DIKTAT PENUNTUN PRAKTIKUM

PEMISAHAN KIMIA

Oleh
TIM PENYUSUN



LABORATORIUM KIMIA ANALITIK JURUSAN KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MALANG MALANG 2018

Kata Pengantar

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah SWT atas rahmat dan hidayah-Nya, sehingga Buku Petunjuk Praktikum Pemisahan Kimia ini dapat diselesaikan.

Praktikum Pemisahan Kimia diselenggarakan dengan tujuan untuk meningkatkan keterampilan mahasiswa dalam kerja laboratorium dan untuk menambah wawasan praktis bagi mahasiswa terhadap bidang pemisahan kimia yang telah diperoleh secara teoritik dalam perkuliahan.

Dengan demikian pelaksanaan praktikum diharapkan dapat memberikan kontribusi ilmu yang bermanfaat dan pengalaman kerja bagi mahasiswa, asisten, dan dosen pembimbing.

Penulisan Buku Petunjuk Praktikum Pemisahan Kimia ini merupakan upaya optimal yang dilakukan untuk membantu pelaksanaan praktikum kimia anorganik, namun demikian masih diperlukan kritik dan saran yang membangun bagi penulis untuk penyempurnaan penulisan selanjutnya.

Mudah-mudahan buku petunjuk yang sederhana ini dapat bermanfaat kepada para mahasiswa.

Malang, Januari 2018

Penulis

PERATURAN TATA TERTIB

PRAKTIKUM PEMISAHAN KIMIA

- 1. Berdoa sebelum dan sesudah melaksanakan praktikum.
- 2. Setiap peserta praktikum harus hadir tepat waktu sesuai dengan yang ditentukan. Keterlambatan lebih dari 5 menit dari waktu yang telah ditentukan dapat mengakibatkan ditolaknya peserta untuk mengikuti praktikum pada hari yang bersangkutan.
- 3. Selama mengikuti praktikum, peserta diwajibkan mengenakan jas laboratorium berwarna putih yang bersih.
- 4. Setiap peserta praktikum bertanggung jawab pada ketertiban dan kebersihan laboratorium. Selama mengikuti praktikum, peserta wajib berlaku sopan baik cara berkomunikasi, maupun mode pakaian yang digunakan dan tidak bersenda gurau.
- 5. Setiap peserta praktikum harus selalu berhati-hati dan memperhatikan tentang kemungkinan kontaminasi reagensia ke dalam botol dan sedapat mungkin dihindari. Tutuplah segera botol reagensia dan perhatikan agar tutup botol reagensia tersebut tidak tertukar dengan tutup botol reagensia yang lain.
- 6. Pretest di awal praktikum atau posttest diakhir praktikum dilakukan selama kurang lebih 15 menit.
- 7. Setelah menyelesaikan suatu acara praktikum, setiap peserta harus mengembalikan semua peralatan yang digunakan dalam keadaan bersih dan kering ke tempat semula. Kerusakan peralatan yang terjadi selama praktikum menjadi tanggung jawab peserta.
- 8. Setelah menyelesaikan suatu acara praktikum, setiap peserta diwajibkan membuat laporan praktikum berupa :
 - a. Laporan sementara, yang dibuat di laboratorium sesaat setelah suatu acara praktikum diselesaikan dan harus mendapatkan pengesahan pembimbing praktikum.
 - b. Laporan resmi, yang dibuat di luar laboratorium dan harus diserahkan kepada pembimbing sebelum mengikuti acara praktikum berikutnya.
- 9. Seluruh kegiatan praktikum akan diakhiri dengan responsi, nilai akhir praktikum akan ditentukan berdasarkan pada prestasi peserta selama mengikuti praktikum, yang meliputi pretest atau postest, nilai praktikum, nilai laporan dan ujian akhir.
- 10. Hal-hal yang belum tertuang dalam peraturan tata tertib ini akan diatur lebih lanjut.

DAFTAR ISI

Kata Pengantar.		1
Peraturan Tata T	- Tertib	2
Daftar Isi		3
Praktikum I	: Penentuan Koefisien Distribusi	5
Praktikum II	: Penentuan Surfaktan Anionik Secara Ekstraksi-	
	Spektrofotometri	. 8
Praktikum III	: Resin Penukar Kation	11
Praktikum IV	: Pemisahan Zn(II) dan Mg(II) dengan Resin Penukar	
	Anion	16
Praktikum V	: Kromatografi Kertas	19
Praktikum VI	: Kromatografi Lapis Tipis	23

PERCOBAAN I PENENTUAN KOEFISIEN DISTRIBUSI

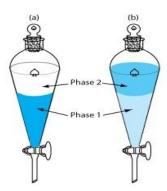
Tujuan: Menentukan nilai koefisien distribusi iodin pada pelarut kloroform/air

Dasar Teori

Ekstraksi adalah pemisahan suatu zat dari sampel berdasarkan kelarutannya pada pelarut tertentu. Ekstraksi cair-cair merupakan pemisahan suatu senyawa dalam dua macam pelarut yang tidak saling tercampur satu sama lain dalam hal ini sering kali merupakan pelarut organik dan air. Proses pemisahan dilakukan dalam corong pemisah dengan jalan pengocokan beberapa kali sehingga senyawa akan terdistribusi ke dalam dua macam zat cair. Terjadi partisi zat terlarut antara dua cairan yang tidak dapat campur sehingga keduanya dapat dipisahkan.

Teknik pengerjaan meliputi penambahan pelarut organik pada larutan air yang mengandung suatu senyawa. Dalam pemilihan pelarut organik diusahakan agar kedua jenis pelarut tidak saling tercampur satu sama lain. Selanjutnya proses pemisahan dilakukan dalam corong pemisah dengan jalan pengocokan beberapa kali. Untuk memilih jenis pelarut yang sesuai harus diperhatikan faktor-faktor sebagai berikut :

- 1. Pembanding distribusi tinggi untuk gugus yang bersangkutan dan pembanding distribusi rendah untuk gugus pengotor lainnya
- Kelarutan dalam air rendah
- 3. Kekentalan rendah dan tidak membentuk emulsi dengan air
- 4. Tidak mudah terbakar dan tidak bersifat racun
- 5. Mudah melepas kembali gugus yang terlarut di dalamnya untuk keperluan analisa lebih lanjut



Gambar 1. Corong pisah, digunakan ekstraksi cair-cair

Campuran dua pelarut dimasukkan, dalam corong pemisah, lapisan yang lebih ringan ada pada lapisan atas. Dengan jalan pengocokan, proses ekstraksi berlangsung. Mengingat bahwa proses ekstraksi merupakan proses kesetimbangan maka pemisahan salah satu lapisan pelarut dapat dilakukan setelah kedua jenis pelarut dalam keadaan diam. Lapisan yang ada di bagian bawah dikeluarkan dan corong dengan jalan membuka kran corong, jaga agar jangan sampai lapisan atas ikut mengalir keluar

Koefisien Distribusi

Hukum distribusi banyak dipakai dalam proses ekstraksi, analisis dan penentuan tetapan kesetimbangan. Hukum Distribusi Nernst ini menyatakan bahwa solut akan mendistribusikan diri di antara dua pelarut yang tidak saling bercampur, sehingga setelah kesetimbangan distribusi tercapai. Perbandingan konsentrasi solut di dalam kedua fasa pelarut pada suhu konstan akan merupakan suatu tetapan, yang disebut **koefisien distribusi (KD)**.

Tetapan distribusi atau koefisien distribusi dinyatakan dengan rumus:

$$K_d = \frac{c_o}{c_a}$$

Dengan Kd = Koefisien distribusi,

Co = konsentrasi senyawa X pada pelarut organik,

Ca = konsentrasi senyawa X pada pelarut air.

Penentuan Koefisien Distribusi lodin pada kloroform/air

lodine, I₂ larut dalam air tetapi lebih mudah larut di dalam pelarut organik seperti kloroform (CHCl₃), atau karbon tetra klorida (CCl₄). Apabila ke dalam larutan lod dalam air ditambahkan salah satu pelarut organik (yang tidak saling bercampur dengan air) tersebut, kemudian campuran larutan dikocok dengan kuat, akan terjadi distribusi lod antara kedua pelarut tersebut. Sebagian besar lod larut dalam pelarut organik dan sisa lod yang pindah dalam pelarut organik. Proses yang terjadi dalam ekstraksi adalah

$$I_2$$
 (aq) \leftrightarrow I_2 (org)

Perbandingan konsentrasi I_2 dalam pelarut organik dan air setelah proses ekstraksi dignakan untuk menghitung harga koefisien distribusi lod dalam sistem organik/air. Perhitungan konsentrasi I_2 dilakukan dengan metode titrasi redoks yaitu mereaksikannya dengan larutan natrium tiosulfat yang sudah diketahui konsentrasinya. Reaksi yang terjadi adalah

$$2 \text{ Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3 + \text{I}_2 \quad \leftrightarrow \quad 2 \text{ NaI} + \text{Na}_2 \text{S}_4 \text{O}_6$$

Bahan dan Alat

Alat:

1.	Corong pisah 250 ml	(1 buah)
	Buret 50 ml	(1 buah)
3.	Erlenmeyer 250 ml	(2 buah)
4.	Beaker glass 250 ml	(2 buah)
5.	Pipet volume 10 ml	(1 buah)
6.	Pipet volume 25 ml	(1 buah)
7.	Gelas ukur 10 ml	(1 buah)
8.	Pipet tetes	(3 buah)
9.	Labu takar 100 ml	(1 buah)
40	Dala bisas	

10. Bola hisap

Bahan:

- 1. Larutan iodine 0,01 M 50 ml
- 2. Larutan Na₂S₂O₃ 0,01M 100 ml
- 3. Larutan H₂SO₄ 2M
- 4. Larutan indikator amilum 0,2 % 10 ml
- Kloroform

Prosedur Percobaan

Penentuan Konsentrasi lod awal

Pipet 10 mL larutan iodin (yang sudah tersedia) ke dalam erlenmeyer, diasamkan dengan 4 mL larutan H_2SO_4 2M, tambahkan akuades 100 ml dan ditutup aluminium foil. Titrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,01M sampai warna coklat memudar (warna kekuningan) dan tambahkan 1 mL larutan 0,2% indikator amilum dan lanjutkan titrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,01M. Catat volume titran. Lakukan titrasi ini dua atau tiga kali. Hitung jumlah mol iodin yang berada dalam air mula-mula.

Ekstraksi lod ke dalam pelarut organik

Pipet 10 mL larutan yang sama ke dalam corong pisah yang kering dan bersih, tambahkan 10 mL (dengan pipet volume) kloroform. Kocok 5 menit, diamkan hingga lapisan organik dan air terpisah dengan baik. Lapisan air dipindahkan ke dalam labu titrasi. Lakukan titrasi seperti di atas. Pengerjaan ini dilakukan 2 kali. Hitung jumlah mol lodin sisa dalam air. Dengan mengetahui jumlah mol awal dapat dihitung jumlah mol yang terdistribusi dalam fasa organik sehingga dapat ditentukan harga KD.

No.	Jenis Limbah	Kategori	Wadah
1.	Campuran iodin, H ₂ SO ₄ , kanji, Na ₂ SO ₄	Organik halogen	Kuning
2.	Campuran iodin, Na ₂ SO ₄	Organik halogen	Kuning
3.	Campuran iodin, kloroform	Organik halogen	Kuning

PERCOBAAN II PENENTUAN SURFAKTAN ANIONIK SECARA EKSTRAKSI-SPEKTROFOTOMETRI

Tujuan: Menentukan konsentrasi detergen golongan surfaktan anionik sebagai kompleks ion assosiasi dengan malasit hijau/metilen biru

Dasar Teori

Deterjen umumnya terdiri dari bahan baku (surfaktan), bahan penunjang dan aditif. Bahan baku surfaktan menempati porsi 20-30% dan bahan penunjang sekitar 70-80%. Kandungan surfaktan yang terdapat dalam deterjen yang paling banyak adalah jenis surfaktan anionik. Surfaktan dapat ditemukan dalam air sungai, air minum, sedimen, dan tanah. Surfaktan dapat membahayakan vegetasi air, lingkungan serta tubuh manusia. Keberadaan surfaktan dalam air dapat menyebabkan peningkatan tegangan permukaan, mengurangi jumlah okisigen terlarut serta pada tubuh manusia dapat menyebabkan iritasi dan jika terakumulasi dalam tubuh dapat mengganggu kinerja enzim. Sisa bahan surfaktan yang terdapat dalam deterjen dapat membentuk klorobenzena pada proses klorinisasi pengolahan air minum oleh PDAM. Klorobenzena merupakan senyawa kimia yang bersifat racun dan berbahaya bagi kesehatan.

Ekstraksi suatu senyawa ionik kedalam pelarut organik dapat dilakukan dengan cara mereaksikan suatu ion dengan ion yang mempunyai muatan berlawanan sehingga membentuk spesies netral. Terbentuknya spesies netral ini akan menurunkan kepolaran sehingga memungkinkan berpindahnya senyawa tersebut ke dalam pelarut organik (terekstrak dalam fase organik). Reaksi assosiasi ion dalam proses ekstraksi pelarut berdasarkan pada interaksi elektrostatik antara komponen penyusun dan sifat hidrofobik kompleks assosiasi ion. Semakin besar gaya elektrostatik antara komponen-komponen penyusun kompleks assosiasi ion serta semakin dekat jaraknya maka komplek assosiasi ion yang terbentuk akan semakin kuat. Kompleks assosiasi ion cukup stabil dalam pelarut kurang polar. Jika berada dalam pelarut polar seperti air, komponen penyusun dari kompleks pasangan ion berada dalam bentuk ionik dan terpisah dari ion lawan dan tidak dapat terdeteksi sebagai satu kesatuan.

Penentuan kadar surfaktan anionik dapat dilakukan dengan metode ekstraksi-spektrofotometri menggunakan metilen biru atau malasit hijau. Reaksi yang terjadi antara surfaktan anionik dan kation metilen biru atau malasit hijau merupakan reaksi assosiasi ion yang terjadi akibat gaya elektrostatik antara ion logam dengan *counter ion* (ion lawan). Mekanisme ekstraksi sinergis antara surfaktan anionik (A) dengan kation malasit hijau/metilen biru (B⁺) adalah sebagai berikut:

 $A^{-}_{(aq)} + B^{+}_{(aq)} \leftrightarrow [A^{-}.B^{+}]_{(aq)} \leftrightarrow [A^{-}.B^{+}]_{(org)}$ Semakin banyak jumlah kompleks ion assosiasi $[A^{-}.B^{+}]_{(org)}$ maka kepekatan (intensitas) warna yang terbentuk pada fasa organik semakin tinggi.

Analisis senyawa secara Spektrofotometri

Analisis kuantitatif suatu senyawa dapat dilakukan menggunakan spektrofotometer. Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung senyawa berwarna maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada dalam sel. Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari (Day & Underwood, 2002):

Hukum Lambert Beer $A = \varepsilon bc$

Dimana:

 ε = Absortivitas molar

b = Panjang medium/sel

c = Konsentrasi senyawa yang menyerap sinar

A = Absorbans.

Jika b dan ε konstan maka absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi

Sederet larutan senyawa dengan konsentrasi berseri dapat dibuat persamaan garis lurus dengan absorbansi. Contoh

No	Konsentrasi senyawa (X)	Absorbansi (Y)
1	X1	Y1
2	X2	Y2
3	X3	Y3
4	X4	Y4
5	X5	Y5

Data diatas dapat dibuat persamaan garis lurus Y = aX + b Jika terdapat sampel yang belum diketahui konsentrasinya kemudian diuji absorbansi, maka data absorbansi dapat diinterpolasi pada persamaan diatas

Bahan dan Alat

Alat:

1. Corong pisah 250 ml (1 buah)

2. Spektrofotometer visible

3. Kuvet gelas (2 buah)

4.	Tabung reaksi besar	(5 buah)
5.	Beaker glass 250 ml	(2 buah)
6.	Pipet volume 10 ml	(1 buah)
7.	Pipet ukur 10 ml	(1 buah)
8.	Gelas ukur 10 ml	(1 buah)
9.	Pipet tetes	(3 buah)
10.	. Labu takar 100 ml	(1 buah)
11.	. Aluminium foil	

Bahan:

- 1. Larutan Metilen blue/Malachite green 100 ppm
- 2. Larutan Natrium dedosil sulfat (surfaktan)
- 3. Kloroform
- 4. Sampel air limbah rumah tangga (air selokan/air sungai)
- 5. Buffer phospat pH 7 0,1 M

Prosedur Kerja Penentuan Panjang Gelombang Optimum

Diambil surfaktan 3 ppm 5 ml, dimasukkan ke dalam labu takar 50 ml, kemudian ditambahkan larutan malasit hijau 100 ppm sebanyak 5 ml, ditambahkan larutan buffer pH 7 sebanyak 3 ml. Selanjutnya ditambahkan aquades sampai tanda batas. Setelah itu, larutan dimasukkan dalam corong pisah dan ditambahkan kloroform sebanyak 10 ml dan dilakukan pengocokan kemudian didiamkan. Setelah terbentuk 2 lapisan yaitu lapisan organik dan air, lapisan airnya dibuang sedangkan lapisan organiknya dianalisis absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis mulai dari panjang gelombang 500-700 nm untuk mendapatkan panjang gelombang maksimumnya.

Pembuatan Kurva Baku Surfaktan

Diambil larutan malasit hijau 100 ppm sebanyak 5 ml dimasukkan ke dalam labu takar 50 ml, ditambahkan larutan buffer pH 7 sebanyak 3 ml. Selanjutnya, ditambahkan aquades sampai tanda batas. Setelah itu larutan dimasukkan dalam corong pisah dan ditambahkan kloroform sebanyak 10 ml dan dilakukan pengocokan kemudian didiamkan. Setelah terbentuk 2 lapisan yaitu lapisan organik dan air, lapisan airnya dibuang sedangkan lapisan organiknya dianalisis sebagai blanko yaitu absorbansi diatur pada posisi nol.

Diambil surfaktan 1 ppm 5 ml, dimasukkan ke dalam labu takar 50 ml, kemudian ditambahkan larutan malasit hijau 100 ppm sebanyak 5 ml, ditambahkan larutan buffer pH 7 sebanyak 3 ml. Selanjutnya, ditambahkan aquades sampai tanda batas. Setelah itu larutan dimasukkan dalam corong pisah dan ditambahkan

kloroform sebanyak 10 ml dan dilakukan pengocokan kemudian didiamkan. Setelah terbentuk 2 lapisan yaitu lapisan organik dan air, lapisan airnya dibuang sedangkan lapisan organiknya dianalisis absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum. Selanjutnya, tahapan tersebut diulang untuk surfaktan dengan konsentrasi 3, 5, 7, dan 10 ppm.

Data hubungan konsentrasi dan absorbansi dibuat sebagai kurva baku

Analisis Surfaktan Anionik Pada Sampel Air Sungai/Selokan

Diambil 50 ml air sungai ke dalam beaker glass, kemudian ditambahkan larutan malasit hijau 100 ppm sebanyak 5 ml. Ditambahkan larutan buffer pH 7 sebanyak 3 ml. Setelah itu larutan dimasukkan dalam corong pisah dan ditambahkan kloroform sebanyak 10 ml dan dilakukan pengocokan kemudian didiamkan. Setelah terbentuk 2 lapisan yaitu lapisan organik dan air, lapisan airnya dibuang sedangkan lapisan organiknya dianalisis absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum.

No.	Jenis Limbah	Kategori	Wadah
1.	Campuran surfaktan, malasit hijau, buffer, kloroform	Organik halogen	Kuning
2.	Campuran sampel, malasit hijau, pH, kloroform	Organik halogen	Kuning

PERCOBAAN III RESIN PENUKAR KATION

Tujuan : Menentukan kapasitas kolom resin penukar kation Menentukan total kation terlarut dengan resin penukar kation

Dasar Teori

Kromatografi Pertukaran lon merupakan jenis kromatografi cair yang digunakan untuk pemisahan sampel-sampel bermuatan baik kation maupun anion. Fasa diam merupakan Resin yang dibuat dengan mengikatkan gugus yang dapat terionisasi pada matriks polimer organik. Polimer yang paling umum adalah polistirena yang terikatsilang. Resin diproduksi dalam bentuk manikmanik bulat, pada umumnya berdiameter 0,1-0,5 mm, meskipun tersedia jua ukuran lainnya.

Fasa gerak berupa larutan yang bersifat polar dan merupakan pelarut universal untuk kation dan anion. Memisahkan campuran beberapa kation/anion terlarut dalam air dapat menggunakan kromatografi penukar ion dengan memperhatikan beberapa faktor misalnya muatan, afinitas, jari-jari ion dan sebagainya. Kromatografi penukar ion dibedakan menjadi dua golongan utama berdasarkan pada spesi yang dipertukarkan yaitu Kromatografi penukar kation dan Kromatografi penukar anion.

Campuran ion-ion atau molekul-molekul yang dapat diionkan bersaing untuk merebut tempat berikatan pada fasa diam. Sehingga muatan ion sangat berpengaruh serta pH fasa gerak dapat divariasikan. Suatu anion akan tertahan pada kolom penukar anion tetapi sama sekali tidak tertahan kolom penukar kation begitu pula sebaliknya. Berikut contoh reaksi pertukaran kation:

$$R - - - - X^{+} + A^{-} + B^{+} \longrightarrow R - - - - B^{+} + X^{+} + A^{-}$$

Suatu resin penukar kation hanya mampu bertukar oleh kation dari sampel (melepas X dan mengikat B) sedangkan anion sama sekali tidak berinteraksi dengan resin (A⁻).

Resin Pertukaran Kation

Resin Pertukaran Kation (dikenal pula dengan resin asam baik asam kuat atau asam lemah) merupakan resin yang mempunyai gugus kation yang dapat dipertukarkan, biasanya H⁺. Misalnya asam arisulfonat merupakan asam kuat, sehingga gugus-gugus ini terionisasi pada saat air menembus manikmanik resin:

$$R-SO_3H \longrightarrow R-SO_3^- + H^+$$

Sulfonat terikat secara permanen pada matriks polimer secara kovalen sehingga tidak bisa melakukan pertukaran ion dan melepas ikatan serta bergerak menuju larutan terluar. Namun, kation H⁺ dapat melepaskan ikatan (ikatan ionik) dari resin jika tergantikan dengan kation yang lain sehingga

netralitas kelistrikan di dalam resin tetap terjaga. Proses penggantian tersebut merupakan proses pertukaran ion. Pertukaran ini bersifat stoikiometri sebagai contoh satu H⁺ digantikan oleh satu Na⁺, dua H⁺ digantikan oleh satu Ca²⁺, dan seterusnya.

Resin lebih menyukai ion dengan muatan yang besar. Jadi, urutan kemampuan pertukaran ion, semisal dengan ion H⁺:

$$Th^{4+} > AI^{3+} > Ca^{2+} > Na^{+}$$

Dengan sederetan ion dengan muatan yang sama, resin ini masih memperlihatkan selektivitas. Selektivitas kemungkinan disebabkan oleh jari-jari ion; semakin kecil jari-jari ion dengan muatan tertentu, semakin kuat ion tersebut akan diikat oleh resin.

Selain bergugus fungsional asam kuat seperti sulfonat, resin dapat memiliki gugus fungsional asam lemah, contohnya, asetat COOH. Resin ini tidak memperagakan sifat-sifat pertukaran ion kecuali jika pH-nya cukup tinggi untuk mengubah asam bebas netral menjadi anion karboksilat, COO⁻. Sesuai dengan reaksi:

Preparasi Resin

Resin harus direndam pada pelarut polar misalnya air untuk mengaktifkan gugus aktif ioniknya. Suatu resin setidaknya ditambahkan pelarut air sebanyak 10 kali volumenya. Setelah berinteraksi dengan air resin menyerap molekul air menjadi gembung sekaligus gugus ioniknya menjadi aktif. Dalam penyimpanannya, resin harus selalu terendam air

Regenerasi Resin

Proses regenerasi resin adalah proses pengembalian gugus resin pada kondisi semula, sehingga resin pertukaran ion merupakan jenis kromatografi yang dapat digunakan berulang-ulang. Resin yang masih baru dipreparasi mempunyai gugus aktif asli, misalnya pada resin kation gugus aktif yang mampu ditukar adalah H⁺ sehingga apabila larutan yang mengandung kation dilewatkan ke dalam resin akan terjadi proses pertukaran seperti reaksi berikut:

Proses regenerasi resin kation dilakukan dengan cara mengganti kembali kation yang telah terikat dalam resin menjadi gugus H⁺ kembali. Regenerasi resin kation dapat dilakukan dengan mengalirkan larutan HCl konsentrasi tinggi ke dalam resin seperti reaksi berikut:

Seperti pada resin kation, regenerasi resin anion yang mempunyai gugus asli klorida juga dapat dilakukan dengan mengalirkan larutan HCl atau NaCl. Proses regenerasi dilakukan setelah resin baik kation atau anion digunakan dalam proses pemisahan. Regenerasi resin perlu dilakukan untuk

mengetahui kinerja/efektifitas dari resin itu sendiri. Efektifitas resin ditentukan oleh kapasitas pertukaran resin.

Kapasitas Pertukaran Resin

Kapasitas pertukaran resin merupakan indikator efektivitas dari resin. Penggunaan resin dalam jangka waktu lama, walaupun telah diregenerasi biasanya tidak dapat kembali seperti kondisi semula secara sempurna. Untuk mengetahui kondisi ini maka dalam jangka waktu tertentu dilakukan penentuan kapasitas pertukaran sebagai salah satu kontrol indikator keefektivitasan kinerja resin setelah digunakan beberapa kali.

Kapasitas pertukaran resin ditentukan dengan cara menghitung jumlah gugus yang dapat dipertukarkan (mmol) setiap gram resin kering atau setiap milliliter resin basah. Besar nilai kapasitas pertukaran resin tergantung dari jumlah gugus aktif yang mampu dipertukarkan. Semakin banyak jumlah gugus aktif resin semakin besar pula nilai kapasitas pertukaran. Resin yang masih baru dipreparasi mempunyai nilai kapasitas pertukaran maksimal. Semakin sering resin digunakan dan diregenerasi, maka nilai kapasitas pertukaran semakin turun. Hal ini dikarenakan jumlah gugus aktif semakin berkurang.

Bahan dan Alat

Alat:

- 1. Kolom resin
- 2. Buret 50 ml
- 3. Labu takar 100 ml (1 buah)
- 4. Labu takar 250 ml (1 buah)
- 5. Pipet volume 10 ml (1 buah)
- 6. Gelas ukur 50/100 ml (1 buah)
- 7. Erlenmeyer 250 ml (2 buah)
- 8. Pipet tetes

Bahan:

- 1. Resin penukar kation
- 2. Larutan NaCl jenuh
- 3. Larutan NaOH 1 M
- 4. Larutan HCl pekat (6 M)
- 5. Lakmus biru
- 6. Indikator pp
- 7. Indikator metil oranye/metil merah
- 8. Sampel: air limbah/sungai/...

Prosedur Percobaan

Menentukan Kapasitas Kolom

Larutan NaCl jenuh sebanyak 10 ml dimasukkan ke dalam kolom resin perlahan-perlahan (dengan pipet tetes). Kemudian, kran bawah dibuka dan dialirkan dengan kecepatan 1 tetes/detik. Tampung efluen ke dalam beaker glass sampai efluen yang keluar bersifat netral (cek dengan lakmus biru). Efluen dipindahkan ke dalam labu takar 100 ml dan diencerkan sampai tanda batas. Pipet 10 mL larutan efluen. Kemudian, titrasi dengan larutan NaOH 0,1 M dengan indikator pp. Titrasi diulangi dua atau tiga kali.

Regenerasi Resin

Larutan HCI 6 M 10 ml dimasukkan ke dalam kolom resin dan dialirkan 1 tetes/detik. Kolom resin dicuci dengan akudes 50 ml (cek efluen). Jika efluen masih bersifat asam maka pencucian akuades dilanjutkan dengan kecepatan 3 tetes/detik sampai efluen yang keluar netral.

Penentuan Total Kation Dalam Sampel Air

Sampel air (air sungai atau air sumur) disaring dengan kertas saring. 100 ml sampel air dimasukkan ke dalam kolom resin penukar kation dengan kecepatan 1 tetes/detik. Tampung efluen ke dalam labu takar 100 ml. Hentikan proses elusi jika efluen telah mencapai tepat 100 ml. Pindah efluen ke dalam erlenmeyer, tambahkan indikator metil oranye dan titrasi dengan NaOH 0,01 M. **Tentukan total kation sebagai logam bivalen**.

No.	Jenis Limbah	Kategori	Wadah
1.	NaCl	Asam-basa	Putih
2.	Campuran efluen, NaOH, indikator pp	Asam-basa	Putih
3.	Sampel, indikator metil oranye, NaOH	Asam-basa	Putih

PERCOBAAN IV PEMISAHAN Zn (II) dan Mg (II) DENGAN RESIN PENUKAR ANION

Tujuan: Memisahkan ion Zn (II) dan Mg(II) sebagai kompleks kloro anion dengan resin penukar anion

Dasar Teori

Resin Pertukaran anion adalah resin yang mempunyai gugus anion yang dapat dipertukarkan (dapat berupa gugus hidroksil, klorida atau anion lain) sehingga mampu menukar anion terlarut. Secara umum resin pertukaran anion dibedakan menjadi basa kuat dan basa lemah. Resin pertukaran anion basa kuat mempunyai gugus ammonium kuartener bermuatan positif dan gugus hidroksil bermuatan negatif yang dapat dipertukarkan, sedangkan Resin pertukaran anion basa lemah mempunyai gugus ammonium tersier atau sekunder. Sehingga resin penukar anion hanya mampu melakukan reaksi pertukaran/berinterkasi hanya dengan anion sedangkan dengan kation tidak berinteraksi.

Aplikasi Pertukaran lon

Selain untuk memisahkan anion, suatu campuran logam kationik juga mungkin untuk dipisahkan dengan resin anion. Namun, melewati tahapan pereaksian terlebih dahulu dengan HCI melalui pembentukan senyawa kompleks kloro anionik. Jika suatu larutan kationik berisi campuran Mg(II) dan Zn(II) dipreparasi dengan HCI maka hanya Zn(II) yang akan membentuk kompleks anion kloro sedangkan Mg(II) tidak. Jika sampel tersebut dilewatkan dalam resin anion maka hanya komplek ZnCl₄-² yang mampu diikat oleh resin anion sedangkan Mg(II) tetap sebagai kation sehingga akan keluar bersama eluen. Dengan demikian Zn dan Mg dapat dipisahkan.

Reaksi yang terjadi saat larutan logam ditambahkan HCl adalah Zn(II) + Mg(II) + HCl

ZnCl₄-2 + Mg(II)

Ketika sampel tersebut dilewatkan dalam resin anion maka:

R-----Y + ZnCl₄-2 + Mg(II) → R-----ZnCl₄-2 + Y + Mg(II)

Jelas bahwa Y hanya mampu ditukan oleh ZnCl₄-2 melalui mekanisme pertukana anion. Pelepasan kembali ZnCl₄-2 dapat dilakukan dengan menambahkan fasa gerak berupa asam nitrat. Penentuan kadar Zn dan Mg dilakukan dengan titrasi kompleksometri dengan titran EDTA

Alat dan Bahan

Alat:

- 1. Kolom resin
- 2. Buret 50 ml

- 3. Labu takar 100 ml
 4. Labu takar 250 ml
 5. Pipet volume 10 ml
 6. Beaker glass ukur 250 ml
 7. Erlenmeyer 250 ml
 (1 buah)
 (1 buah)
 (2 buah)
- 8. Pipet tetes
- 9. Gelas arloji
- 10. Pengaduk

Bahan:

- 1. Resin penukar anion
- 2. Larutan EDTA 0,01 M
- 3. Larutan HCl 2 M
- 4. Larutan NaOH 1 M
- 5. Buffer ammoniak pH 10
- 6. Asam nitrat 0,25 M
- 7. Lakmus biru
- 8. Indikator EBT
- 9. Sampel: larutan mengandung Zn dan Mg

Prosedur Percobaan

Pemisahan Mg (II) an Zn(II)

Dipipet 5 mL larutan sampel yang mengandung ion Zn dan Mg dalam beaker glass, ditambah 5 mL larutan HCl 2 M, dialirkan ke dalam kolom resin anion, kemudian diikuti dengan 50 mL larutan HCl 2 M. Laju alir diatur 5 ml/menit. Tampung efluen dalam labu takar 250 mL, dan tanda bataskan. Dipipet 10 mL larutan tersebut, ditambahkan larutan NaOH 1 M sebanyak 5 ml (cek dengan lakmus merah) sampai larutan basa. Tambahkan buffer ammoniak 3 ml beri sedikit indikator EBT dan tambahkan dengan akuades (±100 ml) dan titrasi dengan EDTA yang sudah dibakukan untuk mengetahui kandungan magnesium (II) dalam sampel.

Pelepasan Ion Zn dan penentuan kadar Zn(II)

Untuk melepaskan ion seng, masukkan 30 mL akuades ke dalam kolom resin dan atur laju alir 5 ml/menit. Lanjutkan elusi dengan 40 mL larutan 0,25 M asam nitrat. Tampung efluen dalam labu takar 250 mL dan tanda bataskan. Dipipet 10 mL larutan tersebut, ditambahkan larutan NaOH 1 M sebanyak 5ml sampai larutan basa (cek dengan lakmus merah).

Tambahkan buffer ammoniak 3 ml beri sedikit indikator EBT dan encerkan dengan akuades (±100 ml) dan titrasi dengan EDTA **yang sudah dibakukan** untuk mengetahui kandungan mengandung seng (II) dalam sampel.

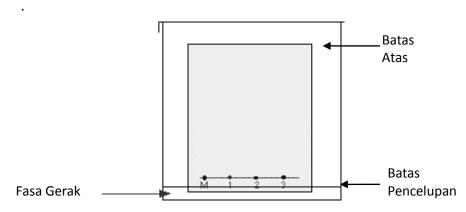
No.	Jenis Limbah	Kategori	Wadah
1.	Campuran sampel, HCl, NaOH, buffer amoniak, EBT, EDTA	Asam-basa	Putih
2.	Campuran asam nitrat, NaOH, buffer amoniak, EBT, EDTA	Asam-basa	Putih

PERCOBAAN V KROMATOGRAFI KERTAS

Tujuan: Pengaruh jumlah senyawa dan komposisi larutan pengembang terhadap pemisahan senyawa berwarna / pigmen dari tanaman

Dasar Teori:

Kertas dianggap analog dengan sualu kolom yang mengandung fasa diam yang berair. Fasa diam dalam kromatografi kertas adalah zat cair yaitu air yang teradsorbsi dalam serat selulosa kertas. Fasa geraknya juga cair yang sering disebut sebagai larutan pengembang. Selembar kertas Whatman atau kertas saring biasa bertindak sebagai kolom. Kertas saring pada beberapa kasus dijenuhkan dengan air sehingga air akan teradsorbsi pada selulosa kertas akan menjadi fasa diam cair. Bejana pengembang merupakan wadah tertutup yang berisi larutan fasa gerak. Proses pemisahan dilakukan dalam keadaan tertutup agar ruang dalam bejana jenuh oleh uap fasa gerak. Wadah harus dalam kondisi tertutup dengan alasan agar atmosfer dalam wadah terjenuhkan dengan uap pelarut yang berperan sebagai fasa gerak.



Gambar Kromatografi Kertas

Cara kerja dalam kromatografi kertas

- Larutan cuplikan yang mengandung campuran yang akan dipisahkan diteteskan pada bagian bawah pada selembar kertas saring (telah ditandai sebelumnya) dimana ia akan meluas membentuk noda yang bulat.
- Bila noda telah kering, kertas dimasukkan dalam bejana tertutup dengan ujung bagian bawah kertas saring dimana tetesan cuplikan ditempatkan, tercelup dalam pelarut fasa gerak tetapi jangan sampai noda tercelup karena berarti senyawa akan terlarut dalam fasa gerak.

- Pelarut bergerak melalui serat-serat kertas dikarenakan gaya kapiler dan menggerakan komponen-komponen dari campuran cuplikan. Perlu diperhatikan bahwa permukaaan dari kertas jangan sampai terlalu basah dengan pelarut, karena hal ini menyebabkan tidak terpisahnya komponen-komponen cuplikan sama sekali atau daerah-daerah noda akan menjadi kabur.
- Bila permukaan pelarut telah bergerak sampai jarak yang cukup (batas atas) atau setelah waktu yang telah ditentukan, maka kertas diambil dari bejana dan kedudukan dari permukaan pelarut/fasa gerak diberi tanda dan selanjutnya dikeringkan. Jika senyawa-senyawa berwarna maka mereka akan terlihat sebagai pita-pita atau noda-noda yang terpisah, jika senyawa-senyawa tak berwarna maka mereka harus dideteksi dengan cara fisika dan kimia.

Nilai Faktor retensi (R_f)

Beberapa senyawa dalam campuran bergerak sejauh dengan jarak yang ditempuh pelarut, beberapa lainnya tetap lebih dekat pada garis dasar. Jarak tempuh relatif pada pelarut adalah konstan untuk senyawa tertentu sepanjang kita menjaga segala sesuatunya tetap sama, misalnya jenis kertas dan komposisi pelarut yang tepat. Jarak relatif pada pelarut disebut sebagai nilai $R_{\rm f}$. Untuk setiap senyawa berlaku rumus sebagai berikut :

$$R_f = \frac{\textit{jarak yang ditempuh oleh senyawa}}{\textit{jarak yang ditempuh oleh pelarut/fasa gerak}}$$

Misalnya, jika salah satu komponen dar campuran bergerak 9,6~cm dari garis dasar, sedangkan pelarut bergerak sejauh 12,0~cm, maka R_f untuk komponen itu:

$$R_f = \frac{12.0}{9.6} = 1.25$$

Jika substansi yang diinginkan tidak berwarna

Dalam beberapa kasus, untuk senyawa-senyawa tidak berwarna membutuhkan pereaksi/reagen sehingga menghasilkan produk/bercak/noda yang berwarna. Salah satu contohnya adalah kromatogram yang dihasilkan dari campuran dari beberapa logam. Untuk memunculkan warna diperlukan reagen identifikasi kualitatif senyawa anorganik, misalnya larutan dikromat untuk mengenali perak dan larutan iodide untuk mengenali timbal.

Faktor yang mempengaruhi laju perpindahan senyawa

Secara umum laju perpindahan senyawa akan dipengaruhi oleh distribusi senyawa tersebut pada fasa gerak atau fasa diam. Sifat dari fasa gerak dan fasa diam akan bertolak belakang, semisal jika fasa diam bersifat polar maka fasa gerak yang digunakan harus bersifat non polar begitu juga sebaliknya. Sehingga senyawa akan berinteraksi dengan fasa diam dan fasa gerak. Jika senyawa berinteraksi lebih banyak dengan fasa diam maka laju perpindahan akan semakin lambat sedangkan jika banyak berinteraksi dengan fasa gerak maka laju perpindahan akan semakin cepat.

Alat dan Bahan

Alat:

Bejana pengembang besar (2 buah)
 Kertas saring (1 lembar)

3. Pipa kapiler

4. Beaker glass 250 ml (1 buah)5. Beaker glass 10 ml (1 buah)

6. Gelas ukur 10 ml

Bahan:

- 1. Pigmen / zat warna (printer atau makanan, 3 warna)
- 2. Etanol 70 %
- 3. Asam asetat glasial 100 ml
- 4. Akuades

Prosedur Percobaan

Identifikasi kandungan pigmen dengan kromatografi kertas

Siapkan 2 kertas saring dengan ukuran 12x25 cm dan beri tanda batas bawah dan atas (± 2cm dari pinggir kertas) serta tempat noda sampel (± 1cm dari batas bawah) menggunakan dengan pensil. Bagi kertas ini menjadi 4 kolom, beri nomor (1-4). Untuk kolom 1-3 diberi totolan untuk masing-masing pewarna, selanjutnya untuk kolom ke 4 merupakan letak sampel campuran.

Selain menyiapkan kertas, disiapkan juga media pemisahan yaitu ruang pengembang yang diisi pertama dengan 25 mL larutan asam asetat:air (1:1) dan yang kedua diisi dengan etanol, didiamkan sekitar 30-60 menit. Setelah semua sampel mengering, kertas dimasukkan ke dalam ruang pengembang dan dijaga agar larutan pengembang tidak menyentuh cuplikan (totolan pigmen/sampel). Ruang pengembang ditutup selama proses pemisahan. Bila larutan pengembang sudah mencapai 3/4 bagian kertas maka kertas diambil dari larutan dan beri tanda batas larutan

pengembang tersebut, kemudian dikeringkan. Hitung jarak tempuh masing masing pigmen dan hitung Rf-nya.

No.	Jenis Limbah	Kategori	Wadah
1.	Etanol, zat warna	Organik	Hijau
2.	Eluen asam asetat, air	asam-basa	Putih

PERCOBAAN VI KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS

Tujuan : Menentukan kadar aspirin dalam obat analgesik dengan KLT Menentukan kadar fenilalanin pada urine

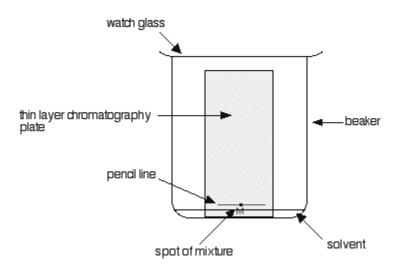
Dasar Teori

Kromatografi lapisan tipis (KLT) atau *thin-layer chromatography* (TLC), seperti halnya kromatografi kertas, murah dan mudah dilakukan. Kromatografi ini mempunyai satu keunggulan dari segi kecepatan dari kromatografi kertas. Proses kromatografi lapisan tipis membutuhkan hanya setengah jam saja, sedangkan kromatografi cair (merupakan pemisahan yang umum) pada kertas membutuhkan waktu beberapa jam. KLT sangat terkenal dan rutin digunakan di berbagai laboratorium. Selain itu, dengan KLT akan sangat dimungkinkan kembali analisa lebih lanjut dari senyawa yang telah dipisahkan.

Media pemisahannya adalah lapisan dengan ketebalan sekitar 0,1 sampai 0,3 mm zat padat adsorben yang terembankan pada lempeng kaca, plastik, atau aluminium. Dan zat padat yang umum digunakan adalah alumina, gel silika, dan selulosa. Gel silika (atau alumina) merupakan fase diam. Fase diam untuk kromatografi lapis tipis seringkali juga mengandung substansi yang mana dapat berpendar/flouresensi dalam sinar ultra violet. Fasa gerak atau larutan pengembang biasanya digunakan pelarut campuran organik atau bisa juga campuran pelarut organik - anorganik.

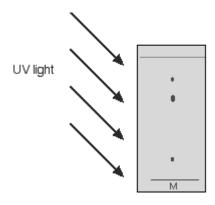
Sampel berupa larutan campuran senyawa organik ditotolkan di dekat salah satu sisi lempengan dengan jumlah kecil, biasanya beberapa mikroliter yang berisi sejumlah mikrogram senyawa. Noda sampel dibuat sekecil mungkin, dan kemudian sisi lempengan tersebut dicelupkan ke dalam fasa bergerak yang sesuai. Pelarut bergerak naik di sepanjang lapisan tipis zat padat di atas lempengan, dan bersamaan dengan itu, zat terlarut pada sampel akan terbawa dengan laju yang bergantung pada kelarutan zat terlarut, sifat fasa gerak dan interaksinya dengan zat padat. Setelah garis depan pelarut bergerak sekitar 10 cm, lempengan diambil serta dikeringkan, kemudian noda-noda zat terlarut dapat dianalisa baik secara kualitatif maupun kuantitatif.

Secara teknis, sama seperti kromatografi kertas dimana pada TLC sebelum digunakan untuk pemisahan makan diberikan batas atas dan bawah serta tempat penotolan sampel (seperti pada gambar). Selanjutnya, pastikan totolan sampel tidak tercelup pelarut dan proses pemisahan dilakukan dalam wadah tertutup. Alasan untuk menutup wadah pemisahan adalah untuk meyakinkan bawah kondisi dalam wadah telah terjenuhkan oleh uap dari pelarut. Untuk mendapatkan kondisi ini, dalam gelas kimia biasanya ditempatkan beberapa kertas saring yang terbasahi oleh larutan pengembang seiring dengan berjalannya waktu yang menandakan wadah telah terjenuhkan.



Analisis senyawa tidak berwarna menggunakan pendar flour

Fase diam pada sebuah lempengan lapis tipis mengandung senyawa yang menghasilkan pendaran flour ketika diberikan sinar ultraviolet (UV). Saat, lempengan tersebut disinari oleh sinar UV mana lempengan akan berpendar kemudian jika terdapat noda sampel (bercak) maka akan menutup pendaran tersebut. Hal tersebut akan membantu dalam proses identifikasi lokasi perpindahan sampel sebelum dan sesudah pemisahan yang sebelumnya tidak terlihat oleh mata. Sementara lempengan tetap disinari dengan UV, posisi dari bercak-bercak ditandai (dlingkari) dengan menggunakan pensil. Seketika anda mematikan sinar UV, bercak-bercak tersebut tidak tampak kembali.



Aspirin

Aspirin bersifat antipiretik dan analgesik karena merupakan kelompok senyawa glikosida, aspirin yang merupakan nama lain dari asam asetil salisilat. Dalam tablet aspirin komersil sering kali masih terdapat asam salisilat di dalamnya, juga ada tablet yang kadar aspirinnya tidak memenuhi standar, karena itu perlu diuji dengan uji titrasi asam basa. Pada percobaan ini aspirin komersil masih mengadung asam salisilat sedangkan kandungannya adalah 66,15% yang berarti telah memenuhi kadar kelayakan aspirin dalam sediaan farmasi oral menurut standar FDA. Indikasi aspirin adalah untuk meringankan rasa sakit, terutama sakit kepala dan pusing, sakit gigi, dan nyeri otot serta menurunkan demam. Analisis kualitatif dengan KLT dilakukan dengan membandingkan nilai R_f dari larutan standar aspirin yang dibandingkan dengan obat aspirin yang dijual di pasaran. Kadar aspirin selnjutnya ditentukan dengan metode titrasi asam basa.

Asam amino

Deteksi asam amino misalnya fenilalanin dalam urin dapat dilakukan dengan KLT. Dalam percobaan ini akan dianalisis keberadaan asam amino dalam sampel urine. Fasa diam pada KLT akan menahan senyawa fenilalanin pada satu sisi fasa gerak mendorong fenilalanin ke atas berdasarkan gaya kapilaritas. Perbedaan partisi fenilalanin terhadap fasa diam dan fasa gerak menyebabkan fenilalanin mempunyai jarak tempuh yang berbeda dengan senyawa lain. Untuk mengenali fenilalanin dilakukan analisis dengan larutan ninhidrin. Uji ninhidrin dengan KLT dilakukan untuk mengenali berbagai jenis asam amino termasuk fenilalanin.

Alat dan Bahan

Alat:

- Beaker glass
- Pengaduk
- Oven
- Bejana pengembang kromatografi
- Pipa kapiler (alat penotol)
- Plat KLT F₂₅₄
- Pendeteksi Sinar UV
- Hairdryer
- Buret

Bahan:

- Obat di pasaran dengan Merk "X" yang mengandung aspirin
- N-butanol
- NaOH 0,01 M
- Larutan Standar fenilalanin 1000 ppm
- Larutan ninhidrin 2 % dalam botol semprot
- Eluen campuran (butanol: asam asetat: air, 60: 15: 25)

Prosedur Percobaan Penentuan Kadar Aspirin

- 1. Siapkan Plat KLT F₂₅₄ kemudian tandai dengan pensil 1 cm dari tepi bawah. Bagi menjadi 2 lajur untuk aspirin standar dan sampel obat.
- 2. Larutkan 50 mg aspirin standar dengan 0,5 ml akuades (gunakan pipet volume), kemudian totolkan larutan tersebut dengan pipa kapiler pada plat KLT sampai habis.
- 3. Timbang 1 tablet obat X dan hancurkan dengan mortar. Larutkan obat dalam 5 ml akudes kemudian saring dengan kertas saring. Pipet 0,5 ml larutan tersebut dan totolkan pada plat KLT sampai habis.
- 4. Masukkan plat KLT dalam bejana pengembang sampai hampir mencapai batar akhir.
- 5. Keringkan dengan hair dryer suhu rendah (tanpa pemanas).
- 6. Letakkan di bawah lampu UV dan amati spot.
- 7. Hitung nilai Rf.
- 8. Kerok spot aspirin standar dan sampel.
- 9. Larutkan masing-masing dalam etanol teknis 10 ml. Pisahkan filtrat dan residu.
- 10. Pindahkan filtrat ke dalam erlenmeyer dan tambahkan akuades 10 ml, 2 tetes indikator pp dan titrasi dengan NaOH 0,01 M.
- 11. Tentukan kadar aspirin.

Prosedur Percobaan Penentuan Kadar Fenilalanin Urine

- 1. Siapkan Plat KLT F₂₅₄ kemudian tandai dengan pensil 1 cm dari tepi bawah. Bagi menjadi 2 lajur untuk fenilalanin standard an urine
- 2. Totolkan 0,5 ml larutan standar fenillanin di satu sisi dan 0,5 ml urine pada sisi yang lain, biarkan hingga kering dan ulangi sampai semua larutan habis.
- 3. Setelah kering masukkan plat KLT dan dalam bejana pengembang yang berisi eluen (butanol : asam asetat : air, 60 : 15 : 25). Noda harus berada dalam posisi tepat di atas permukaan pelarut .Tutup tangki dengan aluminium foil, dan biarkan selama 45 menit .
- 4. Tandai posisi pelarut dengan garis pensil dan di keringkan.
- 5. Semprot dengan reagen ninhidrin dan masukan plat KLT dalam oven (105 °C), sampai asam amino tempat berwarna yang berkembang.
- 6. Tandai noda dengan pensil (dan menentukan titik pusat noda) segera setelah warna terbentuk.
- 7. Hitung jarak tempuh pelarut dan sampel dan Hitung Rf
- 8. Kerok spot pada sampel standard dan sampel urine kemudian dilarutkan dengan 5 ml etanol teknis. Pisahkan filtrate dan residu.
- 9. Ukur filtrate dengan spektrofotometer UV-Vis

No.	Jenis Limbah	Kategori	Wadah
1.	Campuran aspirin, silika, etanol teknis	Organik	Hijau
2.	Campuran sampel, silika, etanol teknis	O garmit	
3.	n-butanol	Organik	Hijau
4.	Campuran filtrat aspirin, aquades, indikator pp, NaOH	Asam-basa	Putih
5.	Campuran filtrat sampel, aquades, indikator pp, NaOH	Asam-basa	Putih
6	butanol : asam asetat : air, 60 : 15 : 25	Organik	Hijau
7	Campuran fenilalanin, silika, etanol teknis	Organik	Hijau
8	Campuran sampel urine, silika, etanol teknis	Organik	Hijau

DAFTAR PUSTAKA

- Arsyad, N., M., 2001, **Kamus Kimia Arti dan Penjelasannya**, PT Gramedia Jakarta
- Day and Underwood, **Analisis Kimia Kuantitatif**, Penerbit Erlangga, Jakarta Harris and
- Vogel, A., I., 1999, **Analisis Kuantitatif Anorganik**, EGC, Penerbit Buku Kedokteran
- Vogel A.I., 1999, A **Text Book of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis**, Longman

www.chemistry.org