

Pembelajaran 1.1 : Analisis Kualitatif Kation

1. Capaian pembelajaran :

Setelah menyelesaikan proses pembelajaran 1.1 pada modul ini, mahasiswa diharapkan memiliki kemampuan :

- a. Memahami jenis pereaksi yang digunakan untuk memisahkan kation-kation berdasarkan golongannya
- b. Memahami jenis pereaksi yang digunakan untuk memisahkan kation-kation dalam satu golongan
- c. Memahami cara mengidentifikasi setiap kation yang telah dipisahkan

Untuk membantu Anda dalam mencapai tujuan-tujuan tersebut, dalam modul ini akan disajikan uraian, latihan (pengayaan) dan rambu-rambu jawaban serta soal evaluasi. Agar anda dapat belajar dengan baik dalam mempelajari modul ini, lakukanlah hal-hal berikut :

- a. Pelajarilah dengan cermat semua uraian yang tercantum dalam masing-masing proses pembelajaran.
- b. Kerjakanlah soal-soal latihan (pengayaan) yang terdapat dalam setiap proses pembelajaran dengan berusaha tanpa melihat dahulu rambu-rambu jawabannya. Setelah Anda selesai mengerjakan soal-soal tersebut, cocokkanlah pekerjaan anda dengan rambu-rambu jawaban yang tersedia. Bila pekerjaan Anda masih jauh menyimpang dari rambu-rambu jawaban, hendaknya Anda tidak berputus asa untuk mempelajarinya kembali.
- c. Dalam setiap proses pembelajaran diakhiri dengan intisari (rangkuman) yang merupakan sari pati dari uraian yang telah disajikan. Bacalah dengan seksama isi rangkuman tersebut sehingga pengalaman belajar Anda benar-benar mantap.
- d. Evaluasi (tes formatif) yang disusun setelah rangkuman merupakan tes yang diberikan untuk mengukur penguasaan Anda dalam pokok bahasan yang telah dipaparkan dalam proses pembelajaran. Hasil anda dalam tes formatif tersebut digunakan sebagai dasar penentuan apakah Anda sudah dapat melanjutkan ke proses pembelajaran berikutnya ataukah masih perlu mengulang. Seberapa jauh tingkat penguasaan Anda, dapat Anda hitung sendiri dengan rumus sederhana yang dicantumkan pada setiap akhir tes formatif.

Selamat Belajar, Semoga Sukses !

2. Materi

Analisis kualitatif merupakan suatu proses untuk mengetahui keberadaan suatu unsur atau senyawa kimia dalam sampel yang tidak diketahui. Analisis kualitatif merupakan salah satu metode yang cukup efektif untuk mempelajari unsur-unsur atau senyawa kimia serta ion-ionnya di dalam suatu larutan. Di dalam analisis kualitatif biasanya memakai beberapa pereaksi diantaranya pereaksi untuk golongan dan pereaksi yang spesifik. Kedua jenis pereaksi ini digunakan untuk mendeteksi adanya jenis anion atau kation tertentu di dalam suatu larutan. Penggolongan ini didasarkan pada terbentuk atau tidaknya endapan jika suatu kation bereaksi dengan pereaksi-pereaksi tertentu. Proses analisis kation dan anion dilakukan dengan dua cara yaitu pemisahan dan identifikasi. Pemisahan dilakukan dengan mengendapkan kation dari larutannya. Endapan yang dihasilkan dipisahkan dengan mencuci larutannya dan dibuat larutan dengan jalan mengaduk menggunakan alat sentrifuge lalu membagi dua hasil penyaringan. Larutan yang masih mengandung kation lain lalu diendapkan juga sehingga terbentuk grup kation baru. Apabila di dalam grup tersebut masih terdapat kation lain, proses pengendapan dilakukan lagi sehingga tertinggal hanya satu kation saja. Berbagai jenis pereaksi dan pengaturan konsentrasi tertentu serta pengaturan pH larutan dilakukan untuk memisahkan kation menjadi beberapa grup..

Klasifikasi kation yang paling umum didasarkan pada perbedaan kelarutan dari:

- Klorida
- Sulfida
- Karbonat

Kelima golongan kation dan ciri-ciri khas golongan-golongan ini adalah sebagai berikut:

- Golongan I : Kation grup ini membentuk endapan dengan asam klorida encer. Ion-ion yang termasuk grup ini adalah timbal, raksa/mercurium(I) dan perak.
- Golongan II : Kation grup ini adalah kation-kation yang tidak bereaksi dengan asam klorida, namun membentuk endapan dengan asam sulfida dalam suasana asam mineral encer. Ion-ion dalam grup ini adalah merkuri(II), tembaga, bismut, kadmium, arsenik(III), arsenik(V), stibium(III), stibium(V), timah(II), dan timah(III) (IV).
- Golongan III : Kation grup ini tidak bereaksi dengan asam klorida encer maupun dengan asam sulfida dalam suasana asam mineral encer. Namun, kation ini membentuk endapan dengan amonium sulfida dalam suasana netral atau amoniakal. Kation-kation yang termasuk dalam grup ini adalah kobalt(II), nikel(II), besi(II), besi(III), kromium(III), aluminium, zink, dan mangan(II).

- Golongan IV : Kation yang termasuk dalam grup ini adalah kation yang tidak bereaksi dengan pereaksi-pereaksi Golongan I, II dan III. Kation-kation ini membentuk endapan dengan amonium karbonat dengan adanya amonium klorida, dalam suasana netral atau sedikit asam, kation-kation golongan ini adalah: kalsium, strontium, dan barium. Beberapa sistem klasifikasi golongan meniadakan pemakaian amonium klorida disamping amonium karbonat sebagai reagensia golongan; dalam hal ini, magnesium harus juga dimasukkan ke dalam golongan ini. Tetapi, karena dalam pengerjaan analisis yang sistematis, amonium klorida akan terdapat banyak sekali ketika kation-kation golongan keempat hendak diendapkan, adalah lebih logis untuk tidak memasukkan magnesium ke dalam Golongan IV.
- Golongan V : Kation-kation yang umum, yang tidak bereaksi dengan pereaksi pereaksi golongan I, II, III dan IV merupakan golongan kation yang terakhir, yang meliputi ion-ion magnesium, natrium, kalium, amonium, lilitium dan hidrogen.

Pemisahan kation golongan I

Dalam analisis kualitatif kation-kation (ion yang bermuatan positif) dapat digolongkan ke dalam lima golongan. Hal ini berdasarkan pada sifat kation terhadap pereaksi tertentu. Pereaksi yang paling umum digunakan dalam mengklasifikasikan kation adalah asam klorida, hidrogen sulfida, amonium sulfida, dan amonium karbonat. Penggolongan ini didasarkan pada apakah suatu kation bereaksi membentuk endapan atau tidak. Kation yang bereaksi dengan asam klorida membentuk endapan (garam klorida) merupakan kation golongan I. Kation golongan II adalah kation yang bereaksi dengan hidrogen sulfida membentuk endapan. Kation-kation yang bereaksi dengan amonium sulfida membentuk endapan termasuk kation golongan III. Kation golongan IV adalah kation yang bereaksi dengan amonium karbonat membentuk endapan. Sedangkan kation golongan V adalah kation yang tidak membentuk endapan ketika direaksikan dengan pereaksi-pereaksi tersebut.

Kation golongan I yaitu Pb^{2+} , Hg_2^{2+} , dan Ag^+ . Kation ini membentuk endapan putih ketika bereaksi dengan HCl encer. Endapan yang terbentuk antara lain; $PbCl_2$, Hg_2Cl_2 , dan $AgCl$. Berikut reaksi pengendapan kation golongan I oleh asam klorida encer.

- $Ag^+_{(aq)} + Cl_{(aq)} \rightarrow AgCl_{(s)}$ (endapan putih)
- $Pb^{2+}_{(aq)} + 2 Cl_{(aq)} \rightarrow PbCl_{2(s)}$ (endapan putih)
- $Hg_2^{2+}_{(aq)} + 2Cl_{(aq)} \rightarrow Hg_2Cl_{2(s)}$ (endapan putih)

Secara umum, pemisahan anggota kation golongan I dapat dilakukan dengan cara memisahkan terlebih dahulu $PbCl_2$ dari endapan $AgCl$ dan Hg_2Cl_2 . Endapan $PbCl_2$ larut dalam air panas dan membentuk kristal seperti jarum setelah dingin. Sedangkan $AgCl$ dan Hg_2Cl_2 tidak larut dalam air panas. Setelah $PbCl_2$ terpisah, selanjutnya $AgCl$ dan Hg_2Cl_2 dapat dipisahkan dengan cara menuangkan larutan amonia panas pada endapan tersebut. $AgCl$ akan larut dalam amonia panas membentuk kompleks diamin argentat. Sedangkan endapan Hg_2Cl_2 oleh larutan amonia panas diubah menjadi campuran $Hg(NH_2)Cl$ dan Hg yang membentuk endapan berwarna hitam.

Pemisahan anggota kation golongan I dapat dijabarkan sebagai berikut.

- 1) $PbCl_2$ dipisahkan dari Hg_2Cl_2 dan $AgCl$ berdasarkan perbedaan kelarutan garam kloridanya. $PbCl_2$ larut dalam air panas, sedangkan Hg_2Cl_2 dan $AgCl$ tidak dapat larut dalam air panas.
- 2) Cara memisahkan $PbCl_2$ dari endapan Hg_2Cl_2 dan $AgCl$ yaitu
 - Memastikan terlebih dahulu bahwa endapan yang akan dipisahkan hanya mengandung kation golongan I. Cara memastikannya adalah dengan mencuci endapan tersebut dengan larutan HCl . Endapan yang diperkirakan hanya mengandung kation golongan I diletakkan diatas kertas saring. Kemudian dicuci dengan larutan HCl 2M sebanyak 2 mL, lalu cuci 2-3 kali dengan air dingin 1 mL dan buang air cucian tersebut.
 - Setelah kita yakin bahwa endapan yang didapat dari hasil pencucian hanya mengandung kation golongan I maka pemisahan $PbCl_2$ dari Hg_2Cl_2 dan $AgCl$ dapat dimulai.
 - Endapan $PbCl_2$, Hg_2Cl_2 , dan $AgCl$ dimasukkan ke dalam tabung pendidihan, selanjutnya ditambahkan air sebanyak 8 mL pada tabung tersebut. Tabung pendidihan yang telah berisi endapan kation golongan I dan air kemudian dipanaskan. Pemanasan dilakukan sampai campuran yang awalnya berwarna putih berubah menjadi jernih dan terbentuk endapan di dasar tabung.
 - Kemudian campuran tersebut disaring panas-panas menggunakan kertas saring. Penyaringan ini bertujuan untuk memisahkan larutan $PbCl_2$ dengan endapan Hg_2Cl_2 dan $AgCl$. Alasan penyaringan campuran ini dilakukan ketika masih panas adalah agar $PbCl_2$ tidak peluang untuk membentuk kristal. $PbCl_2$ larut dalam air panas namun akan membentuk kristal ketika sudah dingin.
 - Dari langkah-langkah diatas maka akan didapatkan hasil pemisahan antara lain; larutan $PbCl_2$ yang akan membentuk kristal ketika sudah dingin yang disebut

filtrat. Dan endapan Hg_2Cl_2 dan AgCl yang berwarna putih yang disebut dengan residu.

- Untuk memastikan filtrat yang didapatkan adalah Pb^{2+} maka dapat dilakukan uji konfirmasi.
- Endapan Hg_2Cl_2 dan AgCl dapat dipisahkan berdasarkan perbedaan kelarutan antara kompleks $\text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}$ dan $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ yang dibentuk dari penambahan amonia terhadap Hg_2Cl_2 dan AgCl setelah PbCl_2 terpisah. Kompleks $\text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}$ berbentuk endapan hitam yang bercampur dengan logam Hg, sedangkan $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ tidak berbentuk endapan.

3) Cara memisahkan AgCl dari Hg_2Cl_2 adalah sebagai berikut.

- Memastikan terlebih dahulu residu yang didapatkan dari hasil pemisahan PbCl_2 dengan Hg_2Cl_2 dan AgCl adalah hanya mengandung endapan Hg_2Cl_2 dan AgCl . Hal ini dapat dilakukan dengan cara mencuci residu menggunakan air panas. Mula-mula endapan Hg_2Cl_2 dan AgCl diletakkan diatas kertas saring. Kemudian cuci endapan menggunakan air panas 5 kali. Pencucian dapat dihentikan ketika air cucian tidak membentuk endapan ketika ditambahkan beberapa tetes K_2CrO_4 . Jika air cucian tidak membentuk endapan maka dapat disimpulkan bahwa Pb^{2+} benar-benar sudah terpisah dari residu. Sedangkan jika membentuk endapan maka menandakan bahwa residu masih mengandung Pb^{2+} , oleh karena itu pencucian harus dilanjutkan kembali.



- Setelah residu terbebas dari Pb^{2+} , maka residu yang hanya mengandung endapan Hg_2Cl_2 dan AgCl dapat dipisahkan
- Pemisahan AgCl dari Hg_2Cl_2 dapat dilakukan dengan menambahkan larutan NH_4OH panas di atas endapan AgCl dan Hg_2Cl_2 . Mula-mula endapan AgCl dan Hg_2Cl_2 diletakkan di atas kertas saring kemudian tuangkan 3-4 mL NH_4OH panas pada endapan tersebut dan filtratnya ditampung. Tujuan penuangan NH_4OH panas pada endapan AgCl dan Hg_2Cl_2 adalah untuk melarutkan AgCl . Endapan AgCl akan membentuk suatu kompleks yang mudah larut ketika ditambahkan NH_4OH . NH_4OH yang digunakan harus panas hal ini dikarenakan agar lebih mudah melarutkan endapan AgCl .
- Tidak hanya endapan AgCl yang ketika direaksikan dengan NH_4OH panas membentuk senyawa kompleks, tetapi endapan Hg_2Cl_2 juga membentuk senyawa kompleks namun tidak larut. Senyawa kompleks yang terbentuk dari reaksi Hg_2Cl_2

dan NH_4OH panas adalah $\text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}$ yang tercampur dengan logam Hg membentuk warna hitam.

- $\text{AgCl}_{(s)} + 2\text{NH}_3_{(aq)} \rightarrow [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]_{(aq)}^+ + \text{Cl}^-_{(aq)}$
- $\text{Hg}_2\text{Cl}_2_{(s)} + 2\text{NH}_3_{(aq)} \rightarrow \text{Hg}_{(s)} + \text{Hg}(\text{NH}_2)\text{Cl}_{(s)} + \text{NH}_4^+_{(aq)} + \text{Cl}^-_{(aq)}$

➤ Selanjutnya memastikan filtrat yang diperkirakan adalah Ag^+ dan residu yang kemungkinan Hg_2^{2+} dengan melakukan uji identifikasi terhadap filtrat dan residu.

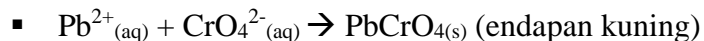
Uji identifikasi Kation Golongan I

1. Uji Pb^{2+}

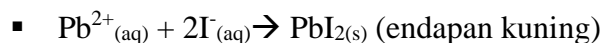
Uji identifikasi yang dapat dilakukan untuk memastikan adanya Pb^{2+} pada pemisahan anggota kation golongan I adalah sebagai berikut.

➤ Filtrat yang diperkirakan mengandung Pb^{2+} dibagi menjadi 4 bagian. Setiap bagian tersebut dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Selanjutnya filtrat diperlakukan sebagai berikut.

a) Filtrat pada tabung 1 ditambahkan larutan K_2CrO_4 tetes demi tetes sambil *disentrifuge* akan membentuk endapan berwarna kuning yang tidak larut dalam asam asetat encer.



b) Filtrat pada tabung 2 ditambahkan larutan kalium iodida tetes demi tetes sambil *disentrifuge* membentuk endapan PbI_2 yang berwarna kuning. Endapan ini larut dalam air mendidih menjadi tak berwarna, dan kemudian pada saat dingin akan mengendap membentuk kristal-kristal kuning .



c) Filtrat pada tabung 3 ditambahkan larutan asam sulfat encer tetes demi tetes sambil *disentrifuge* menghasilkan endapan berwarna putih yang larut dalam larutan amonium asetat.



d) Filtrat pada tabung 4 didinginkan sehingga larutan akan menjadi keruh karena terbentuk kristalin putih PbCl_2 .

Tujuan dari *sentrifuge* pada uji identifikasi Pb^{2+} yaitu agar filtrat yang diperkirakan adalah Pb^{2+} dapat bereaksi secara sempurna dengan pereaksi-pereaksi yang telah ditentukan. Jika filtrat merespon semua reaksi seperti yang telah dipaparkan diatas, maka dapat disimpulkan bahwa didalam filtrat terkandung Pb^{2+} .

2. Uji Ag⁺

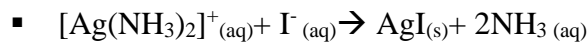
Uji identifikasi yang dapat dilakukan untuk memastikan adanya Ag⁺ pada hasil pemisahan anggota kation golongan I adalah sebagai berikut.

➤ Mula-mula filtrat yang diperkirakan mengandung Ag⁺ dibagi menjadi 3 bagian. Setiap bagian dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Kemudian filtrat yang berada pada masing-masing tabung diperlakukan sebagai berikut.

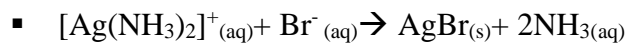
a) Filtrat pada tabung 1 direaksikan dengan HNO₃ encer. Penambahan HNO₃ pada filtrat dilakukan secara perlahan tetes demi tetes sambil *disentrifuge*. Reaksi ini akan menghasilkan endapan AgCl yang berwarna putih.



b) Filtrat pada tabung 2 ditambahkan beberapa tetes larutan KI dan akan membentuk endapan kuning muda AgI.



c) Filtrat pada tabung 3 ditambahkan beberapa tetes larutan HBr sehingga akan bereaksi membentuk AgBr endapan putih.



Ketika filtrat yang diperkirakan mengandung Ag⁺ direaksikan dengan pereaksi-pereaksi diatas dan menghasilkan suatu senyawa dengan ciri-ciri yang telah disebutkan diatas, maka dapat dikatakan bahwa filtrat benar-benar mengandung Ag⁺.

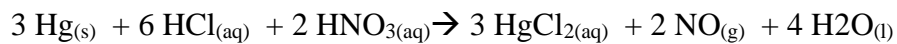
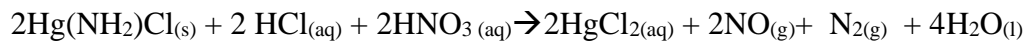
3. Uji Hg₂²⁺

Sebelum melakukan uji identifikasi raksa(I) pada campuran hasil pemisahan AgCl dan Hg₂Cl₂. Hasil pemisahan yang berupa endapan Hg(NH₂)Cl dan Hg perlu dilarutkan terlebih dahulu menggunakan aqua regia. Reaksi Hg(NH₂)Cl dan Hg dengan aqua regia akan menghasilkan larutan HgCl₂ yang nantinya akan diuji konfirmasi untuk memastikan apakah hasil pemisahan AgCl dan Hg₂Cl₂ benar mengandung Hg₂²⁺ atau tidak. Aqua regia merupakan pelarut yang dapat melarutkan logam-logam berat seperti Hg.

Berikut langkah-langkah pelarutan endapan Hg(NH₂)Cl dan Hg oleh aqua regia :

➤ Mula-mula dibuat larutan aqua regia yang terdiri dari campuran HCl pekat dan HNO₃ pekat dengan perbandingan 3 : 1.

➤ Aqua regia ditambahkan tetes demi tetes ke dalam gelas kimia yang telah berisi endapan Hg(NH₂)Cl dan Hg. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut.



Reaksi diatas menghasilkan gas NO yang berwarna cokelat.

- ✓ Campuran pada langkah 2 dipanaskan sampai kelebihan asam pada campuran tersebut habis. Hal ini akan ditandai dengan tidak terbentuk kembali asap berwarna cokelat.

Pemisahan kation golongan II

Kation golongan ini tidak bereaksi dengan asam klorida, tetapi membentuk endapan dengan hidrogen sulfida dalam suasana asam. Setelah ditambahkan hidrogen sulfida, kemudian saring menghasilkan filtrat dan residu (Golongan III). Filtrat ini mungkin terdiri dari sulfida-sulfida logam golongan IIA (HgS, PbS, Bi₂S₃, CuS) dan sulfida-sulfida logam golongan IIB (As₂S₃, Sb₂S₃, Sb₂S₅, SnS₂). Pemisahan golongan IIA dan IIB dilakukan dengan mencuci dengan sulfida yang diendapkan dengan sedikit larutan NH₄Cl yang telah dijenuhi H₂S. Cara memisahkan sulfida-sulfida logam golongan IIA (HgS, PbS, Bi₂S₃, CuS) dari sulfida-sulfida logam golongan IIB (As₂S₃, Sb₂S₃, Sb₂S₅, SnS₂) yaitu :

- a) Memastikan terlebih dahulu bahwa endapan yang akan dipisahkan hanya mengandung kation golongan IIA. Cara memastikannya adalah dengan mencuci endapan Golongan I dengan sulfida yang diendapkan dengan sedikit larutan NH₄Cl yang telah dijenuhi H₂S, pindahkan ke cawan porselen, tambahkan kira-kira 5 ml larutan amonia polisulfida kuning, panaskan sampai 50-60 °C kemudian saring. Menghasilkan endapan yang mungkin mengandung golongan IIA (HgS, PbS, Bi₂S₃, CuS, dan CdS) dan filtrat mungkin mengandung Golongan IIB (As₂S₃, Sb₂S₃, Sb₂S₅, SnS₂)
- a. Untuk pemisahan dan identifikasi kation-kation golongan IIA menggunakan metode asam sulfat:
 - ✓ Endapan-endapan yang mengandung golongan IIA dipindahkan ke sebuah cawan porselen tambahkan 5-10 ml HNO₃ encer dididihkan perlahan-lahan selama 2 menit kemudian saring menghasilkan residu dan filtrat.
 - ✓ Endapan yang dihasilkan berwarna hitam (HgS) untuk lebih mengidentifikasi endapan tersebut dilarutkan dalam suatu campuran NaOCl dan 0,5 ml HCl encer dan tambahkan 1 ml HCl encer dididihkan untuk mengeluarkan kelebihan Cl₂ dan dinginkan kemudian tambahkan larutan SnCl₂ endapan berwarna putih berubah menjadi abu-abu atau hitam sehingga disebut Hg²⁺.

- ✓ Filtratnya mungkin mengandung nitrat dari Pb, Bi, Cu, dan Cd. Uji sebagian kecil terhadap Pb dengan menambahkan H_2SO_4 encer dan alkohol jika terdapat endapan putih $PbSO_4$ menunjukkan adanya Pb kemudian tambahkan lagi H_2SO_4 encer kepada sisa larutan tambahkan 10 ml air kemudian saring menghasilkan filtrat dan residu.
 - Residu yang dihasilkan berwarna putih ($PbSO_4$). Untuk mengidentifikasinya tambahkan 2 mL amonium asetat 10 % melalui penyaringan beberapa kali, ambil filtratnya kemudian tambahkan beberapa tetes asam asetat encer dan larutan K_2CrO_4 yang akan menghasilkan endapan kuning ($PbCrO_4$) yang menunjukkan adanya kation Pb.
 - Filtrat yang dihasilkan mungkin mengandung Nitrat dan Sulfat dari Bi, Cu, dan Cd. Untuk memisahkan kationnya, ditambahkan larutan NH_3 pekat kemudian di saring kemudian menghasilkan residu dan filtrat. Residu yang dihasilkan berwarna putih memungkinkan mengandung $Bi(OH)_3$, untuk mengidentifikasinya dilakukan pencucian residu dan dilarutkan menggunakan HCl encer kemudian ditambahkan natrium tetra hidroksostanat, akan terbentuk endapan hitam yang menandakan mengandung kation Bi. Sedangkan filtratnya mungkin mengandung $Cu(NH_3)_4$ dan $Cd(NH_3)_4$. Yang dapat dilakukan dengan uji nyala.

b. Untuk pemisahan dan uji identifikasi kation golongan IIB

Filtrat mungkin mengandung larutan-larutan dari garam Tio $(NH_4)AsS_4$, $(NH_4)_2SbS_4$ dan $(NH_4)_2SnS_3$. Untuk mengidentifikasinya ditambahkan HCl pekat tetes demi tetes dan panaskan perlahan-lahan terbentuk endapan kuning atau jingga yang mungkin mengandung As_2S_5 , Sb_2S_5 dan SnS_2 yang menunjukkan golongan IIB.

Untuk mengidentifikasi golongan IIB menggunakan metode amonium polisulfida:

- ✓ Pada filtrat tersebut ditambahkan ekstrak amonium polisulfida dan HCl encer sambil terus di aduk, panaskan lalu kocok selama 2 menit. Pada perlakuan ini akan menghasilkan endapan halus yang berwarna putih atau kuning yang menunjukkan adanya As, Sb, dan Sn. Kemudian saring dan cuci endapan dengan sedikit H_2S . Pindahkan endapan pada sebuah erlenmeyer kecil, tambahkan 5-10 mL HCl pekat dan didihkan selama 5 menit. Encerkan dengan 2-3 mL air, kemudian saring, menghasilkan residu dan filtrat.
 - Residu yang dihasilkan mungkin mengandung As, dan untuk mengidentifikasinya, endapan dilarutkan dalam 3-4 mL NH_3 encer, kemudian tambahkan 3-4 mL larutan H_2O_2 dan panaskan selama beberapa menit. Tambahkan beberapa mL reagensia $Mg(NO_3)_2$, aduk dan diamkan. Terbentuknya endapan putih, $Mg(NH_4)AsO_4 \cdot 6H_2O$, yang menandakan As ada.

- Filtrat mungkin mengandung Sb dan Sn, yang dapat diidentifikasi dengan cara sebagai berikut:

Identifikasi Sb^{3+} :

- Pada filtrat, ditambahkan dengan larutan NH_3 encer, kemudian tambahkan 1-2 g asam oksalat padat. Didihkan dan alirkan H_2S selama 1 menit ke dalam filtrat, jika terbentuk endapan jingga, Sb_2S_3 , menandakan Sb ada.

Identifikasi Sn^{4+} :

- Pada identifikasi Sn^{4+} , sebanyak 1 mL filtrat dimasukkan ke dalam 10 cm kawat besi yang bersih. Panaskan perlahan, siapkan larutan Hg_2Cl_2 pada sebuah wadah, kemudian saring larutan yang telah dipanaskan ke dalam wadah. Jika terbentuk endapan putih menandakan Sn ada.

Pemisahan kation golongan III

Dalam residu, yang diperoleh setelah pemisahan kation golongan II, adanya fosfat, silikat, borat, flourida, dan anion dari asam-asam organik harus diuji. Pemisahan kation-kation golongan III dan golongan-golongan lain yaitu dengan menambahkan H_2O dan Panaskan, kemudian saring menghasilkan residu dan filtrat (Golongan IV). Endapan yang dihasilkan tersebut ditambahkan sedikit air, NH_4Cl serta larutan NH_3 dan panaskan hingga mendidih, kemudian saring menghasilkan residu dan filtrat. Residu mungkin mengandung golongan III.A yaitu MnO^- , $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, dan $\text{Al}(\text{OH})_3$, dan filtrat mungkin mengandung CoS , NiS , MnS , dan ZnS .

a) Residu yang dihasilkan pada proses pemisahan golongan III mungkin mengandung golongan III.A yaitu MnO^- , $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$.

- Untuk memisahkan MnO^- , $\text{Fe}(\text{OH})_3$ dari $\text{Cr}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, pada filtrat ditambahkan dengan larutan $\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan NaOH . Setelah terbentuk endapan, saring larutan untuk memisahkan residu dan filtrat.

Pada residu Mungkin mengandung $\text{Fe}(\text{OH})_3$ dan $\text{MnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ selanjutnya dapat dilakukan uji identifikasi terhadap kation tersebut.

- Untuk uji MnO^- , pada residu ditambahkan dengan H_2O_2 dan H_2SO_3 , jika larutan berwarna lembayung menandakan kation MnO^- ada.
- Untuk uji $\text{Fe}(\text{OH})_2$, pada endapan ditambahkan dengan larutan HCl dan KSCN , jika menghasilkan endapan biru, menandakan Fe ada, dengan terbentuknya endapan $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

- Filtrat yang dihasilkan mungkin mengandung kation CrO_4^{2-} dan $[\text{Al}(\text{OH})_4]$. Pada filtrat dibagi menjadi dua bagian yang selanjutnya dapat dilakukan uji identifikasi sebagai berikut :
 - Pada tabung 1, untuk mengidentifikasi CrO_4^{2-} ditambahkan dengan larutan asam asetat dan Pb, menghasilkan endapan kuning, endapan PbCrO_4 menandakan kation CrO_4^{2-} ada.
 - Pada tabung 2 untuk mengidentifikasi $[\text{Al}(\text{OH})_4]$ ditambahkan larutan HCl dan NH_3 menghasilkan endapan putih $\text{Al}(\text{OH})_3$ menandakan $[\text{Al}(\text{OH})_4]$ kation itu ada.
- b) Filtrat yang dihasilkan pada proses pemisahn golongan III mungkin mengandung golongan IIIB (CoS , NiS , MnS , dan ZnS).
- Cuci baik-baik dengan larutan NH_4Cl 1% yang telah ditambahkan $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ sebanyak 1% dari volume larutan; buang cairan cucian. Pindahkan endapan ke sebuah piala kecil. Tambahkan 5 ml air dan 5 ml HCl 2 M, aduk baik-baik, diamkan selama 2-3 menit dan saring. Mengasihkan residu dan filtrat.
 - **Residu**

Jika hitam, mungkin mengandung CoS dan NiS . Selanjutnya dapat dilakukan uji identifikasi terhadap kation tersebut sebagai berikut: untuk mengujinya Bagi menjadi 2 bagian:

 - ✓ Untuk identifikasi Co, dapat dilakukan dengan uji manik boraks. Jika biru menunjukkan Co ada.
 - ✓ Untuk identifikasi Ni, dapat dilakukan dengan menambahkan pada residu 2ml larutan NH_4Cl , NH_3 , reagensia dimetilglioksima berlebihan menghasilkan endapan merah menandakan Ni ada.
 - **Filtrat**

Pada filtrat mungkin mengandung Mn^{2+} dan Zn^{2+} . Untuk memisahkan kedua kation ini dapat dilakukan dengan cara mendidihkan filtrat sampai H_2S hilang kemudian dinginkan dan tambahkan larutan NaOH berlebihan diteruskan dengan 1 ml larutan H_2O_2 3% didihkan selama 3 menit kemudian saring.

 - Pada residu mungkin mengandung Mn^{2+}

Identifikasi kation Mn^{2+} :

Pada residu dilarutkan dengan 5 ml HNO_3 dengan perbandingan 1 : 1, tambahkan 0,05 gram NaBiO_3 aduk dan biarkan turun mengendap. Menghasilkan larutan ungu dari MnO_4^- menandakan Mn ada.

- Pada filtrat mengandung Zn^{2+}

Identifikasi kation Zn^{2+} :

Pada filtrat diasamkan dengan asam asetat dan alirkan H_2S . Endapan putih ZnS . Menandakan Zn ada

Pemisahan kation golongan IV

Hasil filtrat yang diperoleh dari pemisahan kation golongan III, mungkin mengandung golongan IV dan V. Cara pemisahan dilakukan dengan penambahan reagen natrium heksanitritokobaltat(III) sebanyak 5 mL, kemudian saring menghasilkan residu dan filtrat (mungkin golongan V).

Pemisahan Kation Golongan IV dengan Metode Sulfat yaitu residu yang dihasilkan mungkin mengandung $BaCO_3$, $SrCO_3$ dan $CaCO_3$. Mekanismenya adalah sebagai berikut:

1. Endapan dari $BaCO_3$, $SrCO_3$, dan $CaCO_3$ dicuci dengan sedikit air panas dan buang air cucian.
2. Kemudian tambahkan 1 mL larutan K_2CrO_4 tetes demi tetes kedalam larutan yang hampir mendidih, maka terjadi reaksi:



3. Untuk memisahkan endapan $BaCrO_4\downarrow$ dari larutan $SrCrO_4$ dan $CaCrO_4$ menggunakan kertas saring. Diperoleh hasil sebagai berikut:

➤ **Residu I** → Endapan $BaCrO_4\downarrow$

Barium adalah logam putih perak, dapat ditempa dan liat, yang stabil dalam udara kering. Uji konfirmasi yang dapat dilakukan untuk memastikan adanya Ba^{2+} pada pemisahan kation golongan IV adalah sebagai berikut:

- Residu yang diperkirakan mengandung Ba^{2+} dimasukkan kedalam tabung reaksi. Ditambahkan dengan larutan asam klorida pekat HCl , dengan langkah-langkah sebagai berikut:
 - Cuci endapan dengan air panas.
 - Larutkan endapan dengan sedikit asam klorida pekat HCl , uapkan hingga hampir kering.
 - Uji dengan uji nyala menggunakan spektroskop.
 - Jika terdapat nyala warna hijau-kekuningan maka larutan tersebut benar-benar mengandung Ba^{2+} .

- Ketika larutan yang diperkirakan mengandung Ba^{2+} direaksikan dengan pereaksi diatas dan menghasilkan suatu senyawa dengan ciri-ciri yang telah disebutkan diatas, maka dapat disimpulkan bahwa filtrat benar mengandung Ba^{2+} .

➤ **Filtrat I** → Larutan $SrCrO_4$ dan $CaCrO_4$

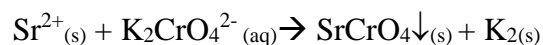
Untuk memisahkan $SrCO_3$ dari $CaCO_3$ dengan cara:

- Memasukkan 2 mL larutan yang mengandung Sr^{2+} dan Ca^{2+} dingin kedalam gelas kimia berukuran 5 mL, tambahkan dengan 2 mL larutan $(NH_4)_2SO_4$ jenuh.
- Kemudian tambahkan dengan 0,2 g natrium tiosulfat. Panaskan dalam gelas kimia berisi air mendidih selama 5 menit dan diamkan selama 1-2 menit.
- Kemudian saring endapan yang terbentuk di dalam gelas kimia tersebut.
 - **Residu II** → Endapan $SrSO_4 \downarrow$

Untuk lebih meyakinkan bahwa residu yang terbentuk adalah Strontium (Sr)

Strontium adalah logam putih perak, yang dapat ditempa dan liat di udara kering. Uji konfirmasi yang dapat dilakukan untuk memastikan adanya Sr^{2+} pada pemisahan kation golongan IV adalah sebagai berikut:

Filtrat yang diperkirakan mengandung Sr^{2+} dimasukkan kedalam tabung reaksi. Selanjutnya ditambahkan dengan larutan kalium kromat (K_2CrO_4) tetes demi tetes maka terbentuknya endapan kuning strontium kromat.



Endapan larut agak banyak dalam air (1,2 gr/L, $K_s = 3,5 \times 10^{-5}$), maka tak terjadi endapan dalam larutan strontium yang encer. Endapan larut dalam asam asetat (perbedaan dari barium) dan dalam asam-asam mineral, oleh sebab-sebab yang sama, seperti yang diuraikan pada barium

Ketika filtrat yang diperkirakan mengandung Sr^{2+} direaksikan dengan pereaksi diatas dan menghasilkan suatu senyawa dengan ciri-ciri yang telah disebutkan diatas, maka dapat disimpulkan bahwa filtrat benar mengandung Sr^{2+} .

- **Filtrat II** → Larutan $CaSO_4$

Untuk memastikan bahwa filtrat yang dihasilkan adalah Kalsium (Ca)

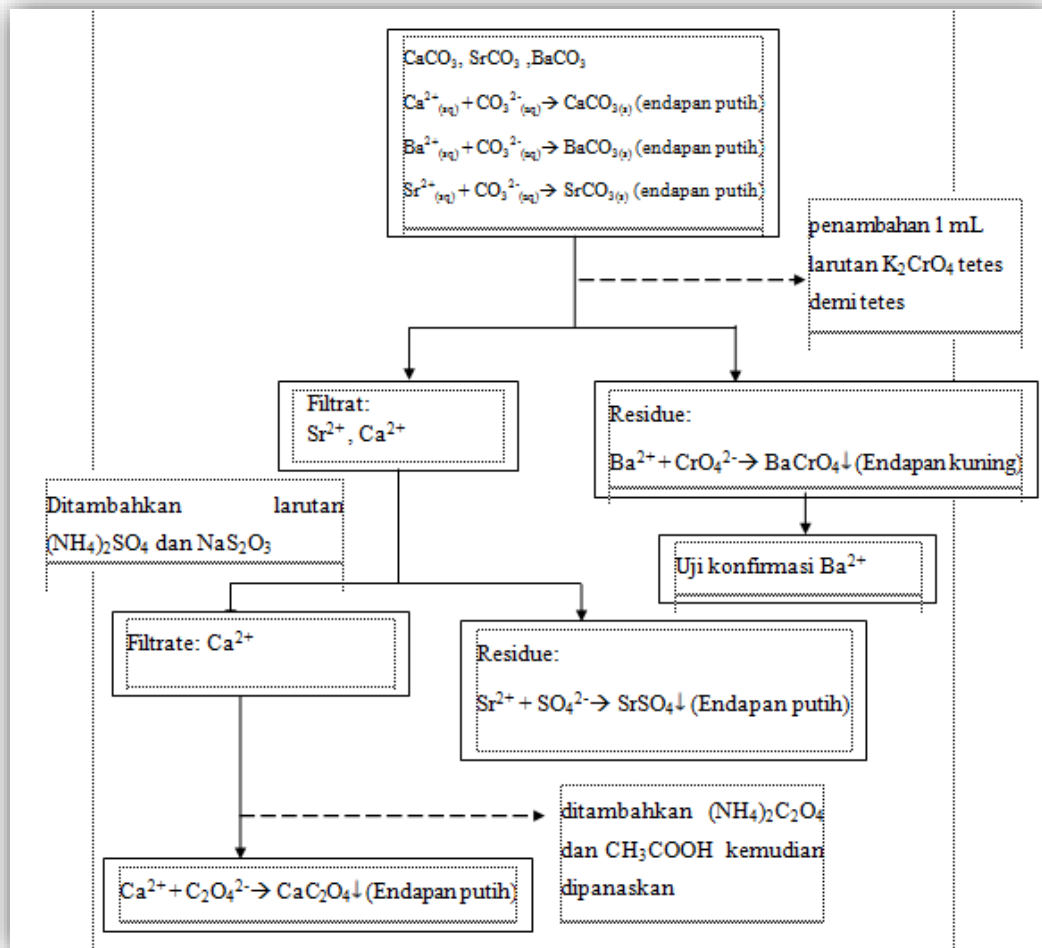
Kalsium adalah logam putih perak, yang agak lunak. Yang melebur pada $845^\circ C$ ia terserang oleh oksigen atmosfer dan udara lembab, pada reaksi ini

terbentuk kalsium oksida dan kalsium hidroksida. Kalsium menguraikan air dengan membentuk kalsium hidroksida dan hidrogen.

Uji konfirmasi yang dapat dilakukan untuk memastikan adanya Ca^{2+} pada pemisahan kation golongan IV adalah sebagai berikut..

- Untuk memastikan larutan mengandung Ca^{2+} dalam larutan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ dengan langkah-langkah berikut:
- Pindahkan larutan ke cawan porselen dan uapkan sampai hampir kering (terbentuk endapan baru).
- Larutkan endapan ke dalam 2 mL air, jadikan amoniakal dengan menambahkan NH_3 .
- Lalu asamkan dengan asam asetat encer CH_3COOH tambahkan larutan $(\text{NH}_4)_2(\text{COO})_2$ berlebihan yang mana nanti akan terbentuk endapan CaC_2O_4 . Panaskan endapan di atas penangas air. Maka terbentuk endapan putih $\text{Ca}(\text{COO})_2$. Endapan putih tersebut benar-benar mengandung Ca^{2+}

Skema pemisahan kation golongan IV



Pemisahan kation golongan V

Hasil filtrat dari golongan IV ditambahkan 4 mL air sambil diaduk, panaskan selama 1 menit dan saring. Jika semua telah tercampur sempurna, encerkan larutan tersebut sampai kira-kira 6 mL, dan bagi menjadi 3 bagian yang sama

a) Untuk bagian 1 (residu)

- Uji ini dimaksudkan untuk menguji terhadap Mg dengan larutan oksina yang telah disiapkan, pastikan Mg yang terbentuk diuji lagi dengan uji magnesium 3-4 tetes larutan

b) Untuk bagian 2 dan 3 (filtrat)

- Untuk bagian 2
 - Larutan yang telah dibagi tersebut ditambahkan sedikit uranil magnesium asetat, kocok dan diamkan selama beberapa menit, jika terbentuk endapan kristalin kuning maka menunjukkan adanya Na
 - Pastikan dengan uji nyala: nyala kuning yang bertahan lama

- Untuk bagian 3
 - Tambahkan sedikit larutan natrium heksanitritokobaltat(III) dan beberapa tetes asam asetat encer, aduk-aduk dan jika perlu diasamkan selama 1-2 menit. Endapan yang terbentuk berwarna kuning yang menunjukkan adanya K
 - Pastikan dengan uji nyala: nyala warna merah.

3 Inti Sari

Analisis kation memerlukan pendekatan yang sistematis, dilakukan dengan dua cara yaitu pemisahan dan identifikasi. Pemisahan dilakukan dengan cara mengendapkan suatu kelompok kation dari larutannya. Kelompok kation yang mengendap dipisahkan dari larutan dengan cara sentrifus dan menuangkan filtratnya ke tabung uji yang lain. Larutan yang masih berisi sebagian besar kation kemudian diendapkan kembali membentuk kelompok kation baru. Jika dalam kelompok kation yang terendapkan masih berisi beberapa kation maka kation-kation tersebut dipisahkan lagi menjadi kelompok kation yang lebih kecil, demikian seterusnya sehingga pada akhirnya dapat dilakukan uji spesifik (identifikasi) untuk satu kation. Jenis dan konsentrasi pereaksi serta pengaturan pH larutan dilakukan untuk memisahkan kation menjadi beberapa kelompok. Tabel berikut ini menunjukkan kelompok kation dan pereaksi yang digunakan dalam analisis kualitatif standar.

Golongan	Kation	Pereaksi pengendap/kondisi
1	$\text{Ag}^+, \text{Hg}^+, \text{Pb}^{2+}$	HCl 6 M
2	$\text{Cu}^{2+}, \text{Cd}^{2+}, \text{Bi}^{3+}, \text{Hg}^{2+}, \text{Sn}^{4+}, \text{Sb}^{3+}$	H_2S 0,1 M pada pH 5
3	$\text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Co}^{2+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Zn}^{2+}$	H_2S 0,1 M pada pH 9
4	$\text{Ba}^{2+}, \text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Na}^+, \text{K}^+, \text{NH}_4^+$	Tidak ada pereaksi pengendap golongan

4. Latihan

1. Suatu sampel diketahui mengandung kation golongan 1. Penambahan K_2CrO_4 pada filtrat air panasnya membentuk endapan kuning. Endapan sisa setelah penambahan air panas larut seluruhnya dengan penambahan amoniak. Tentukan kation yang ada dan tidak ada?

2. Bagaimana cara memisahkan campuran kation-kation berikut, bagaimana pula reaksi identifikasinya, dan buat bagan alir untuk masing-masing pemisahannya:

- a. Al^{3+} , Cr^{3+} , Co^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} b. Na^+ , K^+ , NH_4^+

5. Evaluasi

- Berdasarkan apakah klasifikasi pemisahan kation golongan II ?
 - Pembentukan endapan dengan asam klorida encer.
 - Pembentukan endapan dengan asam sulfida dalam suasana asam mineral encer.
 - Pembentukan endapan dengan amonium sulfida dalam suasana netral atau amoniakal.
 - Tidak bereaksi dengan pereaksi golongan I, II dan III.
 - Tidak bereaksi dengan pereaksi golongan I sd golongan V
- PbCl_2 , Hg_2Cl_2 , dan AgCl adalah garam klorida dari kation golongan I. Cara untuk memisahkan PbCl_2 dari campurannya dengan Hg_2Cl_2 dan AgCl adalah dengan :
 - Penyaringan
 - Penambahan HCl encer berlebihan.
 - Pemanasan larutan karena PbCl_2 larut dalam air panas, sedangkan Hg_2Cl_2 dan AgCl tetap tidak larut.
 - Penambahan pereaksi kalium bikromat dalam suasana basa.
 - Penambahan pereaksi asam sulfat pekat.
- Hg_2Cl_2 dan AgCl dapat dipisahkan menggunakan pereaksi berikut :
 - Asam sulfat encer
 - Asam hipoklorit panas.
 - Natrium hidroksida 2M
 - Amonium hidroksida panas
 - Natrium tiosulfat pada pH 5
- Suatu larutan mengandung endapan garam karbonat dari Barium, Stronsium dan Calsium. Untuk memisahkan Barium ditambahkan tetes demi tetes ke dalam larutan yang hampir mendidih, larutan pereaksi :
 - Kalium kromat
 - Natrium nitrat

- c. Amonium sulfide panas
- d. Tembaga(II) hidroksida
- e. Asam fosfat encer

5. Suatu larutan mengandung kation dari golongan II yaitu Sn, As, Sb, Bi dan Cu. Jika ditambahkan larutan NH_3 encer dan 1-2 gram asam oksalat padat, lalu dididihkan dan dialirkan gas asam sulfide selama 1 menit dan terbentuk endapan jingga, maka menandakan adanya kation :

- a. As
- b. Bi
- c. Cu
- d. Sn
- e. Sb

Cocokkanlah jawaban Anda dengan Kunci Jawaban Tes Formatif yang terdapat di bagian akhir modul ini. Hitunglah jawaban yang benar. Kemudian, gunakan rumus berikut untuk mengetahui tingkat penguasaan Anda terhadap materi Kegiatan Belajar 1.

Tingkat penguasaan: $\frac{\text{Jumlah Jawaban Ynag Benar}}{\text{Jumlah Soal}} \times 100\%$

Arti tingkat penguasaan:

90 - 100% = baik sekali

80 - 89% = baik

70 - 79% = cukup

< 70% = kurang