

METODE PEMISAHAN DAN ANALISIS

KIMIA

Oleh:

Susila Kristianingrum

susila.k@uny.ac.id



Kompetensi Umum:

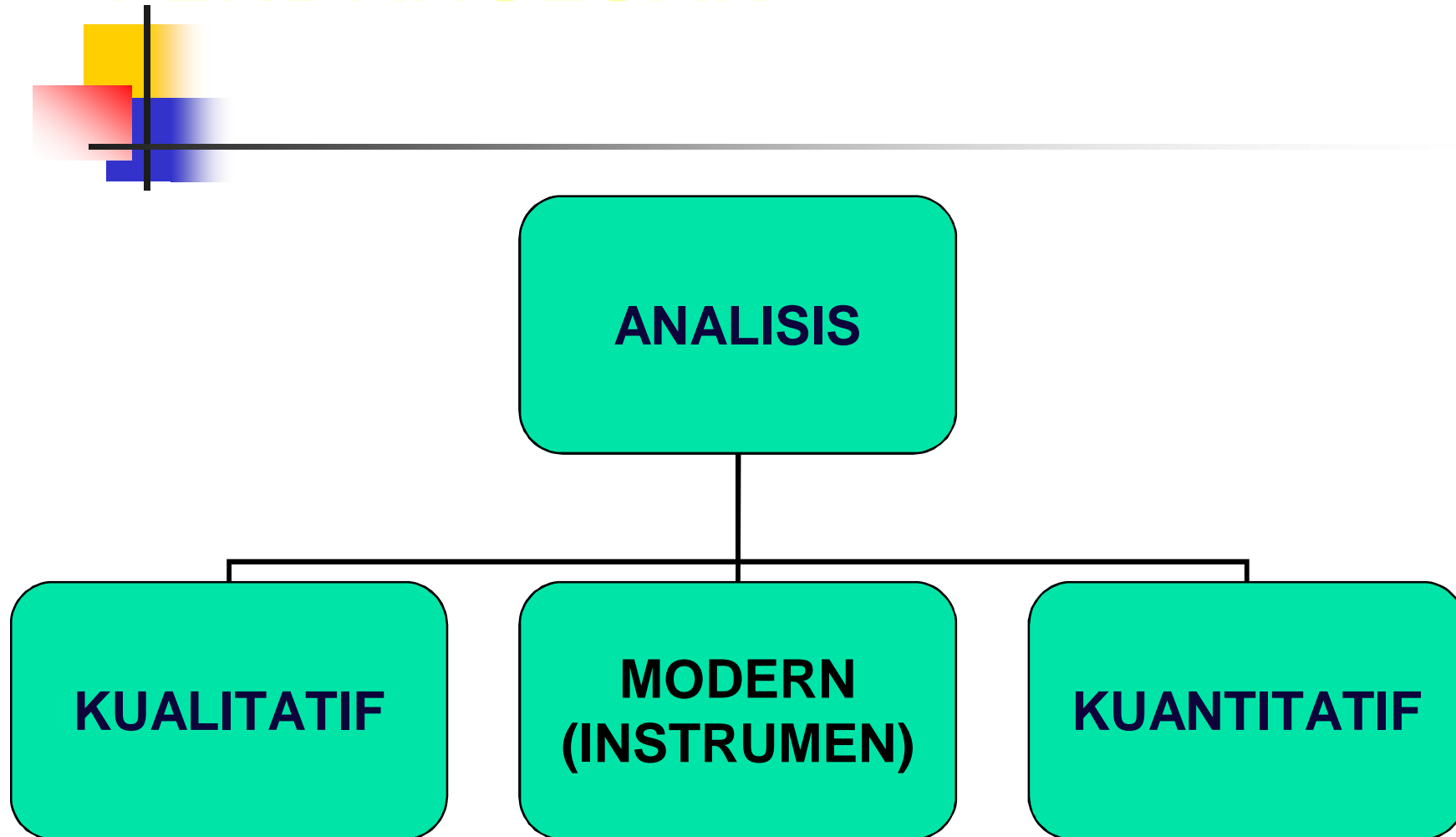
Mahasiswa dapat mendeskripsikan berbagai metode pemisahan; manfaat pemisahan analit, berbagai prinsip pemisahan analit, beberapa faktor yang mempengaruhi pemisahan analit, metode pemisahan dan analisis secara elektrokimia yang meliputi elektrolisis, elektrogravimetri, elektroforesis, polarografi, voltametri, dan menerapkannya dalam pemisahan analit.



MENU UTAMA

- PENDAHULUAN
- ELEKTROMETRI
- POLAROGRAFI
- VOLTAMETRI
- POTENSIOMETRI
- EKSTRAKSI SISTEM MASKING AGENT
- ELEKTROFORESIS
- PEMISAHAN DENGAN MEMBRAN

PENDAHULUAN



TAHAPAN ANALISIS KUANTITATIF

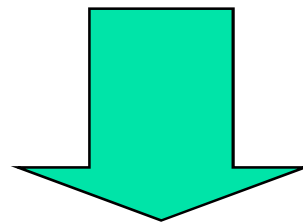


- Seleksi sampel
- Pengukuran sampel
- Pelarutan sampel
- Perlakuan awal sampel
- Pemisahan konstituen yg diinginkan
- Pengukuran konstituen yg diinginkan
- Penganalisisan data
- Pelaporan



TUJUAN PEMISAHAN

- Pemurnian senyawa
- Identifikasi kualitatif
- Penentuan kuantitatif komponen yg dicari



Selektif, peka, spesifik

Klasifikasi pemisahan

- Sifat fisik dan kimia
- Tipe proses
- Tipe fasa

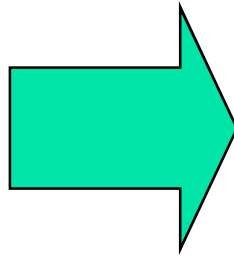


Pemisahan atas dasar sifat fisik dan kimia

- Pengendapan
- Destilasi
- Ekstraksi

- Flotasi

- Kromatografi



- Beda kelarutan
- Beda tekanan uap
- Beda kelarutan antara 2 fasa
- Beda kerapatan antara zat dan cairan
- Distribusi solut diantara fasa diam dan gerak

Pemisahan atas dasar tipe proses mekanis

- Dialisis
- Kromatografi eksklusi
- Filtrasi
- Ultrafiltrasi
- Sentrifugasi



Pemisahan atas dasar tipe proses fisik

- Partisi

- | | |
|--------|-------------------|
| 1. KGP | 1. Destilasi |
| 2. KGC | 2. Sublimasi |
| 3. KCC | 3. Kristalisasi |
| 4. ECC | 4. Pemurnian zona |



Pemisahan atas dasar sifat tipe proses kimia

- Perubahan keadaan:
 1. Pengendapan
 2. Elektrodeposisi

- Penopengan (masking):
 1. Pertukaran ion

Pemisahan atas dasar sifat tipe fasa

Fasa awal	Fasa kedua		
	Gas/uap	cairan	padatan
Gas	Difusi termal	KGC	KGP
Cairan	Destilasi	KCC ECC Dialisis	KPC Pengendapan Elektrodeposisi
Padat	Sublimasi	Pemurnian zona leaching	



Nama Fasa atas dasar Proses

Kromatografi	Stasioner	Mobil
Ekstraksi	Rafinat	Ekstraktan
Destilasi	Destilat	Residu
Dialisis	Resentat	Difusat
Filtrasi	Residu	Filtrat



Pemisahan berdasar ukuran

- Filtrasi

Dipakai saringan berpori melalui saringan gravitasi, saringan hisap/pompa vakum

- Dialisis

pemisahgan berdasar perbedaan kecepatan difusi melalui membran semipermeable (selofan) dengan ukuran pori 1-5 nm



Pemisahan berdasar ukuran

- Krom. Size-eksklusi (permeasi gel atau ekskultasi molekuler)

Dilakukan bila camp.melalui mutiara partikel berpori, partikel analit kecil masuk ke dlm partikel mutiara, besar ke luar melalui kolom.

- Kolom dikemas dg partikel kecil ($10\mu\text{m}$) berpori yg diikat silang dari dekstrin/poliakrilamida.



Pemisahan berdasarkan massa atau densitas

- Bila analit & pengganggu memp. Massa atau densitas yg berbeda.
- Dasar: gaya sentrifugal (g). Partikel yg akan dipisahkan disuspensikan dlm medium cair, ditempatkan dlm tabung sentrifugal dalam rotor dan diputar dg kec. tinggi (rpm).Kec. Pengendapan tgt pd gaya sentrifugal (g) yg mengenai partikel searah jari-jari (r).



Pemisahan berdasarkan pembentukan kompleks

- Teknik yg digunakan utk melindungi pengganggu yaitu dg mengikatnya sbg **kompleks** yg larut; dikenal dg istilah **masking / penopengan**.
- Diperlukan zat penopeng (**masking agent**) yg sesuai.



Faktor-faktor yang mempengaruhi kestabilan kompleks

- **Kemampuan mengkompleks logam-logam.**
- **Ciri-ciri khas ligan itu.**
 1. kekuatan basa dari ligan itu,
 2. sifat-sifat penyepitan (jika ada), dan
 3. efek-efek sterik (ruang).



Faktor-faktor yang akan membantu menaikkan selektivitas

- Dengan mengendalikan pH larutan dengan sesuai
- Dengan menggunakan zat-zat penopeng
- Kompleks-kompleks sianida
- Pemisahan secara klasik
- Ekstraksi pelarut
- Indikator
- Anion-anion
- 'Penopengan Kinetik'



Zat Penopeng Terseleksi

Zat Penopeng:

1. CN^-
2. SCN^-
3. NH_3
4. F^-
5. $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
6. Tartrat
7. Oksalat
8. Asam tioglikolat,
dan lain-lain

Spesies yg dapat ditopeng:

1. Ag, Au, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pd, Pt, Zn
2. Ag, Cd, Co, Cu, Fe, Ni, Pd, Pt, Zn
3. Ag, Co, Cu, Fe, Pd, Pt
4. Al, Co, Cr, Mg, Mn, Sn, Zn
5. Au, Cd, Co, Cu, Fe, Pb, Pd, Pt, Sb
6. Al, Ba, Bi, Ca, Ce, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Pb, Pd, Pt, Sb, Sn, Zn
7. Al, Fe, Mg, Mn, Sn
8. Cu, Fe, Sn

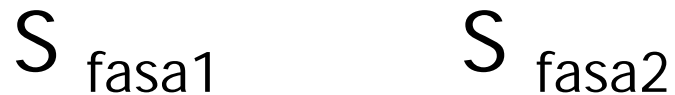
Pemisahan berdasarkan Perubahan Keadaan

Bila analit dan pengganggu berada dalam fasa yang sama, dipengaruhi per. fisika dan kimia

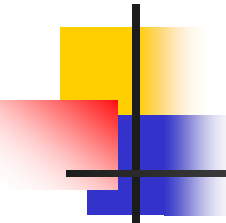
- Per. Fisika: destilasi, sublimasi, rekristalisasi
- Per.kimia: SiO_2 dpt dipisahkan dr sampel dg HF shg terbentuk SiF_4 yg kemudian dpt dipisahkan dg cara diuapkan.
- NH_4^+ dpt dipisahkan dr sampel dg dijadikan basa, shg terbentuk NH_3 dan dpt dihilangkan dg destilasi.

Pemisahan berdasarkan partisi antar fasa

- Dasar: partisi selektif analit atau pengganggu antara 2 fasa yg tdk dpt bercampur



- $K_D = S_{\text{fasa1}} / S_{\text{fasa2}}$



Contoh Penggunaan Zat Penopeng (Masking Agent)

- KOH SEBAGAI ZAT
PENOPENG (*MASKING AGENT*)



UNTUK EKSTRAKSI TIMBAL-DITIZON DALAM KLOOROFORM
DENGAN ADANYA INTERFERENSI Zn(II) dan Sn(II)



TUGAS

1. Jelaskan klasifikasi pemisahan berdasarkan ukuran
2. Jelaskan klasifikasi pemisahan berdasarkan pengkompleksan
3. Bagaimana cara memilih zat penopeng?



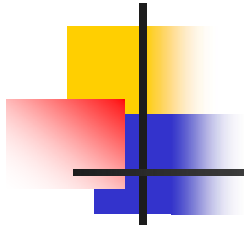
TUGAS/BAHAN DISKUSI

4. Tentukan penopeng untuk penentuan Al dengan adanya Fe dan untuk penentuan Fe dengan adanya Al. Jelaskan mengapa dipilih zat penopeng tsb!
5. Tunjukkan bahwa CN^- sangat efektif dipakai sebagai masking agent pada pemisahan ion logam dalam suasana basa.



TEORI PEMISAHAN

- Suatu metode mempunyai selektivitas tinggi thd analit maka kinerjanya sederhana, tetapi sebaliknya jika ada zat pengganggu maka selektivitas menjadi sulit dicapai
- Bila tidak ada zat pengganggu, hubungan sinyal sampel (S_{sampel}) dan konsentrasi (C_A) adalah:
 - $S_{\text{sampel}} = k_A C_A$ (1) $k_A = \text{sensitivitas}$



- Bila ada pengganggu maka

$$S_{\text{sampel}} = k_A C_{A+} + k_i C_i \quad (2) \quad k_i = \text{sensitivitas pengganggu}$$

C_i = konsentrasi pengganggu

$$K_{AI} = k_1/k_2 \quad (3) \quad K_{AI} = \text{koef. selektivitas}$$

$$S_{\text{sampel}} = k_A [C_{A+} + K_{AI} C_i] \quad (4)$$

$K_{AI} C_i \ll C_A$ (5) zat pengganggu tdk mjd masalah sepanjang konsentrasi produk & koef. selektivitas sec. signifikan lebih kecil dari konsentrasi analit

% Recovery & Efisiensi Pemisahan

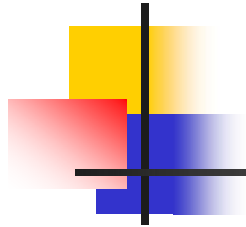
- $R_A = C_A / (C_A)_o$ $R_A =$ recovery analit
- $R_i = C_i / (C_i)_o$ $R_i =$ recovery pengganggu
- Keefektifan pemisahan disebut juga faktor pemisahan $(S_{i,a})$ adalah perubahan perbandingan pengganggu dan analit yg disebabkan pemisahan

$$(S_{i,a}) = \frac{C_i / C_A}{(C_i)_o / (C_A)_o}$$



Latihan Soal

1. Sebutkan tujuan pemisahan dalam analisis kimia
2. Jelaskan mengapa dalam analisis kimia, pekerjaan pemisahan menjadi sangat penting
3. Hitung % recovery Cu&Zn serta faktor pemisahannya pada penentuan konsentrasi Cu pada industri elektroplating dalam sampel yg mengandung Zn. Jika sampel mengandung 128,6 ppm Cu dipisahkan untuk menghilangkan Zn, konsentrasi Cu turun menjadi 127,2 ppm sedangkan jika 134,9 ppm Zn dipisahkan konsentrasi Zn menjadi 4,3 ppm.



4. Suatu sampel ditreatment di lab. Dengan cara-cara tertentu sebelum dilakukan analisis lebih lanjut. Biasanya sebelum treatment dilakukan pula pre-treatment. Langkah apa yang dilakukan pada pretreatment tsb.