

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.

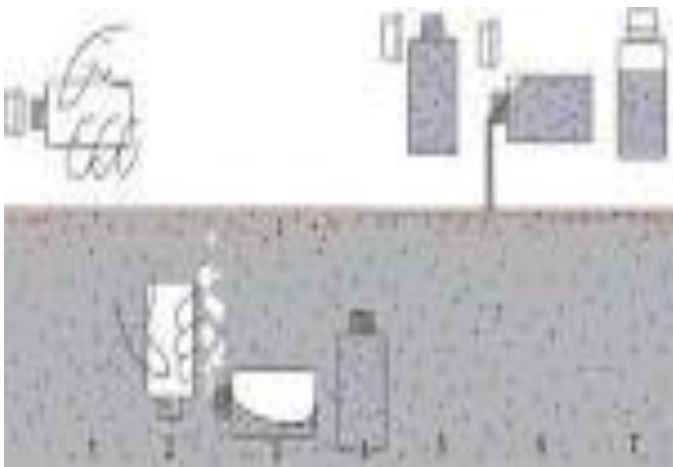
Sampel Gas

- 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 HNO_3 pekat : 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 HNO₃ 0,1 M sampai tanda batas.
- Larutan siap dianalisis.