

# Preparasi Sampel

Disampaikan pada Kuliah  
Analisis Senyawa Kimia  
Pertemuan Ke 3

# Penarikan Sampel (Sampling)

- Tujuan sampling : mengambil sampel yang representatif untuk penyelidikan analitis
- Sampel dapat berupa zat cair, padat dan gas
- Masing-masing kondisi sampel terdapat teknik-teknik yang spesifik untuk pengambilan sampel agar diperoleh sampel yang representatif.

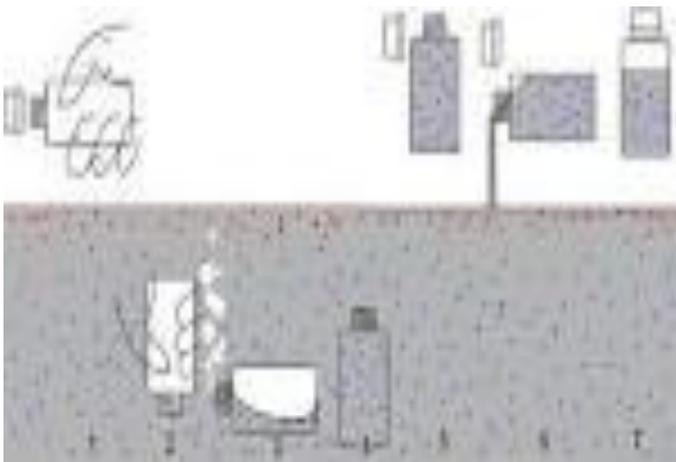
# Sampel Gas

- Sampel berbentuk gas cukup homogen
- Sampel dialirkan ke dalam tabung tertutup yang dilengkapi katup-katup dan kran-kran serta pipa-pipa penghubung.
- Tabung tersebut dilengkapi pengontrol tekanan dan temperatur



# Sampel Cair

- Sampel cair yang akan diambil dihomogenkan terlebih dahulu dengan cara pengadukan.
- Pengambilan sampel cair dalam badan air di bumi dilakukan dengan disesuaikan analit yang akan ditentukan, misalnya pengambilan sampel permukaan, kedalaman tertentu dan dasar badan air.



alat pengambil contoh air SGL

# Sampel Padat

- Sampel berbentuk padat mempunyai tingkat homogenitas yang rendah.
- Salah satu pengambilan sampel berbentuk padat adalah dengan melakukan penggerusan dan dicampur sampai homogen.



# Penimbangan Sampel

- Dilakukan dengan neraca analitik yang dilengkapi botol timbang.
- Sampel yang telah ditimbang disimpan di dalam desikator.



# Perlakuan Sampel

- Reaksi Kering : sejumlah uji yang dilakukan dalam keadaan kering, tanpa melarutkan sampel.
- Meliputi: pemanasan, uji pipa tiup, uji nyala, uji spektroskopi, uji manik boraks dan uji manik fosfat

- Reaksi basah: Sejumlah uji yang dilakukan dengan mereaksikan zat-zat dalam larutan.
- Reaksi berlangsung ditandai dengan terbentuknya endapan, perubahan warna, perubahan suhu dan terbentuknya suatu gas.
- Beberapa alat yang digunakan adalah: tabung reaksi, gelas piala, labu erlenmeyer, batang pengaduk dan botol cuci.

# Penyediaan dan Penyimpanan Larutan Standar/Regensia

- Jenis larutan standar/regensia dikelompokkan menjadi:
  1. Lar. Regensia dengan konsentrasi kira-kira
  2. Lar. Standar yang konsentrasinya diketahui dengan pasti(AR)
  3. Lar. Standar primer
  4. Lar. Standar skunder

# Destruksi Basah

- Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator.
- Pelarut-pelarut yang dapat digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, dan asam klorida.
- Semua pelarut tersebut dapat digunakan baik tunggal maupun campuran.

# Contoh cara destruksi basah

- Sebanyak 1 gram sampel sayuran dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL
- Ditambahkan larutan aqua regia atau campuran  $\text{HNO}_3$  pekat :  $\text{HCl}$  pekat (1:3) sebanyak 3 mL.
- Dipanaskan di atas hotplate selama kurang lebih 30 menit sampai tidak terbentuk gas.
- Setelah semua sampel terdestruksi dan terbentuk larutan kemudian disaring dan disimpan di dalam botol sampel.
- Diperoleh larutan sampel hasil destruksi basah siap dianalisis.

# Destruksi Kering

- Destruksi kering merupakan perombakan organic logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam muffle furnace dan memerlukan suhu pemanasan tertentu.
- Pada umumnya dalam destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400-800°C, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis.

# Contoh cara destruksi kering

- Ditimbang sampel sebanyak 1 gram tempatkan pada cawan porselin.
- Diuapkan dengan oven sampai temperatur 105 – 110 °C selama 30menit.
- Diabukan didalam tanur selama 8 jam pada suhu 450 °C sampai sampel mengering.
- Sampel yang telah mejadi abu, kemudian ditambahkan HCl 10 M sebanyak 2 mL.
- Kemudian dipanaskan di atas hotplate sampai abu larut.
- Abu yang telah larut kemudian dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL kemudian diencerkan dengan larutan HNO<sub>3</sub> 0,1 M sampai tanda batas.
- Larutan siap dianalisis.