinggi atau rendah atau di tengah tergantung dari besar kecilnya K_a atau K_b indikator yang bersangkutan
4. terjadinya trayek merupakan akibat kesetimbangan dan kemampuan mata untuk membedakan campuran warna.

Andaikan suatu indikator bersifat asam lemah dan kita beri simbol HIn . Dalam pengionannya terjadi kesetimbangan



Dengan sendirinya letak kesetimbangan tergantung dari pH lingkungannya. Dalam larutan asam, pengionan akan tertekan oleh ion-ion H^+ dalam larutan asam, sehingga lebih banyak molekul HIn terdapat dalam larutan itu daripada ion In^- , akibatnya warna larutan

lebih banyak ditentukan oleh warna molekul HIn (warna A) daripada warna ion In⁻ (warna B). Dalam larutan basa, terdapat banyak ion OH⁻, ion-ion ini mengikat ion H⁺ dari kesetimbangan di atas, sehingga kesetimbangan di tarik ke arah kanan. Jadi dalam larutan basa terdapat jauh lebih banyak ion In⁻ daripada molekul HIn sehingga warna larutan basa tersebut lebih banyak ditentukan oleh warna B. Pada setiap pH terdapat kesetimbangan di atas, hanya saja letak kesetimbangannya berbeda-beda, lebih ke kiri atau lebih ke kanan atau di tengah. Pada tabel berikut ini ditunjukkan beberapa jenis indikator serta trayek pH.

Tabel : Beberapa indikator asam-basa yang penting

No.	Nama	Trayek pH	Warna Asam	Warna Basa
1	Kuning Metil	2.9 – 4.0	Merah	Kuning
2	Jingga Metil	3.1 – 4.4	Merah	Kuning
3	Hijau Bromkresol	3.8 – 5.4	Kuning	Biru
4	Merah Metil	4.2 – 6.3	Merah	Kuning
5	Biru Bromtimol	6.0 – 7.6	Kuning	Biru
6	Merah Fenol	6.4 – 8.0	Kuning	Merah
7	Purper Kresol	7.4 – 9.6	Kuning	Purpur
8	Fenolftalein	8.0 – 9.6	Tidak Berwarna	Merah
9	Timolftalein	9.3 – 10.5	Tidak Berwarna	Biru
10	Kuning Alizarin	10.1 – 12.0	Tidak Berwarna	Violet

c. Rangkuman

Dalam melakukan analisis kualitatif terhadap sampel diawali dengan analisis pendahuluan, yaitu analisis yang dilakukan berdasarkan pengamatan terhadap karakteristik fisis sampel. Dalam analisis pendahuluan ini dilakukan penentuan sifat-sifat fisis dan keasaman. Untuk sampel padat analisis pendahuluan meliputi warna, bau, bentuk, kelarutan, pemanasan dalam tabung uji serta tes nyala. Sedangkan untuk sampel cair analisis pendahuluan meliputi warna, bau, kelarutan dan keasaman.

d. Tugas

Carilah beberapa data mengenai titik leleh, titik didih dari beberapa zat padat dengan menggunakan Handbook.

e. Tes Formatif 1

1. Jelaskan cara melakukan analisis pendahuluan
2. Sebutkan metode analisis kualitatif bahan secara fisis untuk sampel cairan
3. Sebutkan metode analisis kualitatif bahan secara fisis untuk sampel padatan.
4. Jelaskan cara melakukan tes nyala.
5. Jelaskan cara menentukan indeks bias sampel

f. Kunci Jawaban Tes Formatif 1

1. Cara analisis pendahuluan untuk sampel cair yaitu dengan cara mengamati warna, bau, kelarutan dan keasaman
Cara analisis pendahuluan untuk sampel padat yaitu dengan cara mengamati warna, bau, tes nyala dan pengamatan dalam tabung uji atau pipa pijar.
2. Metode analisis kualitatif secara fisis untuk sampel cair yaitu analisis pendauluan, penentuan indeks bias dan titik didih
3. Metode analisis kualitatif secara fisis untuk sampel padat yaitu analisis pendauluan, penentuan bentuk kristal dan titik leleh
4. Tes nyala dilakukan dengan cara mencelupkan kawat platina atau nikrom yang telah bersih ke dalam HCl pekat lalu disentuhkan ke dalam zat yang akan diperiksa, kemudian dimasukkan ke dalam nyala pada daerah oksidasi bawah. Warna nyala dapat dilihat dengan mata langsung atau melalui kaca kobalt.
5. Buka prisma refraktometer, bersihkan dengan menggunakan kapas berlakohol kemudian keringkan. Sesudah kering teteskan zat yang akan diperiksa sampai menutup semua permukaan prisma tersebut secara merata kemudian tutup. Atur cahaya yang masuk apabila belum jelas. Putar makrometer, apabila tidak kelihatan batas terang gelap putar mikrometer, kemudian putar kembali makrometer sampai batas terang gelap memotong titik perpotongan dua garis diagonal yang saling berpotongan. Baca angka pada layar. Pembacaan hanya dilakukan pada angka bagian atas, dengan bilangan keempat dibelakang koma ditentukan berdasarkan penafsiran sipembaca.

2. Kegiatan belajar 2

a. Tujuan Kegiatan Belajar 2

Setelah mempelajari materi dalam kegiatan belajar 2 ini, diharapkan anda dapat melakukan identifikasi dan penggolongan kation dan anion berdasarkan metode H₂S

b. Uraian Materi 2

Analisis Kualitatif Berdasarkan Metode H₂S

1. Identifikasi kaiton berdasarkan H₂S

Kaiton dalam suatu cuplikan dapat diketahui dengan melakukan uji menggunakan pereaksi-pereaksi yang spesifik, meskipun agak sulit mendapatkan pereaksi yang spesifik untuk setiap kaiton. Oleh karena itu umumnya dilakukan terlebih dahulu penggolongan kaiton. Sebelum dilakukan pengendapan golongan dan reaksi identifikasi kation dengan cara basah cuplikan padat harus dilarutkan dahulu. Supaya mendapatkan larutan cuplikan yang baik, zat yang akan dianalisis dihomogenkan dahulu sebelum dilarutkan. Sebagai pelarut dapat dicoba dahulu secara berturut-turut mulai dari air, HCl encer, HCl pekat, HNO₃ encer, HNO₃ pekat, air raja (HCl:HNO₃ = 3:1). Mula-mula dicoba dalam keadaan dingin lalu dalam keadaan panas. Bila pelarutnya HCl pekat larutan harus diuapkan sampai sebagian besar HCl habis. Bila larutan HNO₃ atau air raja, maka semua asam harus dihilangkan dengan cara menguapkan larutan sampai hampir kering, kemudian ditambahkan sedikit HCl, diuapkan lagi sampai volumenya sedikit lalu encerkan dengan air.

Larutan cuplikan dapat mengandung bermacam-macam kation. Ada beberapa cara pemeriksaan kation secara sistematis, misalnya cara fosfat dari Remy, cara Peterson dan

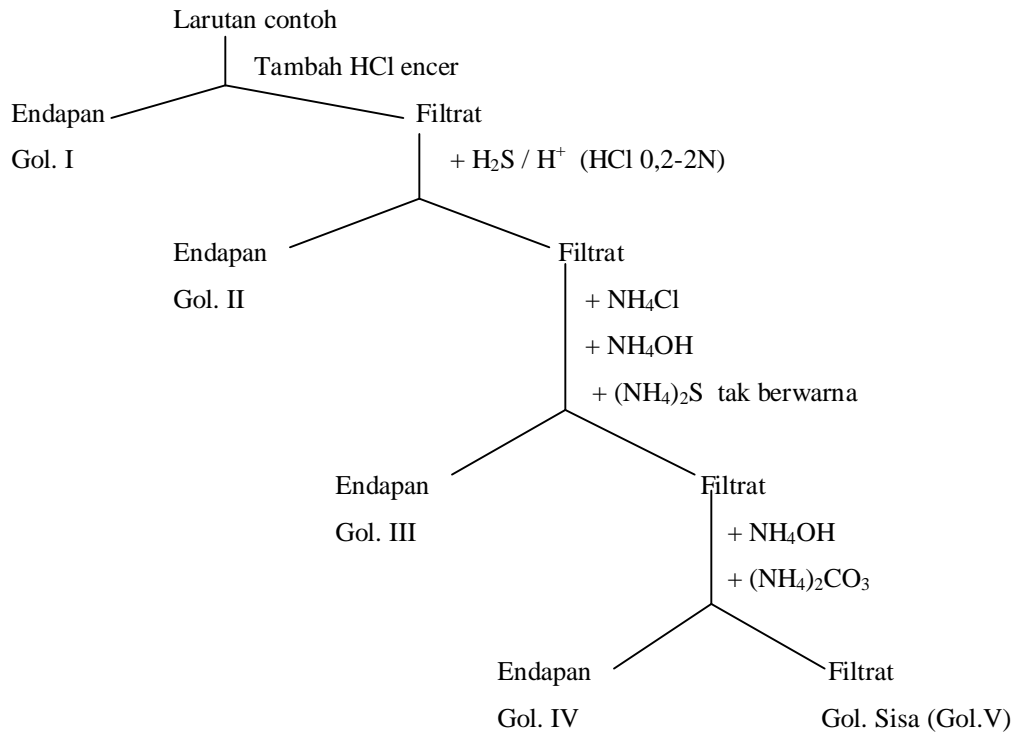
cara H₂S. Pada bagian ini akan dibahas pemisahan kation berdasarkan sekema H₂S menurut Bergman yang diperluas oleh Fresenius, Treadwell dan Noyes.

Dalam cara H₂S kation-kation diklasifikasikan dalam lima golongan berdasarkan sifat-sifat kation tersebut terhadap beberapa pereaksi. Pereaksi golongan yang paling umum dipakai adalah asam klorida, hidrogen sulfida, amonium sulfida dan amonium karbonat. Jadi klasifikasi kation didasarkan atas perbedaan dari klorida, sulfida dan karbonat kation tersebut. Penambahan pereaksi golongan akan mengendapkan ion-ion dalam golongan tersebut. Masing-masing golongan kemudian dipisahkan kemudian dilakukan pemisahan ion-ion segolongan dan dilakukan identifikasi terhadap masing-masing ion. Pemisahan kation berdasarkan cara H₂S dapat dilihat pada tabel dan gambar berikut.

Tabel: Pemisahan kation berdasarkan metode H₂S

Ke dalam ± 5 mL larutan contoh diteteskan HCl 2N. Bila ada endapan, penambahan HCl 2N diteruskan sampai tidak keluar lagi endapan. Lalu disaring.			
Endapan Golongan HCl	Filtrat - Tidak boleh mengeluarkan endapan lagi dengan HCl 2N - ± 5 mL HCl 4N - Dipanaskan sampai hampir mendidih ± 80 °C lalu dialiri gas H ₂ S selama 2 atau 3 menit. - Baik ada endapan mau pun tidak, larutan diencerkan sampai ± 100 mL dengan aquades sampai ke asaman larutan menjadi ± 0,2N (diperiksa metil lembayung) - Dipanaskan - Dialiri H ₂ S lagi selama 10 menit dan terus di saring		
	Endapan Golongan H ₂ S	Filtrat - Tidak boleh mengeluarkan endapan lagi dengan H ₂ S - Larutan dimasak untuk menghilangkan H ₂ S (dicek dengan kertas Pb asetat) - + 2 mL HNO ₃ dan dimasak 2 atau 3menit - ± 5 mL NH ₄ Cl - + NH ₄ OH sampai alkalis lemah - + (NH ₄) ₂ S tidak berwarna - Larutan dimasak lalu disaring	
		Endapan Golongan (NH ₄) ₂ S	Filtrat - Tidak boleh mengeluarkan endapan lagi dengan (NH ₄) ₂ S - Larutan dikisatkan sampai ± 10 mL - + NH ₄ OH dan (NH ₄) ₂ S berlebihan - Dipanaskan sebentar ± 60°C - Biarkan 5 menit - Saring
		Endapan	Filtrat

			Golongan (NH ₄) ₂ CO ₃	<ul style="list-style-type: none"> - Larutan dibagi 2 yang tidak sama - Bagian yang kecil dikisatkan sampai kering, residu (sisa) putih menunjukkan adanya golongan sisa
--	--	--	---	--



Gambar: Skema pemisahan kation berdasarkan metode H₂S

a. Golongan I

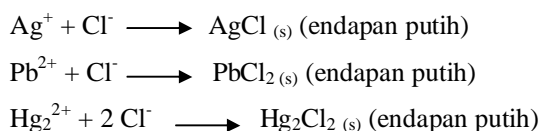
Kation golongan I (Pb²⁺, Hg⁺, Ag⁺) membentuk endapan dengan HCl encer. Endapan tersebut adalah PbCl₂, Hg₂Cl₂ dan AgCl yang semuanya berwarna putih. Untuk memastikan apakah endapan tersebut hanya mengandung satu kation, dua kation atau tiga kation maka dilanjutkan dengan pemisahan dan identifikasi kation golongan I, yang caranya dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel: Pemisahan dan identifikasi kation golongan I

<ul style="list-style-type: none"> - Endapan mungkin mengandung PbCl₂, AgCl dan Hg₂Cl₂ - Cuci endapan di atas saringan, mula-mula dengan 2 ml HCl encer lalu 2-3 kali dengan sedikit air dingin. Air cucian dibuang - Endapan dipindahkan ke dalam gelas kimia kecil tambahkan 15 ml air dan panaskan - Saring dalam keadaan panas 		
<p>Residu</p> <ul style="list-style-type: none"> - Mungkin mengandung Hg₂Cl₂ dan AgCl - Endapan dicuci beberapa kali dengan air panas sampai air cucian tak memberi endapan dengan larutan K₂CrO₄, ini menunjukkan Pb sudah tidak ada - + 10-15 ml larutan NH₄OH (1:1) panas pada endapan 		<p>Filtrat</p> <p>Mungkin mengandung PbCl₂ Larutan didinginkan, biasanya PbCl₂ keluar sebagai kristal Filtrat dibagi menjadi 3 bagian</p>
<p>Residu</p> <p>Jika hitam, terdiri dari Hg(NH₂)Cl + Hg endapan dilarutkan dalam 3-4 ml air raja mendidih, encerkan, saring jika perlu. Lalu + larutan SnCl sehingga endapan putih Hg₂Cl₂ berubah menjadi Hg</p> <p style="text-align: center;">Hg⁺ ⊕</p>	<p>Filtrat</p> <p>Mungkin mengandung [Ag(NH₃)₂]Cl Bagi menjadi 2 bagian:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Asamkan dengan HNO₃ encer, terbentuk endapan putih AgCl 2. + beberapa tetes KI, terbentuk endapan kuning muda AgI <p style="text-align: center;">Ag⁺ ⊕</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. + larutan K₂CrO₄, terbentuk endapan PbCrO₄ berwarna kuning dan tidak larut dalam asam asetat encer 2. + Larutan KI, terbentuk endapan kuning, larut dalam air mendidih. Larutan tidak berwarna dan ketika didinginkan keluar kristal kuning 3. + H₂SO₄ encer, terbentuk endapan putih PbSO₄ yang larut dalam larutan amonium asetat <p style="text-align: center;">Pb²⁺ ⊕</p>

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

1. Reaksi Pengendapan

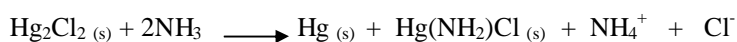


2. Pemisahan

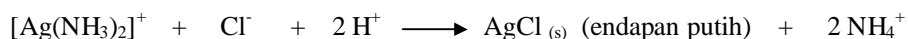
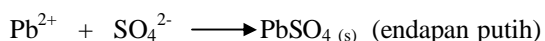
Endapan PbCl₂ larut dalam air panas tetapi membentuk kristal seperti jarum setelah dingin. Sedangkan AgCl larut dalam amonia encer membentuk ion kompleks diamenargentat.



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



3. Reaksi identifikasi



b. Golongan II

Kation golongan II (Hg^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+}) membentuk endapan dengan hidrogen sulfida dalam suasana asam mineral encer. Endapan yang terbentuk adalah : HgS (hitam), PbS (hitam), CuS (hitam), CdS (kuning), Bi_2S_3 (coklat), As_2S_3 (kuning), As_2S_5 (kuning), Sb_2S_3 (jingga), Sb_2S_2 (jingga), SnS (coklat) SnS_2 (kuning).

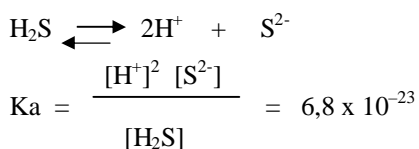
Kation golongan II dibagi lagi menjadi lagi dua sub golongan berdasarkan kelarutan endapan tersebut dalam amonium polisulfida, yaitu sub golongan tembaga (golongan IIA) dan sub golongan arsenik (Golongan IIB). Sulfida dari sub golongan tembaga (ion Hg^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+}) tidak 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 ini bersifat amfoter, oksidanya membentuk garam baik dengan asam maupun dengan basa. Semua sulfida dari golongan IIB larut dalam $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ tidak berwarna kecuali SnS .

Kation-kation golongan II dan kation-kation golongan III sama-sama membentuk endapan sulfida namun mengapa kation-kation golongan III tidak mengendap pada pengendapan kation golongan II?

Tabel: Hasil kali kelarutan beberapa endapan sulfida dan hidroksida

Zat	Hasilkali kelarutan	Zat	Hasilkali kelarutan
HgS	$1,6 \times 10^{-52}$		
CuS	$6,3 \times 10^{-36}$		
Bi ₂ S ₃	$1,0 \times 10^{-97}$		
PbS	$1,3 \times 10^{-28}$		
CdS	$8,0 \times 10^{-27}$		
SnS	$1,2 \times 10^{-27}$		
Sb ₂ S ₃	$1,7 \times 10^{-93}$		
As ₂ S ₃	sangat kecil		
ZnS	$1,6 \times 10^{-23}$	Zn(OH) ₂	$7,5 \times 10^{-18}$
CoS	$5,0 \times 10^{-22}$	Co(OH) ₂	$1,6 \times 10^{-18}$
NiS	$1,0 \times 10^{-22}$	Ni(OH) ₂	$6,3 \times 10^{-18}$
FeS	$6,3 \times 10^{-18}$	Fe(OH) ₂	$4,8 \times 10^{-16}$
MnS	$1,1 \times 10^{-18}$	Mn(OH) ₂	$4,5 \times 10^{-14}$
		Al(OH) ₃	$1,0 \times 10^{-32}$
		Cr(OH) ₃	$1,0 \times 10^{-30}$

Pengendapan kation golongan II dan III dibedakan atas dasar pengaturan keasaman. Diketahui bahwa larutan jenuh H₂S mempunyai konsentrasi kira-kira 0,1 M dan tetapan ionisasi asam sulfida (K_a) adalah $6,8 \times 10^{-23}$ maka:



$$6,8 \times 10^{-23} = \frac{[\text{H}^+]^2 [\text{S}^{2-}]}{0,1}$$

$$[\text{H}^+]^2 [\text{S}^{2-}] = 6,8 \times 10^{-24}$$

Jika konsentrasi larutan HCl 2M, maka

$$[\text{S}^{2-}] = \frac{6,8 \times 10^{-24}}{2^2} = 1,7 \times 10^{-24}$$

Jika konsentrasi kation golongan II dan III masing-masing 0,1 M dapat dihitung garam sulfida mana yang mengendap. Dari daftar hasil kali kelarutan yang terdapat tabel di atas dapat dilihat bahwa endapan yang mempunyai hasil kali kelarutan paling besar pada golongan II adalah CdS yaitu $8,0 \times 10^{-27}$ sedangkan yang mempunyai hasil kali kelarutan paling rendah pada golongan III adalah ZnS yaitu $1,6 \times 10^{-23}$. Bila dihitung hasil kali antara konsentrasi ion Cd^{2+} , Zn^{2+} dan S^{2-} adalah sebagai berikut:

$$[\text{Cd}^{2+}] [\text{S}^{2-}] = 0,1 \times 1,7 \times 10^{-24} = 1,7 \times 10^{-25}$$

$$[\text{Zn}^{2+}] [\text{S}^{2-}] = 0,1 \times 1,7 \times 10^{-24} = 1,7 \times 10^{-25}$$

Bila dibandingkan dengan harga Ksp maka:

$$1,7 \times 10^{-25} > 8,0 \times 10^{-27} \text{ berarti CdS mengendap}$$

$$1,7 \times 10^{-25} < 1,6 \times 10^{-23} \text{ berarti ZnS belum mengendap}$$

Dengan diperhitungkan seperti ini untuk keasaman HCl 0,2M dengan larutan jenuh H_2S diperoleh bahwa sulfida golongan III yang paling mudah mengendap (ZnS) belum mengendap. Apabila konsentrasi HCl lebih kecil dari 0,2M maka ZnS akan ikut mengendap pada pengendapan golongan II.

c. Golongan III

Sebelum pengendapan golongan ini dilakukan, terlebih dahulu diperiksa adanya ion-ion pengganggu (fosfat, oksalat dan borat). Bila ion-ion tersebut ada maka harus dihilangkan dahulu. Kation golongan III (Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , Cr^{3+} , Al^{3+}) membentuk endapan dengan amonium sulfida dalam suasana netral atau amoniakal. Endapan yang terbentuk adalah FeS (hitam), $\text{Al}(\text{OH})_3$ (putih), $\text{Cr}(\text{OH})_3$ (hijau) NiS (hitam), MnS (merah jambu) dan ZnS (putih).

Pada pengendapan kation golongan III ditambahkan buffer NH_4OH dan NH_4Cl (pH basa lemah), misalnya pH = 9 maka $[\text{H}^+] = 10^{-9}$ dan $[\text{OH}^-] = 10^{-5}$. Pada konsentrasi ion hidrogen basa lemah ($\pm 10^{-9}$) maka

$$[\text{H}^+]^2 [\text{S}^{2-}] = 6,8 \times 10^{-24} \text{ menjadi } [10^{-9}]^2 [\text{S}^{2-}] = 6,8 \times 10^{-24}$$

$$[\text{S}^{2-}] = \frac{6,8 \times 10^{-24}}{(10^{-9})^2} = 6,8 \times 10^{-6}$$

Bila $[\text{M}] = 0,01$ maka

$$[\text{M}] (6,8 \times 10^{-6}) = 0,01 \times (6,8 \times 10^{-6}) = 6,8 \times 10^{-8}$$

Ini menunjukkan bahwa hasil kali kelarutan semua sulfida golongan III sudah dilampaui. Dalam tabel hasil kali kelarutan beberapa endapan sulfida dan hidroksida dapat dilihat bahwa $K_{sp} [M][S^{2-}] < K_{sp} [M] [OH]$

Dengan demikian untuk kation yang sama akan mengendap sebagai sulfida dahulu.

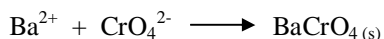
d. Golongan IV

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

Tabel: Hasil kali kalarutan garam logam alkali tanah

Zat	Hasilkali kelarutan	Zat	Hasilkali 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_2O_4	$1,7 \times 10^{-7}$
$SrSO_4$	$2,8 \times 10^{-7}$	SrC_2O_4	$5,0 \times 10^{-8}$
$CaSO_4$	$2,3 \times 10^{-4}$	CaC_2O_4	$2,6 \times 10^{-9}$

$BaCrO_4$ hampir tidak larut dalam suasana asetat encer, sedangkan $SrCrO_4$ dan $CaCrO_4$ larut, maka keduanya tidak diendapkan dalam suasana asam asetat encer.



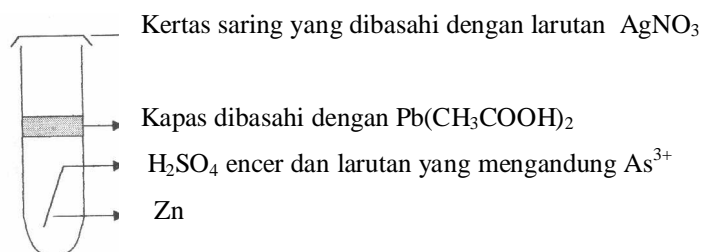
Dengan menambahkan larutan amonium sulfat jenuh dan memanaskannya maka sebagian besar $SrSO_4$ mengendap setelah didiamkan. Sedangkan ion Ca^{2+} mudah diidentifikasi dengan mengendapkannya sebagai CaC_2O_4 disusul dengan uji nyala.

e. Golongan V (Golongan sisa)

Kation golongan V (Mg^{2+} , Na^+ , K^+ dan NH_4^+). Untuk identifikasi ion-ion ini dapat dilakukan dengan reaksi-reaksi khusus atau uji nyala, tetapi ion amonium tidak dapat diperiksa dari filtrat IV.

Berikut ini contoh identifikasi kation-kation tersebut

- Pb^{2+} : Dengan asam klorida encer membentuk endapan putih PbCl_2 dalam larutan dingin dan tidak terlalu encer. Endapan larut dalam air panas dan membentuk kristal seperti jarum setelah larutan dingin kembali.
- Hg_2^{2+} : Dengan asam klorida encer membentuk endapan putih Hg_2Cl_2 . Endapan tidak larut dalam air panas tapi larut dalam air raja.
- Ag^+ : Dengan asam klorida encer membentuk endapan putih AgCl . Endapan tidak larut dalam air panas tapi larut dalam amonia encer karena membentuk kompleks $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$. Asam nitrat encer dapat menetralkan kelebihan amonia sehingga endapan dapat terbentuk kembali.
- Hg^{2+} : Dengan menambahkan larutan KI secara perlahan-lahan akan membentuk endapan merah HgI_2 , yang akan larut kembali dalam KI berlebih karena membentuk kompleks $[\text{HgI}_4]^{2-}$.
- Bi^{3+} : Dengan NaOH membentuk endapan putih $\text{Bi}(\text{OH})_3$ yang larut dalam asam.
- Cu^{2+} : Dengan NaOH dalam larutan dingin membentuk endapan biru $\text{Cu}(\text{OH})_2$, yang tidak larut dalam NaOH berlebih. Bila endapan tersebut dipanaskan akan terbentuk endapan hitam CuO .
- Cd^{2+} : Dengan H_2S membentuk endapan kuning CdS , 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



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

- Sb^{3+} : Dengan larutan NaOH atau NH_3 membentuk endapan putih yang larut dalam larutan basa alkali yang pekat (5M), membentuk antimonit.
- Sn^{3+} : Dengan larutan NaOH membentuk endapan putih $\text{Sn}(\text{OH})_2$ yang larut dalam NaOH berlebih. Dengan amonia mengendap sebagai hidroksida pula, 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+} : Dengan larutan NaOH membentuk endapan coklat kemerahan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ yang tidak larut dalam pereaksi berlebih.
- Al^{3+} : Dengan larutan basa membentuk endapan gelatin putih yang larut dalam pereaksi berlebih.
- Cr^{3+} : Dengan larutan NaOH terbentuk endapan hijau $\text{Cr}(\text{OH})_3$ yang akan larut kembali dengan penambahan asam.
- Co^{2+} : Dengan menambahkan beberapa butir kristal NH_4SCN ke dalam larutan Co^{2+} dalam suasana netral atau sedikit asam akan terbentuk warna biru dari ion $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$.
- Ni^{2+} : Dengan larutan NaOH terbentuk endapan hijau $\text{Ni}(\text{OH})_2$ yang larut dalam amonia tetapi tidak larut dalam NaOH berlebih.
- Mn^{2+} : Dengan larutan NaOH terbentuk endapan $\text{Mn}(\text{OH})_2$ yang mula-mula berwarna putih dan akan berubah menjadi coklat bila teroksidasi.
- Zn^{2+} : Dengan larutan NaOH akan terbentuk endapan gelatin putih $\text{Zn}(\text{OH})_2$ yang larut dalam asam dan dalam pereaksi berlebih.
- Ba^{2+} : Dengan larutan aminium oksalat membentuk endapan putih BaC_2O_4 yang sedikit larut dalam air, mudah larut dalam asam asetat encer dan asam mineral.
- Sr^{2+} : Dengan larutan aminium oksalat membentuk endapan putih SrC_2O_4 yang sedikit larut dalam air, tidak larut dalam asam asetat encer tapi larut dalam asam mineral.
- Ca^{2+} : Dengan larutan amonium oksalat terbentuk endapan putih CaC_2O_4 yang tidak larut dalam air maupun asam asetat, tetapi larut dalam asam mineral.
- Mg^{2+} : Dengan larutan NaOH terbentuk endapan putih $\text{Mg}(\text{OH})_2$ yang tidak larut dalam pereaksi berlebih tetapi mudah larut dalam garam amonium.
- K^+ : Dengan larutan $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ terbentuk endapan kuning $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ yang tidak larut dalam asam asetat encer. Catatan, tidak boleh ada ion NH^+ dalam larutan karena akan memberikan reaksi yang sama dengan K^+ .
- Na^+ : Dengan pereaksi seng uranil asetat terbentuk kristal kuning $\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

2. Identifikasi anion

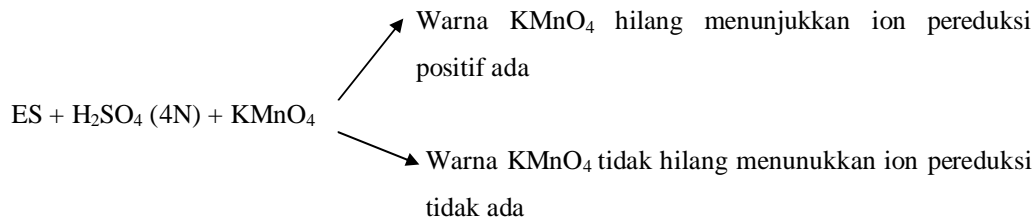
Cara identifikasi anion tidak begitu sistematis seperti pada identifikasi kation. Salah satu cara penggolongan anion adalah pemisahan anion berdasarkan kelarutan garam-garam perak, garam-garam kalsium, barium dan seng. Selain itu ada cara penggolongan anion menurut Bunsen, Gilreath dan Vogel.

Bunsen menggolongkan anion dari sifat kelarutan garam perak dan garam bariumnya, warna, kelarutan garam alkali dan kemudahan menguapnya. Gilreath menggolongkan anion berdasarkan pada kelarutan garam-garam Ca, Ba, Cd dan garam peraknya. Sedangkan Vogel menggolongkan anion berdasarkan pada proses yang digunakan dalam identifikasi anion yang menguap bila diolah dengan asam dan identifikasi anion berdasarkan reaksinya dalam larutan. Identifikasi anion yang menguap bila diolah dengan asam dibagi dua lagi yaitu anion membentuk gas bila diolah dengan HCl encer atau H₂SO₄ encer, dan anion yang membentuk gas atau uap bila diolah dengan H₂SO₄ pekat. Demikian pula identifikasi anion berdasarkan reaksi dalam larutan dibagi dua yaitu anion yang diidentifikasi dengan reaksi pengendapan dan dengan reaksi redoks.

Identifikasi anion meliputi analisis pendahuluan, analisis anion dari zat asal dan analisis anion dengan menggunakan larutan ekstra soda. Dari hasil analisis sebelumnya (data kelarutan) dan pengetahuan tentang kation yang ada, dapat memberikan petunjuk tentang anion yang mungkin ada atau tak ada dalam larutan sampel. Sebagai contoh, zat asal larut dalam air panas, kation yang ditemukan Pb²⁺, anion yang mungkin ada adalah klorida karena PbCl₂ larut dalam air panas. Tidak mungkin nitrat karena timbal nitrat mudah larut dalam air dingin.

Bila dalam pemeriksaan kation ditemukan kation-kation logam berat (kation golongan I, II, III, IV dan Mg²⁺ pada golongan skema H₂S) maka pemeriksaan anion menggunakan larutan ekstrak soda. Larutan ekstrak soda dibuat dengan memasak cuplikan dalam larutan jenuh natrium karbonat selama ±10 menit, lalu disaring. Filtrat yang diperoleh disebut ekstrak soda (ES). Karena ES suasana basa maka larutan ES ini tidak dipergunakan tanpa pengaturan suasana yang tepat. Biasanya sebelum digunakan ditambahkan dulu asam. Sebagai contoh:

- Analisis terhadap ion-ion reduksi



- Analisis terhadap ion-ion pengoksida

$ES + H_2SO_4 (4N)$ kemudian dituangkan dengan hati-hati ke dalam larutan difenil amin dalam H_2SO_4 pekat. Bila terjadi warna biru tua menunjukkan ion pengoksida ada. Bila bukan biru tua maka menunjukkan ion pengoksida tidak ada.

Fungsi larutan ekstrak soda adalah untuk mengendapkan kation logam berat dan untuk mempertinggi kelarutan anion.. Pada pemanasan dengan penambahan Na_2CO_3 ion-ion logam diendapkan dalam bentuk oksida, hidroksida, karbonat dan karbonat basa. Bila Na_2CO_3 yang ditambahkan banyak maka CrO_4^{2-} yang dapat larut makin banyak.

Dari hasil identifikasi sebelumnya dapat ditehui adanya beberapa anion seperti CO_3^{2-} dan CH_3COO^- . Berikut ini akan dibahas beberapa reaksi identifikasi anion yang lain.

SO_3^{2-} : Dengan larutan $KMnO_4$ yang diasamkan dengan asam sulfat encer akan terjadi penghilangan warna ungu $KMnO_4$ karena MnO_4^- tereduksi menjadi ion Mn^{2+} .

$S_2O_3^{2-}$: Dengan larutan Iod akan terjadi penghilangan warna iod karena terbentuk larutan tetrathionat yang tak berwarna.

SO_4^{2-} : Dengan larutan barium klorida membentuk endapan putih $BaSO_4$ yang tak larut dalam HCl encer, asam nitrat encer tetapi larut dalam HCl pekat panas.

NO_2^- : Dengan larutan KI kemudian diasamkan dengan asetat atau sulfat encer akan dibebaskan iodium yang dapat diidentifikasi dari timbulnya warna biru dalam pasta kanji.

CN^- : Dengan larutan $AgNO_3$ terbentuk endapan putih $AgCN$ yang mudah larut dalam larutan sianida berlebih karena membentuk ion kompleks $[Ag(CN)_2]^-$

SCN^- : Dengan larutan $FeCl_3$ membentuk warna merah darah.

$[Fe(CN)_6]^{4-}$: Dengan larutan $FeCl_3$ akan terbentuk endapan biru prusia dalam larutan netral atau asam. Endapan diuraikan oleh larutan hidroksida alkali membentuk endapan $Fe(OH)_3$ yang berwarna coklat.

$[Fe(CN)_6]^{3-}$: Dengan larutan $AgNO_3$ membentuk endapan merah jingga, $Ag_3[Fe(CN)_6]$ yang larut dalam amonia tetapi tidak larut dalam asam nitrat.

- Cl^- : Dengan larutan AgNO_3 membentuk endapan putih AgCl yang tidak larut dalam air dan asam nitrat encer, tetapi larut dalam amonia encer.
- Br^- : Dengan larutan AgNO_3 membentuk endapan kuning AgBr yang sukar larut dalam amonia encer, larut dalam amonia pekat, KCN dan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tetapi tidak larut dalam sama nitrat encer.
- I^- : 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.
- NO_3^- : 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^- .

c. Rangkuman 2

Dalam analisa kualitatif yang dilakukan berdasarkan metode H_2S kation-kation diklasifikasikan dalam lima golongan berdasarkan sifat-sifat kation tersebut terhadap beberapa pereaksi. Pereaksi yang paling umum dipakai adalah HCl , H_2S , amonium sulfida dan amonium karbonat.

Cara identifikasi anion tidak begitu spesifik seperti pada identifikasi kation. Identifikasi anion meliputi analisis pendahuluan, analisis anion dari zat asal dan analisis anion dengan menggunakan larutan ekstra soda. Dari hasil analisis sebelumnya (data kelarutan) dan pengetahuan tentang kation yang ada, dapat memberikan petunjuk tentang anion yang mungkin ada atau tak ada dalam larutan sampel. Sebagai contoh, zat asal larut dalam air panas, kation yang ditemukan Pb^{2+} , anion yang mungkin ada adalah klorida karena PbCl_2 larut dalam air panas. Tida mungkin nitrat karena timbal nitrat mudah larut dalam air dingin.

d. Tugas 2

Pelajari tabel pemisahan dan identifikasi kation golongan I, buatlah skema pemisahan golongan tersebut.

e. Tes Formatif 2

1. Dalam analisis kation secara sistematis dengan metode H_2S :
 - a. Kation dibagi dalam berapa golongan?
 - b. Sebutkan masing-masing 3 contoh kation yang termasuk ke dalam golongan tersebut!
 - c. Bagaimana cara memisahkan kation-kation tersenut?

2. Sebutkan urutan pelarut yang digunakan untuk melarutkan cuplikan pada analisis kation secara sistematis!
3. Pada pemeriksaan kation suatu sampel diketahui dapat larut dalam air dan menghasilkan endapan putih ketika ditetesi HCl 2M. Endapan tersebut tidak larut dalam air panas tetapi larut dalam NaOH. Kation apakah yang terdapat di dalamnya?
4. Pada pengendapan kation golongan II menurut cara H₂S
 - a. Mengapa harus ditambahkan HCl 4M?
 - b. Mengapa keasaman harus diatur?
 - c. Mengapa pengaliran gas H₂S harus diatur pada suhu kurang lebih 80°C?

f. Kunci Jawaban Tes Formatif 2

1. a. Kation dibagi dalam 5 golongan
 - b. Golongan I contoh: Pb²⁺, Hg⁺, Ag²⁺
Golongan IIA contoh: Bi³⁺, Cu²⁺, Cd²⁺
Golongan IIB contoh: As³⁺, Sb³⁺, Sn²⁺
Golongan III contoh: Co²⁺, Ni²⁺, Mn²⁺
Golongan IV contoh: Ca²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺
Golongan V contoh: Mg²⁺, Na⁺, K⁺
 - c. Dengan cara membuat kondisi dimana salah satu kation larut sedangkan yang lainnya tidak larut. Sebagai contoh untuk memisahkan endapan PbCl₂ dari endapan AgCl dengan cara melarutkannya dalam air panas, dimana PbCl₂ larut dalam air panas sedangkan AgCl tidak larut.
2. Air, HCl encer, HCl pekat, HNO₃ encer, HNO₃ pekat, air raja. Mula-mula dilakukan dalam keadaan dingin kemudian dalam keadaan panas.
3. AgCl
4. a. Untuk mengatur keasaman
b. Agar Zn tidak ikut mengendap
c. Pengendapan kation sebagai senyawa logam sulfida dipengaruhi oleh suhu.

III. EVALUASI

Jawablah pertanyaan berikut ini!

1. Jelaskan cara menentukan titik didih sampel
2. Jelaskan cara mengamati bentuk kristal sampel
3. Jelaskan cara menentukan titik leleh sampel
4. Jelaskan cara menentukan sifat asam atau basa sampel
5. a. Sebutkan asam-asam pengganggu dalam pemeriksaan kation dengan cara H₂S!
b. Bagaimana cara menghilangkan adanya asam-asam pengganggu tersebut?
6. a. Apa yang dimaksud dengan ekstrak soda? Jelaskan cara pembuatan ekstrak soda
b. Apa fungsi ekstrak soda?
7. Sebutkan ion-ion yang mudah menguap dan bagaimana cara pemeriksaannya.
8. Tuslikan reaksi dan jelaskan apa yang akan terjadi dalam pemeriksaan anion-anion: CO₃²⁻, SO₄²⁻, Cl⁻ dan CH₃COO⁻.
9. Terangkan kegunaan dari tes Gutzeit dan tes cincin coklat.
10. Berika alasan mengapa Mg dimasukkan ke dalam golongan sisa?

Kunci Jawaban Evaluasi

1. Berdasarkan jumlah zat yang digunakan penentuan titik didih dibagi menjadi dua cara, yaitu penentuan titik didih secara mikro bila jumlah zat yang digunakan sedikit dan penentuan titik didih secara makro bila jumlah zat yang digunakan banyak.

Cara menentukan titik didih secara mikro

Ambil pipa kapiler yang berdiameter ± 1 mm dengan panjang 9-10 cm. Bakar salah satu ujungnya sampai tertutup rapat. Masukkan pipa kapiler tersebut pada tabung reaksi kecil yang berisi zat yang akan diperiksa dengan ujung pipa kapiler yang terbuka tercelup pada zat tersebut. Tempelkan tabung reaksi kecil pada termometer dengan tinggi ujung tabung reaksi sejajar dengan ujung reservoir termometer, kemudian ikat. Masukkan kedalam penangas yang telah diberi batu didih. Panaskan secara perlahan-lahan dengan api kecil. Catat suhu pada saat mulai timbul gelembung pada ujung pipa kapiler serta pada saat gelembung yang terjadi cepat dan teratur. Cepat hentikan pemanasan kemudian catat suhu saat gelembung terakhir keluar. Amati data tersebut, kemudian tentukan titik didihnya. Data yang mendekati adalah data yang perbedaan suhunya kecil ($\pm 5^\circ\text{C}$). Titik didih zat adalah rata-rata dari data tersebut.

Cara menentukan titik didih secara makro dengan destilasi

Pasang set alat destilasi dan asukkan batu didih dan zat pada labu destilasi (isi zat dalam paling banyak $\frac{2}{3}$ bagian dari labu), kemudian masukkan pula batu didih pada penangas. Panaskan mula-mula dengan api kecil kemudian diperbesar sampai zat mendidih. Atur pemanasan hingga pemanasan destilat ± 2 tetes per detik. Bacalah suhu pada setiap lima detik. Suhu pada saat konstan menunjukkan titik didih zat cair.

2. Bersihkan slide mikroskop, cuci dengan air dan keringkan dengan cara menggosok dengan kapas beralkohol. Larutkan zat yang akan diperiksa dalam pelarutnya sampai jenuh. Celupkan ujung batang pengaduk kedalam larutan tersebut, kemudian kenakan pada slide hingga merata, biarkan kristal tumbuh. Hindarkan slide tersebut dari gangguan guncangan selama pertumbuhan kristal. Apabila kristal telah tumbuh dengan jumlah dan ukuran yang cukup untuk diamati, letakan dan jepit slide pada meja tepat ditengah-tengah lingkaran lobang mikroskop yang telah dibersihkan sebelumnya. Tempatkan obyektif yang terendah ukurannya dengan jarak dekat diatas slide. Putar cermin untuk mendapatkan cahaya yang sempurna, kemudian putar makrometer dengan arah obyektif menjauhi slide sehingga didapatkan gambar. Apabila gambar kurang jelas putar mikrometer.

Untuk memperkecil atau memperbesar penglihatan putar obyektif berlawanan dengan arah jarum jam diatas slide. Kekuatan pembesaran mikroskop ditentukan oleh pembesaran obyektif dan okuler. Misalnya: Jika obyektif dengan pembesaran 10X dan okuler 10X, maka kombinasi dari kedua pembesaran adalah 100X. Untuk memperjelas penglihatan dengan menggunakan pembesaran yang besar digunakan bantuan olive oil, dengan cara meneteskan minyak tersebut pada slide yang akan diperiksa.

3. Haluskan zat yang akan diperiksa. Ambil pipa kapiler yang berdiameter $\pm 1,5 - 2$ mm dengan tingginya ± 5 cm, bakar salah satu ujungnya sampai tertutup rapat. Masukkan zat kedalam pipa kapiler dengan cara mengetuk-ngetukan ujung pipa kapiler yang terbuka diatas zat dalam gelas arloji sampai terisi ± 2 mm (sampai dapat diamati) dan cukup rapat. Untuk membantu supaya zat mudah turun pada bagian bawah pipa kapiler yang tertutup bisa menggunakan bantuan corong gelas yang berleher panjang atau pipa, dengan cara menjatuhkan pipa kapiler yang berisi zat dalam corong atau pipa berulang-ulang. Tempelkan pipa kapiler pada termometer dengan ujung pipa kapiler yang tertutup tingginya sejajar dengan tinggi reservoir termometer kemudian ikat. Masukkan kedalam pemanas. Panaskan penangas tersebut dengan cepat sampai suhu 40° C, kemudian

naikkan lagi 20°C secara perlahan-lahan dan akhirnya pemanasan diteruskan dengan kenaikan suhu 1°C sampai dengan 2°C tiap menit (api kecil). Catat suhu mulai zat meleleh dan saat zat meleleh semuanya. Hentikan pemanasan kemudian catat suhu saat kristal terbentuk kembali.

4. Penentuan sifat asam atau basa suatu sampel dapat dilakukan secara langsung dengan alat pH meter atau dengan menggunakan suatu indikator, baik indikator universal, kertas lakmus maupun indikator asam basa lainnya yang merupakan hasil sintesis maupun hasil isolasi dari bahan alam. Perubahan warna suatu indikator asam basa disebabkan oleh sifat keasaman atau kebasaan lingkungannya.
5. a. Posfat, oksalat dan borat.
b. Dengan cara mengendapkan terlebih dahulu ion-ion pengganggu tersebut.
6. a. Larutan ekstrak soda adalah larutan yang dibuat dengan memasak cuplikan dalam larutan jenuh natrium karbonat selama ± 10 menit, lalu disaring. Filtrat yang diperoleh disebut ekstrak soda (ES).
b. Fungsi larutan ekstrak soda adalah untuk mengendapkan kation logam berat dan untuk mempertinggi kelarutan anion. Pada pemanasan dengan penambahan Na_2CO_3 ion-ion logam diendapkan dalam bentuk oksida, hidroksida, karbonat dan karbonat basa. Bila Na_2CO_3 yang ditambahkan banyak maka CrO_4^{2-} yang dapat larut makin banyak.
7. Contohnya As^{3+} , analisisnya dengan tes Gutzeit
8. CO_3^{2-} identifikasinya pengendapan dengan Ba^{2+}
 $\text{CO}_3^{2-} + \text{Ba}^{2+} \longrightarrow \text{BaCO}_3$ endapan putih
 SO_4^{2-} identifikasinya pengendapan dengan Ba^{2+}
 $\text{SO}_4^{2-} + \text{Ba}^{2+} \longrightarrow \text{BaSO}_4$ endapan putih
 Cl^- identifikasinya pengendapan dengan Ag^+
 $\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \longrightarrow \text{AgCl}$ endapan putih
9. Kegunaan tes Gutzeit untuk identifikasi ion As^{3+}
10. Karena Mg^{2+} terdapat dalam filtrat ketika pemisahan golongan IV

IV. PENUTUP

Demikianlah modul ini dibuat untuk membantu siswa menyelesaikan salah satu sub kompetensi dari kompetensi menganalisa bahan secara kualitatif berdasarkan sifat fisis bahan dan identifikasi serta penggolongan kation dan anion berdasarkan metode H₂S. Siswa dapat melanjutkan ke modul berikutnya setelah mengikuti proses belajar mengajar minimal aspek kognitif 80% dan aspek psikomotor dan sikap 90%.

DAFTAR PUSTAKA

Crsitian, G.D. (1994), **Analytical Chemistry**, 5th edition, New York: John Wiley & Sons.

Day, R.A., G.D. and Underwood, A.L., (1989); **Qulitatif Analysis**, 5th edition, New Delhi: Prentice-Hall, Inc.

Hargis, L.G., (1988), **Analytical Chemistry: Principles and Techniques**, New Jersey : Prantice Hall.

Svehla, G. (Setiono & Pudjaatmaka, alih bahasa), (1985) **Vogel Analsis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi mikro**, edisi 5 Jilid I dan II, Jakarta: Kalman Media Pustaka