

LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA

KIMIA ANORGANIK II

PEMBUATAN NIKEL-DMG

KAMIS, 11 April 2014



DISUSUN OLEH:

Fikri Sholiha 1112016200028

KELOMPOK 4

1. Annisa Etika Arum 1112016200009
2. Aini Nadhokhotani Herpi 1112016200016
3. Rhendika Taufik Yudoseno 1112016200036

PROGRAM STUDI PENDIDIKAN KIMIA

JURUSAN PENDIDIKAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

FAKULTAS ILMU TARBIYAH DAN KEGURUAN

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SYARIF HIDAYATULLAH JAKARTA

2014

A. ABSTRAK

Analisis gravimetrik adalah proses isolasi dan pengukuran berat suatu unsure atau senyawa tertentu. Percobaan ini bertujuan untuk menentukan kadar nikel dengan metode gravimetrik. Dimetil glioksim merupakan suatu senyawa organik, sehingga ketika senyawa itu direaksikan dengan nikel yang merupakan logam, akan terbentuk suatu senyawa organologam dan senyawa kompleks. Senyawa kompleks yang terbentuk ini member warna merah pada endapan hasil reaksi larutan nikel dengan pereaksi DMG. Selain itu, larutan NH_4OH , ammonia suatu senyawa yang merupakan basa, berperan untuk menyempurnakan endapan yang terbentuk dari reaksi nikel dengan dimetilglioksim.

B. PENDAHULUAN

Analisis gravimetri adalah proses isolasi dan pengukuran berat suatu unsur atau senyawa tertentu. Bagian terbesar dari penentuan secara analisis gravimetri meliputi transformasi unsur atau radikal ke senyawa murni stabil yang dapat segera diubah menjadi bentuk yang dapat ditimbang dan diteliti. Berat unsur dapat dihitung berdasarkan rumus senyawa dan berat atom unsur-unsur yang menyusunnya.

$$P = \frac{W}{S} \times 100\%$$

S = berat sampel (gram); W = berat residu; P = persentase zat yang terbentuk
Pemisahan unsur-unsur atau senyawa yang dikandung dilakukan dengan beberapa cara, seperti; metode pengendapan, metode penguapan, metode elektroanalisis, atau berbagai metode lainnya¹

PROSEDUR GRAVIMETRI

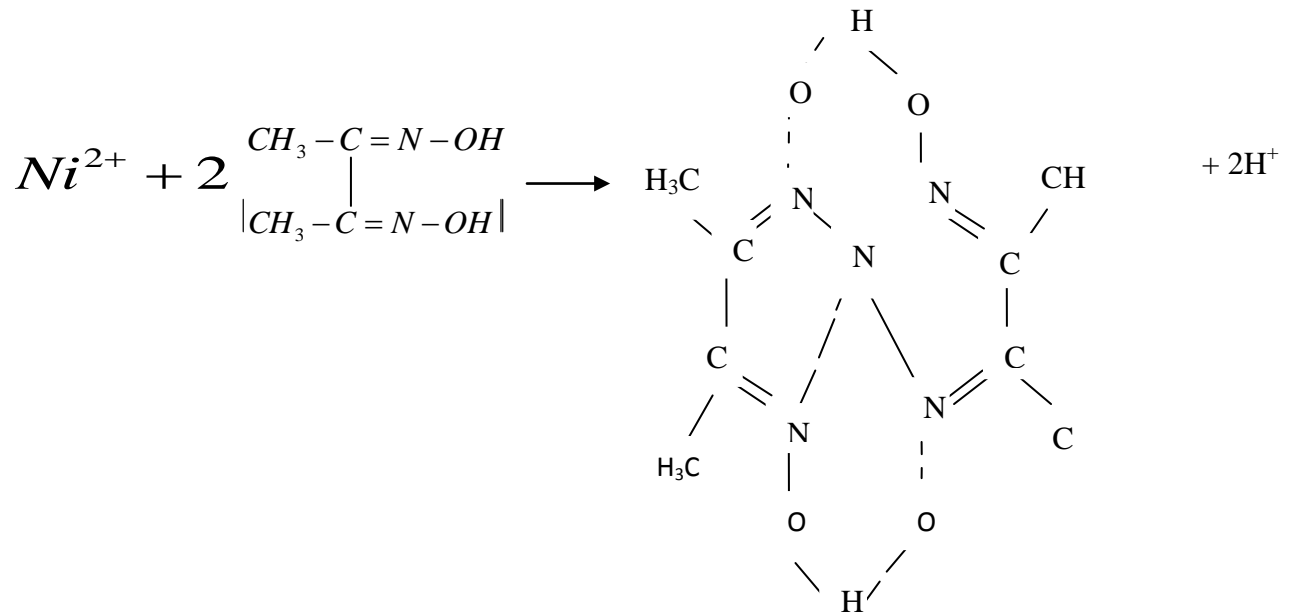
- Penyiapan larutan
- Pengendapan
- Pencernaan
- Penyaringan
- Pencucian
- Pengeringan / pemanggangan

¹ S., M., Khopkar, *Konsep Dasar Kimia Analitik, terj. A. Saptorahardjo*, UI-Press, Jakarta, 2003,

- Penimbangan
- Perhitungan²

Nikel (200-400 μg) membentuk kompleks dimetilglioksim merah dalam suasana yang sedikit basa; ia hanya sedikit dapat-larut dalam kloroform (35-50 $\mu\text{g Ni cm}^{-3}$). Daerah pH optimum untuk ekstraksi kompleks nikel itu adalah 7-12 dengan adanya sitrat. Kompleks nikel ini mengabsorpsi pada 366 nm dan juga pada 465-470 nm.³

Reagensia dimetilglioksim ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2\text{N}_2$) : endapan merah nikel dimetilglioksima dari larutan yang tepat basa dengan ammonia, atau larutan asam yang dibufferkan dengan natrium asetat:



Besi (II) (pewarnaan merah), bismuth (endapan kuning), dan kobalt dalam jumlah-jumlah yang lebih banyak (pewarnaan coklat) mengganggu dalam larutan amoniakal. Pengaruh unsur-unsur yang mengganggu (Fe^{2+} harus dioksidasikan menjadi Fe^{3+} , misalnya dengan hydrogen peroksida) dapat dihindari dengan penambahan suatu tartrat. Jika ada serta garam-garam kobalt dalam

² Sonny Widiarto, *Gravimetri*, <http://staff.unila.ac.id/sonnywidiarto/files/2011/09/GRAVIMETRI.pdf> diakses pada 18 April 2014

³G., Svehla, Buku Ajar Vogel: Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik, terj L., Setiono, dan A., Hadyana, P., Buku Kedokteran EGC, Jakarta, 1994,

jumlah banyak, mereka akan bereaksi dengan dimetilglioksima, maka suatu prosedur khusus harus dipakai. Zat-zat pengoksid tak boleh ada.⁴

Persyaratan berikut harus dipenuhi agar suatu cara gravimetrik dapat berhasil:

1. Proses pemisahan harus cukup sempurna hingga kuantitas analit yang tidak mengendap secara analitik tidak ditemukan (biasanya 0,1 mg atau kurang pada penentuan komponen-komponen utama dari suatu contoh makro).
2. Zat yang ditimbang harus mempunyai susunan tertentu dan harus murni atau hamper demikian. Jika tidak demikian hasil yang salah dapat diperoleh.⁵

C. MATERIAL DAN METODE

Alat dan Bahan

Alat: cawan porselen, tang krus, termometer, stopwatch, penangas air, gelas ukur, gelas beaker, desikator, oven, kertas saring, neraca analitik, batang pengaduk, buret, Erlenmeyer, penangas

Bahan: larutan nikel, DMG, larutan NH_4OH ,

Langkah Kerja

1. Masukkan larutan nikel 3 ml ke dalam gelas beaker
2. Tambahkan 2 ml larutan dimetil glioksim (DMG)
3. Tambahkan larutan NH_4OH 2 tetes
4. Panaskan larutan tersebut pada penangas selama 30 menit
5. Kemudian saring (sebelumnya timbang terlebih dahulu berat kertas saring)
6. Pada cawan porselen, oven cawan porselen selama 30 menit dengan temperature 102°
7. Dinginkan cawan porselen tersebut di dalam desikator selama 15 menit dan timbang berat cawan porselen
8. Oven cawan porselen berisi sampel, dan kertas saring selama 30 menit
9. Dinginkan di dalam desikator selama 15 menit

⁴G., Svehla, *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, terj L., Setiono, dan A., Hadyana, P., PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta, 1990,

⁵A., L., Underwood, dan R., A., Day., Jr., *Analisa Kimia Kuantitatif edisi keenam*, Erlangga, Jakarta, 2002,

10. Timbang beratnya dan catat

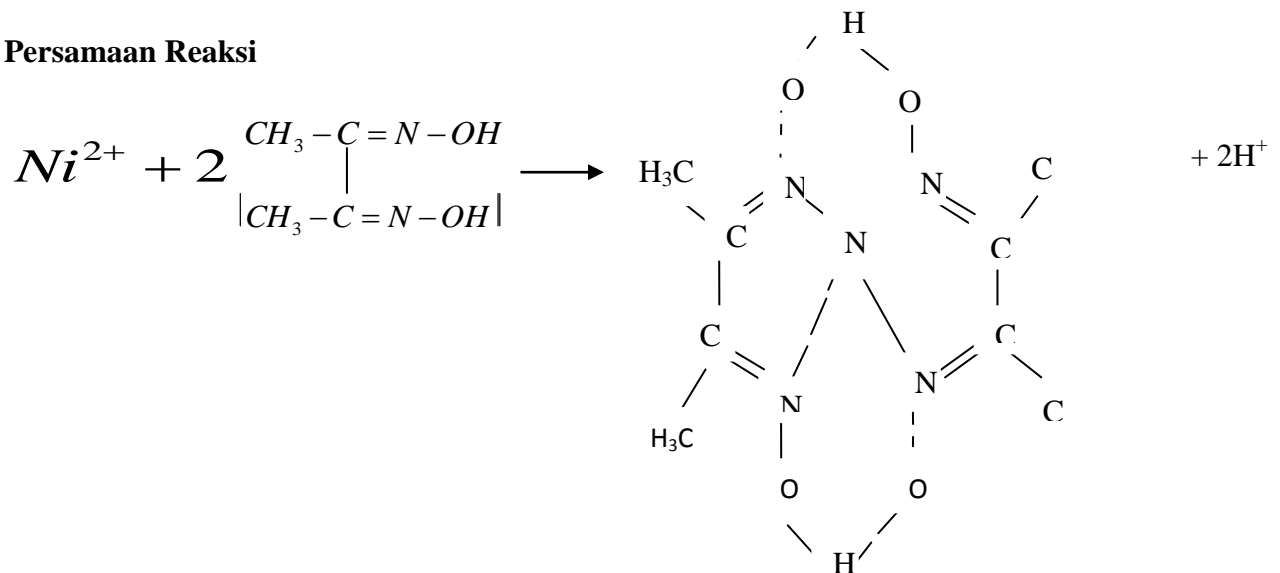
11. Lakukan langkah 8-10 hingga berat konstan (di oven selama 15 menit, dan di dinginkan di desikator selama 10 menit)

D. HASIL DAN DISKUSI

Pembuatan Nikel DMG	
berat porselen kosong	57,0632 gram
Berat kertas saring	0,6545 gram
Berat sampel + kertas saring + cawan porselen (pemanasan 1)	57,7028 gram
Berat pemanasan 2	57,6883 gram
Berat pemanasan 3	57,6845 gram

Reaksi yang terjadi	Hasil pengamatan
$Ni^{2+} + 2DMG^- \rightarrow Ni(DMG)_2$	Larutan menjadi berwarna merah
Dipanaskan 30 menit	Terbentuk endapan merah

Persamaan Reaksi



$$\begin{aligned} \text{Rata-rata berat 2 pemanasan} &= \frac{\text{berat pemanasan 1} + \text{berat pemanasan 2}}{2} \\ &= \frac{57,6883 + 57,6845}{2} = \frac{115,3728}{2} \\ &= 57,6864 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat residu} &= (\text{Berat sampel} + \text{kertas saring} + \text{cawan porselen}) - \text{Rata-rata berat 2 pemanasan} \\ &= 57,7028 - 57,686 \\ &= 0,0164 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Sampel} &= (\text{berat cawan porselen} + \text{sampel} + \text{kertas saring}) - \text{berat cawan porselen kosong} - \text{kertas saring} \\ &= 57,7028 - 57,0632 - 0,6545 \\ &= -0,0149 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$P = \frac{W \times 0,2032}{S} \times 100\%$$

S = berat sampel (gram); W = berat residu; P = persentase zat yang terbentuk (zat nikel DMG)

$$\begin{aligned} &= \frac{0,0164 \times 0,2032}{0,0149} \times 100\% \\ &= 22,3656\% \end{aligned}$$

Pembahasan

Pada percobaan pembuatan nikel dimetilglioksim, kadar nikel dimetilglioksim yang didapat, yakni 1,10067%. Persyaratan berikut harus dipenuhi agar suatu cara gravimetrik dapat berhasil: (1.) Proses pemisahan harus cukup sempurna hingga kuantitas analit yang tidak mengendap secara analitik tidak ditemukan (biasanya 0,1 mg atau kurang pada penentuan komponen-komponen utama dari suatu contoh makro). (2.) Zat yang ditimbang harus mempunyai susunan tertentu dan

harus murni atau hampir demikian. Jika tidak demikian hasil yang salah dapat diperoleh.⁶ Penambahan NH_4OH bertujuan agar larutan bersifat basa, sehingga nikel dimetilglioksim dapat mengendap sempurna dalam suasana ini.

Penimbangan sampel (cuplikan), pelarutan sampel, pengendapan, dan penyaringan, serta pencucian, pemanasan/pemijaran hasil endapan, dan penimbangan endapan murni merupakan tahapan-tahapan yang dilakukan dalam metode gravimetrik. Melalui tahap-tahap tersebut, didapatkan gram cuplikan yang mengandung nikel dimetilglioksim. Reaksi antara dimetilglioksin dengan larutan nikel menghasilkan endapan merah dan membentuk senyawa kompleks. Endapan merah ini pun tak lepas dari kerja NH_4OH yang membuat larutan menjadi basa. Jika ada ion asing yang terdapat dalam larutan nikel dimetilglioksim akan mempengaruhi proses pengendapan nikel dimetilglioksim tersebut. Hal ini karena ion asing tersebut akan ikut bereaksi dengan ion dimetilglioksim.

Berdasarkan rumus senyawa suatu dimetilglioksim, dimetilglioksim ini merupakan pereaksi organik, sehingga apabila direaksikan dengan larutan nikel akan menghasilkan suatu senyawa organologam, senyawa ini pun termasuk pula dalam kategori senyawa kompleks, karena terbentuknya endapan berwarna hasil reaksi, serta terdapatnya suatu atom pusat (logam) dan ligan yang mengandung senyawa organik (atom C).

E. KESIMPULAN

Berdasarkan percobaan Nikel Dimetil Glioksim dapat disimpulkan bahwa:

1. Terbentuk endapan merah ketika larutan nikel ditambahkan dimetil glioksim
2. Endapan merah nikel dimetil glioksim dipengaruhi pada larutan tepat basa seperti larutan NH_4OH
3. Kadar nikel yang didapat dari hasil percobaan, yakni 22,3656%
4. Dimetilglioksim merupakan pereaksi organik karena mengandung suatu atom C
5. Senyawa kompleks dan senyawa organologam terbentuk dari reaksi antara nikel dengan dimetilglioksim

⁶ Underwood, dan Day, ibid

F. REFERENSI

Underwood, A. L. dan Jr, R. A. Day. 2002. *Analisa Kimia Kuantitatif edisi keenam*. Jakarta: Erlangga.

Khopkar, S. M. 2003 *Konsep Dasar Kimia Analitik, terj. A. Saptorahardjo*. Jakarta: UI-Press.

Svehla, G. 1994. *Buku Ajar Vogel: Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik, terj L. Setiono, dan A. Hadyana, P.* Jakarta: Buku Kedokteran EGC.

Svehla, G. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro, terj L., Setiono, dan A., Hadyana, P.* Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.

Sonny, Widiarto, *Gravimetri*,

<http://staff.unila.ac.id/sonnywidiarto/files/2011/09/GRAVIMETRI.pdf> diakses pada 18 April 2014