

MANAJEMEN DAN KESELAMATAN KERJA DI LABORATORIUM

A. Pendahuluan

Laboratorium kimia, Biologi, Fisika merupakan suatu tempat yang dapat berfungsi sebagai sarana pendidikan, penelitian, pengujian mutu dan lain sebagainya. Setiap laboratorium memiliki ciri khas tersendiri baik dalam peralatan, tata letak ruang dan tingkat resiko kecelakaan kerjanya. Seperti laboratorium kimia lingkungan akan berbeda dengan laboratorium kimia instrumentasi, laboratorium kimia nuklir, laboratorium kimia fisik atau laboratorium kimia analitik, Laboratorium Botani berbeda dengan laboratorium Zoologi, Laboratorium fisika dasar akan berbeda dengan laboratorium fisika instrumentasi, tetapi secara umum memiliki tingkat bahaya dan resiko yang sama karena menggunakan bahan yang sama, yaitu bahan kimia, biologi atau radiasi.

Laboratorium di perguruan tinggi berperan sebagai tempat latihan mahasiswa, sebagai fungsi penelitian dan melayani keperluan masyarakat dalam hasil analisis

laboratoriumnya. Kecelakaan kerja di laboratorium, selain disebabkan oleh sebab-sebab umum, juga selalu sebagai akibat dari pemakaian bahan yang tidak tepat dan benar. Bahan di laboratorium, secara umum harus dianggap sebagai bahan yang berbahaya disebabkan oleh kandungannya.

Pada dasarnya, semua pekerjaan memiliki resiko bahaya kecelakaan kerja, seperti halnya pekerja bangunan, atau yang bersifat fisik lainnya. Begitu juga dengan pekerja di laboratorium seperti peneliti, dosen, operator laboratorium, memiliki resiko kecelakaan kerja di laboratorium. Resiko kerja di laboratorium sangat besar mengingat potensi bahaya yang dimiliki oleh bahan yang pada tingkat resiko tertinggi dapat menyebabkan kematian.

Ada beberapa pendapat mengenai terjadinya kecelakaan kerja. Pertama, bahwa suatu kecelakaan terjadi apabila dilakukan minimum dua kesalahan pada waktu dan tempat yang sama. Kedua, bahwa semua kecelakaan yang terjadi selalu didahului oleh beberapa tanda-tanda dan mengikuti hukum sebab akibat. Permasalahannya, bahwa tidak setiap dapat menangkap, mengamati dan menyadari sebab-sebab akibat dan tanda-tanda penyebab suatu

kecelakaan. Di sinilah letak pentingnya mengidentifikasi tanda dan bertindak preventif dalam mencegah dan menghilangkan penyebab kecelakaan kerja, terutama di laboratorium kimia.

Berdasarkan pada tingkat resiko yang tinggi dalam penanganan kerja di laboratorium, maka resiko- resiko kerja ini harus diminimalkan dengan langkah-langkah yang terarah dan komprehensif. Beberapa langkah tersebut adalah:

1. Mempunyai sarana laboratorium yang baik seperti : listrik, air, gas, lemari pendingin, ruang asam dan mempunyai peralatan pemadam kebakaran.
2. Memiliki peraturan keselamatan kerja di laboratorium seperti : memakai jas lab, kaca mata pelindung, masker (topeng yang tembus pandang), respirator, pelindung kaki (sepatu) dan sarung tangan
3. Telah memahami prosedur kerja dan bahaya yang akan terjadi sebelum memulai pekerjaan di laboratorium, contoh untuk kemungkinan bahaya akan terjadi dalam pekerjaan destilasi adalah kebakaran dan terjadi ledakan.

4. Mengetahui sifat-sifat bahan-bahan kimia yang dipergunakan selama pekerjaan di laboratorium.

B. Penyebab kecelakaan kerja di laboratorium

Penyebab kecelakaan kerja yang banyak terjadi di laboratorium disebabkan oleh:

- 1) Sikap dan tingkah laku pekerja di laboratorium (Peneliti, Dosen, operator, laboran)

Pekerja menganggap remeh setiap resiko/kemungkinan bahaya yang akan terjadi, seperti mengabaikan pemakaian jas lab, kacamata pelindung atau pelindung diri yang standar biasa dipakai di laboaratorium.

- 2) Sarana laboratorium yang kurang memadai

Sarana laboratorium yang tersedia tidak memenuhi syarat sebagai sebuah laboratorium, seperti tidak adanya ruang asam, ventilasi ruangan yang tidak baik, tidak adanya alat pemadam kebakaran dan sebagainya.

- 3) Tidak adanya pengawas laboratorium

Peranan supervisor atau pengawas laboratorium sangat penting dalam mengawasi penanganan kerja- kerja di laboratorium, seperti berikut:

- a) Memberikan prosedur secara jelas sebelum pekerja di laboratorium di mulai;
 - b) Memberikan supervisi dan teguran jika pekerja tidak memakai alat pelindung diri;
 - c) Secara berkala memberikan asistensi dan penjelasan yang diperlukan dalam pekerjaan di laboratorium.
- 4) Perlengkapan perlindungan yang tidak memadai
- (a) Perlindungan mata yang tidak dipakai secara terus menerus, tidak sesuai standar, atau jenisnya yang tidak sesuai;
 - (b) Tidak memakai masker atau pelindung wajah yang memadai, atau tidak lengkap.
 - (c) Tidak memakai sarung tangan, atau sarung tangan yang dipakai tidak standar;
 - (d) Bahan pakaian yang tidak tahan api, atau tidak tahan bahan korosif;
- 5) Komunikasi yang tidak berjalan
- (a) Label dan tanda peringatan tidak diperhatikan;
 - (b) Tanda bahaya/sirene yang tidak dipahami;
 - (c) Tidak adanya prosedur penyelamatan bila terkena bahan kimia;

- (d) Penggunaan bahan kimia berbahaya tanpa memberitahukan pekerja lainnya;
 - (e) Petugas penyelamat/ kesehatan yang kurang mendapat informasi tentang bahan kimia yang berbahaya.
- 6) Ventilasi yang tidak memadai
- (a) Penghisap udara dalam kondisi jelek, atau cerobong untuk uap zat kimia keluar mengalami kerusakan;
 - (b) Kualitas udara laboratorium jarang/tidak pernah dipantau;
 - (c) Gas berbahaya yang tidak terhisap keluar.
- 7) Masalah kesehatan pribadi
- (a) Makan dan minum, serta pemakaian kosmetika di laboratorium, atau menggunakan air di laboratorium sebagai sumber air minum;
 - (b) Meenggunakan alat-alat gelas kimia sebagai tempat makanan;
 - (c) Setelah bekerja di laboratoriu tidak membersihkan diri dengan baik.
- 8) Bahaya listrik
- (a) Kabel listrik dan penanganannya yang tidak rapi;

- (b) Tidak adanya fasilitas pencegah muatan listrik statis.
- 9) Masalah penyimpanan bahan Bahan mudah menyala tidak disimpan dengan aman: jumlah terlalu banyak, wadah tidak aman, berkarat atau tak bernama, dan tempat penyimpanan yang tidak aman dari kebakaran;
- (a) Botol bahan yang disimpan terlalu lama di rak laboratorium
 - (b) Bahan yang disimpan ditempat terbuka atau disimpan di wadah tanpa penutup.
- 10) Tidak cukup perlengkapan dan petunjuk darurat keselamatan kerja
- (a) Tidak adanya alat komunikasi (telepon, faks dll)
 - (b) Tidak ada prosedur penyelamatan kerja bila terjadi kecelakaan
 - (c) Pintu darurat yang tidak terjaga sehingga tidak dapat digunakan.

1. Jenis-jenis kecelakaan di laboratorium

Jenis-jenis kecelakaan dalah sebagai berikut:

- a) keracunan

Keracunan yang disebabkan oleh penyerapan bahan toksis seperti : Amonium, karbon monoksida, benzena, kloroform, dan lain-lainnya. Keracunan dapat berakibat fatal ataupun menimbulkan gangguan kesehatan;

b) Iritasi

Iritasi terjadi akibat kontak dengan bahan kimia yang korosif seperti: Asam sulfat, asam klorida, natrium hidroksida, gas klor dan lain sebagainya. Iritasi dapat berupa luka atau peradangan pada kulit, saluran pernafasan dan mata.

c) Kebakaran dan luka bakar

Kebakaran dan luka bakar dapat terjadi karena tumpahan pelarut-pelarut organik seperti; eter, aseton, alkohol dan lain sebagainya. Hal yang sama dapat diakibatkan oleh peledakan bahan-bahan bersifat eksplosif seperti : peroksida dan perklorat.

d) Luka kulit

Luka kulit diakibatkan terkena pecahan alat gelas atau kaca, yang sering terjadi pada tangan dan mata.

e) Sengatan listrik

Sengatan listrik dapat mengakibatkan kematian, yang mungkin disebabkan kesalahan dalam pengoperasian alat.

2. Sarana penunjang keselamatan kerja di laboratorium

Beberapa sarana penunjang untuk mencegah terjadinya kecelakaan di laboratorium dapatlah dijalankan sebagai berikut ini:

a) Sarana laboratorium

Sarana laboratorium seperti air, ruang asam dan ventilasi udara, lemari pendingin (refrigerator), dan saluran pembuangan air;

b) Alat pemadam kebakaran

Alat pemadam kebakaran yang tersedia di laboratorium adalah; tabung gas, hidran air.

c) Alat pelindung diri

Alat pelindung diri yang dipergunakan di laboratorium adalah: jas laboratorium, kaca mata, masker, respirator, sepatu dan sarung tangan.

3. Pengenalan sifat dan jenis bahan kimia berbahaya serta cara penanganannya

Bahan-bahan kimia berbahaya banyak sekali dipakai di laboratorium kimia. Untuk itu kita harus mengenali sifat dan jenis bahan kimia tersebut supaya mudah dalam cara penanganannya. Bahan-bahan kimia berbahaya tersebut dikategorikan sebagai berikut:

a) Bahan-bahan kimia berbahaya

Bahan-bahan kimia berbahaya ini ada yang mengakibatkan keracunan, kebakaran, meledak dan lain-lain.

1) Bahan-bahan kimia beracun (toksis)

Sebenarnya semua bahan kimia beracun, tetapi bahanya terhadap kesehatan dangat tergantung pada jumlah zat tersebut yang masuk ke dalam tubuh. Bahan kimia dapat masuk ke dalam tubuh melalui 3 saluran, yaitu:

- (a) Peresapan melauai kulit, seprti nitro benzena, fenol, parathion, asam sianida dan lain sebagainya;
- (b) Peresapan melalui saluran pernapsan, umumnya bahan kimia yang berbentuk gas, seperti klorin, sulfit, asam sianida, karbon monoksida, peroksida dan lain sebagainya. Peresapan melauai

pernapasan merupakan peresapan yang paling berbahaya, karena biasanya zat kimia/bahan kimia yang berbentuk uap akan terisap.

- (c) Melalui mulut atau tertelan, karena kesalahan atau makan dan minum pada waktu bekerja di laboratorium.

2) Bahan kimia korosif

Bahan-bahan kimia korosif terdapat dalam bentuk cair, padat, dan gas. Contoh bahan-bahan kimia korosif cair, seperti asam nitrat, asam sulfat, asam klorida, asam fosfat, asam fluorida dan lain sebagainya. Sedangkan bahan kimia korosif padat, seperti hidroksida dari natrium, kalium, kalsium, amonium karrbonat, kalsium sianida, kalsium karbida, fenol, perak nitrat dan sebagainya. Contoh bahan kimia korosif gas, seperti formaldehida, asam asetat, asam klorida, amonia, klor, brom, fosgen, nitrogen oksida dan lain sebagainya.

3) Bahan kimia mudah meledak

Bahan kimia mudah meledak atau eksplosif adalah bahan kimia yang tidak stabil atau reaktif. Peledakan terjadi karena reaksi amat cepat yang

menghasilkan panas dan gas dalam jumlah yang besar. Contoh, senyawa seperti etanol, asetaldehida, aseton, dan asam asetat akan meledak jika dicampur dengan peroksida.

4) Bahan kimia mudah terbakar

Bahan kimia mudah terbakar dalam laboratorium dapat digolongkan :

Padat : belerang, fosfor merah, hidrida logam, logam alkali, dan lain-lain.

Cair : Alkohol, eter, benzena, aseton, pentana, petroleum eter dan lain-lain.

Gas : Hidrogen, asetilen, butana, dan lain-lain.

Cara penanganan bahan kimia mudah terbakar ini yaitu dengan menjauhi panas, api dan oksigen, jadi diusahakan menghindarkan pertemuan panas dan bahan mudah meledak.

5) Bahan kimia oksidator

Bahan kimia oksidator adalah bahan kimia yang jika direaksikan dengan senyawa lain dapat menghasilkan oksigen. Contoh, permanganat, perklorat, pikromat, persulfat dan hidrogen peroksida.

6) Pengendalian dan pengawasan bahan kimia

- (a) Pemasangan label
- (b) Pemasangan tanda atau coding
- (c) Sistem penyimpanan

C. Manajemen keselamatan kerja di laboratorium perguruan tinggi

Manajemen keselamatan kerja di laboratorium melibatkan banyak pengambil keputusan di kampus/ perguruan tinggi. Hal ini dikarenakan sistem manajemen keselamatan kerja sangat terkait dengan aspek keamanan dan perlindungan kerja bagi pekerja yang terlibat dalam pemakaian laboratorium di kampus/perguruan tinggi.

1. Pembantu rektor/ketua bidang penelitian/ laboratorium

- a) Membentuk suatu badan badan pemantau keselamatan kerja
- b) Menetapkan tanggung jawab masing-masing bagian dalam pemantau keselamatan kerja
- c) Menyebarkan semua rekomendasi dari badan keselamatan keseluruh satuan yang terkait.

2. Pejabat bidang keselamatan laboratorium

Merupakan pejabat yang bertanggung jawab atas terlaksananya prosedur keselamatan kerja sesuai aturan yang berlaku untuk menciptakan suasana kerja yang aman, yang berfungsi:

- a) memberikan setiap informasi tentang keselamatan kerja;
- b) mengadakan hubungan dengan pihak luar terkait : pemerintah dan polisi;
- c) membantu jurusan dilingkungan fakultas teknik atau MIPA menyiapkan petunjuk keselamatan kerja masing-masing sesuai dengan kebutuhan;
- d) Menyediakan anggaran dan merekomendasikan setaip rancangan kontruksi untuk keselamatan kerja;
- e) Mengadakan pelatihan dan seminar.

3. Kepala Laboratorium dan pekerja/peneliti di laboratorium

Kepala laboratorium bersama setiap staf, peneliti, dan semua pekerja laboratorium merupakan ujung tombak operasional keselamatan kerja di laboratoriumnya. Kepala laboratorium harus mengkoordinasikan personilnya untuk melaksanakan prosedur kerja yang

aman dalam melakukan pekerjaan. Masing-masing personil yang terlibat dalam pekerjaan laboratorium harus memahami dan menginformasikan tentang segala yang mungkin dari setiap prosedur kerjanya.

D. Penanganan bahan kimia di laboratorium dan upaya pencegahan kecelakaan kerja di laboratorium

Penanganan dan upaya pencegahan dari suatu kecelakaan kerja di laboratorium secara umum adalah bagaimana memahami dan mengerti prosedur-prosedur kerja di laboratorium dan cara-cara penanganannya dan termasuk upaya preventif yang harus dilakukan. Pada dasarnya upaya preventif dapat dilakukan dengan training/pelatihan yang meliputi:

1. Latihan simulasi prosedur penyelamatan;
2. Latihan evakuasi gedung;
3. Latihan simulasi kebakaran;
4. Penyelamatan dari bahaya uap dan gas
5. Pelatihan untuk kalangan mahasiswa: pelatihan di laboratorium, pelatihan di ruang kuliah

6. Pelatihan/training untuk staf, peneliti dan asisten di laboratorium: pelatihan dasar dan pelatihan tingkat lanjut.

E. Manajemen Peralatan Dan Bahan Praktikum

Laboratorium memegang peranan penting dalam pengembangan ilmu pengetahuan, terutama keilmuan yang sifatnya “Applied Science”. Pengetahuan tentang seluk beluk laboratorium sangat penting diketahui dan dimiliki oleh setiap orang yang terlibat dalam penelitian yang berbasis laboratorium ataupun yang terlibat langsung dengan laboratorium dalam pekerjaannya. Manajemen laboratorium sangat penting dikuasai bagi setiap orang yang mengaplikasikan dan mendedikasikan ilmunya dalam penelitian yang berbasis laboratorium. Manajemen sangat relevan dengan pengaturan dalam mencapai tujuan dari fungsi dan efektivitas laboratorium.

Efektivitas dan efisiensi laboratorium akan optimal tercapai jika aspek fungsional ditunjang oleh aspek manajemen yang profesional. Dalam pengaturan manajemen, Laboratorium didasarkan atas standardisasi laboratorium ISO:9001 dan ISO 9004 tentang laboratorium

dan manajemen mutu. Standardisasi laboratorium akan mengukuhkan peran efektivitas dan fungsi laboratorium sebagai laboratorium riset dan aplikasi.

Manajemen Laboratorium menyangkut banyak sekali aspek dan sistem manajemen seperti manajemen lingkungan, manajemen peralatan, manajemen kesehatan dan keselamatan kerja. Untuk mengetahui secara jelas fungsi manajemen laboratorium, maka manajemen pada aspek pendahuluan mencakup pemahaman tentang fungsi dasar instrument dan alat laboratorium yang sangat urgen dalam mencapai tujuan efektivitas dan efisiensi laboratorium.

Manajemen sangat terkait erat dengan pengelolaan laboratorium yang pada dasarnya adalah mengatur sumber daya yang terdapat di dalam laboratorium agar dapat bekerja optimal mendukung fungsi efektivitas dan efisiensi laboratorium. Sumber daya laboratorium yaitu staf, peralatan, zat-zat kimia, jenis sampel, system pengelolaan limbah, system pengolahan data yang semuanya harus disinergikan dan diatur dengan manajemen laboratorium yang terarah, terencana dan terintegrasi.

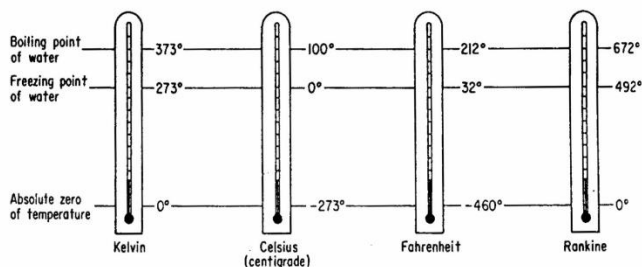
F. Aplikasi Dasar Laboratorium

1. Mengukur Suhu

a) *Termometer Cairan*

Suhu diukur dengan instrumen yang menunjukkan intensitas kalor dalam suatu benda. Kalor akan mengalir dari benda yang bersuhu lebih tinggi ke yang suhunya lebih rendah. *Termometer cairan*, biasanya diisi dengan raksa, dikalibrasi pada titik beku air dan titik didih air ketika diukur pada tekanan 1 atm.

Terdapat 4 skala kalibrasi: Fahrenheit, Celsius (bagian perseratus), SI (Kelvin), dan Rankine. Mereka dihubungkan seperti ditunjukkan pada Gambar 1. Suhu terendah yang dapat diperoleh secara teoretis disebut suhu *nol mutlak*.



Gambar 1 Hubungan antara keempat skala suhu.

b) *Pengubahan Antarskala*

Suhu dapat dengan mudah diubah dari satu skala ke yang lain:

$$\begin{aligned} ^\circ\text{C} &= (^\circ\text{F} - 32^\circ) \square 5/9 & \text{Contoh: } 212 \text{ }^\circ\text{F} &= 5/9 \square (212 - 32) = 100 \text{ }^\circ\text{C}. \\ ^\circ\text{F} &= (9/5 \square ^\circ\text{C}) + 32^\circ & \text{Contoh: } 100 \text{ }^\circ\text{C} &= (9/5 \times 100) + 32 = 212 \text{ }^\circ\text{F}. \\ \text{K} &= ^\circ\text{C} + 273 & \text{Contoh: } 20 \text{ }^\circ\text{C} &= 20 + 273 = 293 \text{ K} \\ ^\circ\text{R} &= ^\circ\text{F} + 460^\circ \end{aligned}$$

Untuk mengubah Fahrenheit ke SI (Kelvin, K), ubahlah dulu ke Celsius, sedangkan Celsius dapat diubah ke Rankine ($^\circ\text{R}$) melalui pengubahan ke Fahrenheit.

2. Kalibrasi Termometer

Kalibrasikan termometer laboratorium dengan menguji pada titik-titik standarnya.

0 $^\circ\text{C}$: Celupkan termometer dalam suatu campuran yang teraduk dengan baik dari es batu dan air suling. Termometer harus membaca 0 $^\circ\text{C}$.

100 $^\circ\text{C}$: Paskan termometer di atas permukaan gelas piala atau labu yang berisi air mendidih sedemikian rupa sehingga kolom raksa terpapar oleh uap. Termometer harus membaca 100 $^\circ\text{C}$ pada tekanan barometrik 760 mmHg (torr).

Termometer laboratorium jenis skala-panjang dikalibrasi dengan pencelupan seluruh kolom raksa dalam cairan atau uap.

a) ***Koreksi Batang Termometer***

Dengan termometer raksa-kaca, kedalaman pencelupan sangatlah penting, karena jumlah raksa di dalam batang signifikan ketika dibandingkan dengan jumlahnya di dalam bola. Karena alasan itu, termometer ditandai ‘pencelupan penuh’ atau ‘pencelupan sebagian’ dengan tanda yang jelas, untuk menunjukkan kedalaman pencelupan yang diperlukan agar pembacaan tepat. Jika termometer tidak dicelupkan ke tanda tersebut, akan terjadi galat pembacaan, dan mereka harus diperhitungkan dengan koreksi batang.

Catatan: Dalam penentuan titik-leleh atau titik-didih, *tidak* seluruh kolom raksa tercelup dalam uap atau cairan. Karena itu, harus dilakukan koreksi. Lihat Tabel 1.

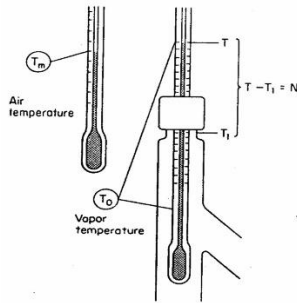
Tabel 1 Koreksi untuk benang raksa yang terpapar terhadap termometer (Celsius) yang tercelup seluruhnya*

		$(T_o - T_m)$ degrees																			
l		10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	110	120	130	140	150	160	170	180	190	200
100	degrees	0.15	0.31	0.47	0.62	0.78	0.94	1.1	1.2	1.4	1.6	1.7	1.9	2.0	2.2	2.3	2.5	2.6	2.8	3.0	3.1
110		0.17	0.34	0.51	0.69	0.86	1.0	1.2	1.4	1.5	1.7	1.9	2.0	2.2	2.4	2.6	2.7	2.9	3.1	3.3	3.4
120		0.19	0.37	0.56	0.75	0.94	1.1	1.3	1.5	1.7	1.9	2.1	2.2	2.4	2.6	2.8	3.0	3.2	3.4	3.6	3.7
130		0.20	0.41	0.61	0.81	1.0	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0	2.2	2.4	2.6	2.8	3.0	3.2	3.4	3.7	3.9	4.1
140		0.22	0.44	0.66	0.87	1.1	1.3	1.5	1.7	2.0	2.2	2.4	2.6	2.8	3.1	3.3	3.5	3.7	3.9	4.1	4.4
150		0.23	0.47	0.70	0.94	1.2	1.4	1.6	1.9	2.1	2.3	2.6	2.8	3.0	3.3	3.5	3.7	4.0	4.2	4.4	4.7
160		0.25	0.50	0.75	1.0	1.2	1.5	1.7	2.0	2.2	2.5	2.7	3.0	3.2	3.5	3.7	4.0	4.2	4.5	4.7	5.0
170		0.27	0.53	0.80	1.1	1.3	1.6	1.9	2.1	2.4	2.7	2.9	3.2	3.4	3.7	4.0	4.2	4.5	4.8	5.0	5.3
180		0.28	0.56	0.84	1.1	1.4	1.7	2.0	2.2	2.5	2.8	3.1	3.4	3.7	3.9	4.2	4.5	4.8	5.1	5.3	5.6
190		0.30	0.59	0.89	1.2	1.5	1.8	2.1	2.4	2.7	3.0	3.3	3.6	3.9	4.1	4.4	4.7	5.0	5.3	5.6	5.9
200		0.31	0.62	0.94	1.2	1.6	1.9	2.2	2.5	2.8	3.1	3.4	3.7	4.1	4.4	4.7	5.0	5.3	5.6	5.9	6.2
210		0.33	0.66	0.98	1.3	1.6	2.0	2.3	2.6	2.9	3.3	3.6	3.9	4.3	4.6	4.9	5.2	5.6	5.9	6.2	6.6
220		0.34	0.69	1.0	1.4	1.7	2.1	2.4	2.7	3.1	3.4	3.8	4.1	4.5	4.8	5.1	5.5	5.8	6.2	6.5	6.9
230		0.36	0.72	1.1	1.4	1.8	2.2	2.5	2.9	3.2	3.6	3.9	4.3	4.7	5.0	5.4	5.7	6.1	6.5	6.8	7.2
240		0.37	0.75	1.1	1.5	1.9	2.2	2.6	3.0	3.4	3.7	4.1	4.5	4.9	5.2	5.6	6.0	6.4	6.7	7.1	7.5
250		0.39	0.78	1.2	1.6	1.9	2.3	2.7	3.1	3.5	3.9	4.3	4.7	5.1	5.5	5.8	6.2	6.6	7.0	7.4	7.8

* Koreksi batang-yang-menyembul: Ketika sebuah termometer yang dikalibrasi untuk pencelupan seluruhnya digunakan dengan hanya sebagian batang yang tercelup, rumus berikut dapat digunakan untuk menghitung suhu sebenarnya: $T_c = T_o + 0,000156l(T_o - T_m)$ dengan T_c ialah suhu terkoreksi, T_o suhu yang terbaca, l panjang dalam derajat dari kolom raksa yang tidak tercelup, dan T_m ialah suhu pada titik tengah benang yang menyembul. Agar lebih mudah, tabel menunjukkan koreksi $0,000156l(T_o - T_m)$ untuk digunakan pada berbagai nilai l dan $(T_o - T_m)$.

Pada suhu 0–100 °C, galat dapat diabaikan; di sekitar 200 °C, galat mungkin sebesar 3–5 °C; dan di sekitar 300 °C, galat dapat mencapai 10 °C.

Koreksikan nilai-nilai ini dengan menggunakan rumus berikut (lihat Gambar 2):



Gambar 2 Pengukuran untuk koreksi batang termometer.
Koreksi batang (dalam derajat) = $KN(T_0 - T_m)$

dengan

N = panjang termometer yang menyembul (panjang yang tidak terpapar oleh uap cairan) dalam derajat; $T - T_1 = N$.

T_0 = suhu yang terbaca pada termometer.

T_m = suhu rerata dari kolom yang menyembul (diperoleh dengan menempatkan termometer lain berdampingan dengan titik tengah bolanya).

K = tetapan, khas untuk jenis kaca dan suhu tertentu (lihat Tabel 2).

Tabel 2 Nilai-nilai K^*

Suhu (°C)	Kaca lunak	Kaca Pyrex
0–150	0,000158	0,000165
200	0,000159	0,000167
250	0,000161	0,000170
300	0,000164	0,000174
350		0,000178
400		0,000183
450		0,000188

* Untuk termometer Fahrenheit, nilai rerata K ialah 0,00009.

Contoh:

Suhu yang terbaca pada suatu termometer ialah 250 °C. Berapa pembacaan suhu yang betul jika kolom yang menyembul dari termometer itu membaca dari 110 sampai 360 °C, dan jika termometer lain membaca suhu 50 °C?

Jawaban:

$$\text{Koreksi} = KN(T_o - T_m) = (0,000161)(360 - 110)(250 - 50) = 8,05 \text{ } ^\circ\text{C}.$$

$$\text{Suhu terkoreksi} = 250 + 8,05 = 258,05 \text{ } ^\circ\text{C}.$$

Jenis-jenis Termometer Cairan. Tersedia beraneka ragam termometer. Termometer cairan yang umum ialah yang berisi-raksa atau berisi-alkohol (lihat Gambar 3). Pada jenis yang kedua, alkohol umumnya diwarnai merah untuk memudahkan

pembacaan termometer. Pemilihan bergantung pada persyaratan tertentu mengenai skala, pembagian, kisaran, panjang batang dan desain termometer, ketelitian yang diinginkan, serta syarat pencelupan. Lihat Tabel 3 untuk sebagian daftar termometer yang muwakil.



Gambar 3 (a) Termometer untuk kegunaan-umum.
(b) Contoh termometer untuk kebutuhan khusus.

Termometer diferensial Beckmann (Gambar 4) tidak membaca suhu bahan. Ia hanya membaca selisih suhu untuk kisaran 5°C . Termometer diset dengan memanaskan ke suhu perkiraan dari bahan itu; kemudian perubahan suhu sampai $0,01^{\circ}\text{C}$ dapat diukur.



Gambar 4 Termometer diferensial Beckmann.
Tabel 3 Termometer yang muwakil*

No. ASTM	Uji	Kisaran suhu	Pembagian skala (derajat)	Pencelupan batang	Panjang (± 5 mm)
1C	Penggunaan umum	-20 s.d. +150 °C	1	76 mm	322
1F	Penggunaan umum	0 s.d. +302 °F	2	76 mm	322
2C	Penggunaan umum	-5 s.d. +300 °C	1	76 mm	390
2F	Penggunaan umum	+20 s.d. +580 °F	2	76 mm	390
3C	Penggunaan umum	-5 s.d. +400 °C	1	76 mm	413
3F	Penggunaan umum	+20 s.d. +760 °F	2	76 mm	413
5C	<i>Cloud and pour</i>	-38 s.d. +50 °C	1	108 mm	231
5F	<i>Cloud and pour</i>	-36 s.d. +120 °F	2	108 mm	231
6C	<i>Low cloud and pour</i>	-80 s.d. +20 °C	1	76 mm	232
6F	<i>Low cloud and pour</i>	-112 s.d. +70 °F	2	76 mm	232
7C	Penyulingan rendah	-2 s.d. +300 °C	1	Seluruhnya	386
7F	Penyulingan rendah	+30 s.d. +580 °F	2	Seluruhnya	386
8C	Penyulingan tinggi	-2 s.d. +400 °C	1	Seluruhnya	386
8F	Penyulingan tinggi	+30 s.d. +760 °F	2	Seluruhnya	386
9C	Pensky-Martens, <i>low range tag closed tester</i>	-5 s.d. +110 °C	0,5	57 mm	287
9F	Pensky-Martens, <i>low range tag closed tester</i>	+20 s.d. +230 °F	1	57 mm	287
10C	Pensky-Martens, <i>high range</i>	+90 s.d. +370 °C	2	57 mm	287
10F	Pensky-Martens, <i>high range</i>	+200 s.d. +700 °F	5	57 mm	287
11C	Nyala terbuka	-6 s.d. +400 °C	2	25 mm	308
11F	Nyala terbuka	+20 s.d. +760 °F	5	25 mm	308
12C	Gravitasi	-20 s.d. +102 °C	0,2	Seluruhnya	420

* Tabel ini bukanlah daftar yang utuh, tetapi diberikan untuk menunjukkan sangat beragamnya termometer yang tersedia, dengan spesifikasinya.

Menyatukan Kembali Kolom Raksa. Jangan membuang termometer karena kolom raksanya telah memisah. Pemisahan terjadi karena guncangan mekanis dan termal. Kolom raksa yang terpisah menyebabkan *galat* dalam pembacaan termometer; namun, dalam beberapa kasus, raksa tersebut dapat disatukan kembali dan termometer itu terselamatkan. Selalu periksa termometer sebelum digunakan, untuk mendeteksi pemisahan dalam kapiler, bola, dan reservoir serta untuk mendeteksi tetesan kecil yang terdispersi di atas *bore*.

Perhatian: Ingatlah bahwa termometer terbuat dari

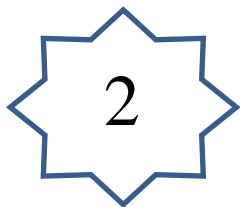
kaca; mereka, terutama bolanya yang tipis, rapuh dan mudah pecah. *Jangan dikenai guncangan mekanis yang dahsyat.*

Kolom raksa termometer dapat disatukan kembali dengan prosedur berikut. Gunakan salah satu atau semua prosedur ini atau kombinasi apapun dari mereka yang akan berhasil.

- 1) Celupkan bola termometer dalam campuran pembeku yang sesuai dari es kering dan aseton. Semua raksa akan tertarik ke dalam reservoir akibat penyusutan. Angkat dan hangatkan perlahan-lahan. Kolom akan menyatu kembali. Jika tidak berhasil, ulangi prosedur ini beberapa kali.
- 2) Ulangi prosedur 1, tetapi kali ini ketuk *dengan lembut* untuk melepaskan gelembung gas.
- 3) Tepuk termometer pada suhu kamar dengan memegang bola termometer (dengan lembut) pada tangan kanan, lalu memukulkan kepalan tangan Anda pada telapak tangan yang lain.
- 4) Balikkan termometer, ketuk perlahan-lahan sambil sebentar-sebentar memanaskan bolanya, yang mendesak raksa ke arah bawah. *Turn right side up* dan ulangi prosedur ini. Terkadang kolom raksa akan bergabung jika terdapat kapiler yang cukup besar.
- 5) Ayunkan termometer dengan cepat membentuk

lingkaran. Gaya sentrifugal dapat menyatukan kolom kembali. Jangan ‘*snap*’ lengan Anda karena termometer dapat pecah. Gaya gerak melingkar memaksa jatuh bagian sebelah atas dari kolom.

- 6) Hangatkan *perlahan-lahan* di atas nyala Bunsen dengan bola berada pada ketinggian yang cukup di atas nyala itu. Panas memuaikan raksa ke dalam ruang pemuai sebelah atas. *Jangan mengisi melebihi reservoir pemuai* karena termometer akan pecah.



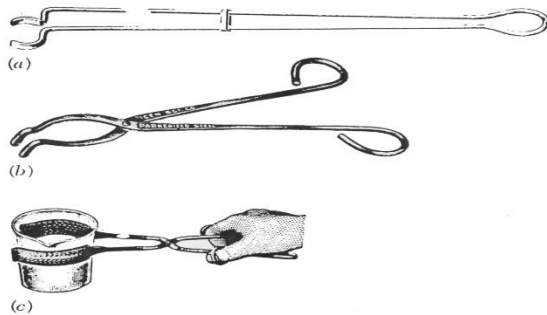
PENGENALAN ALAT LABORATORIUM DASAR

a) Panduan Umum

- 1) *Bagaimana Menangani Alat Laboratorium yang Panas*

Alat kaca yang panas dapat menyebabkan luka bakar yang parah. Luka bakar ini sering bertambah parah ketika seseorang berupaya memegang alat kaca

yang panas tanpa perlindungan yang memadai, karena benda tersebut biasanya jatuh, pecah dan karena itu, memercikkan atau menyemburkan cairan yang panas dan korosif. Gunakan sarung tangan asbes atau gegep (*tong*) yang sesuai untuk mengeluarkan semua alat kaca dari panas. Gegep krus (*crucible*) selalu digunakan untuk memindahkan krus panas ke dalam dan keluar dari tanur *muffle* (Gambar 5a); gegep utilitas digunakan untuk menangani radas dan krus yang kecil (Gambar 5b); dan gegep gelas piala digunakan untuk memegang dan membawa gelas piala (Gambar 5c).



Gambar 5 (a) Gegep krus lentur dan panjang. (b) Gegep utilitas. (c) Gegep gelas piala.

(1) *Tips dalam Memanaskan dan Mendinginkan*

- (a) Selalu awasi proses penguapan dengan

seksama. Bejana yang dipanaskan setelah penguapan berlangsung seluruhnya dapat retak atau meledak.

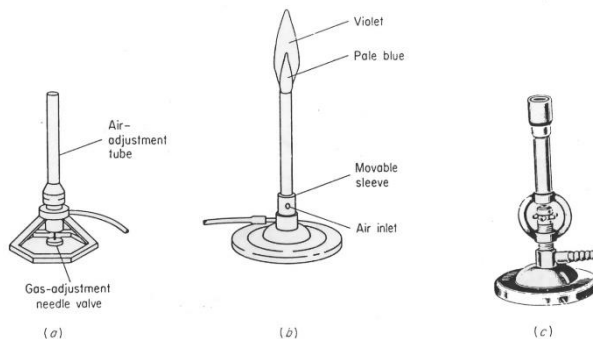
- (b) Jangan meletakkan alat kaca yang panas pada permukaan yang dingin atau basah; alat tersebut dapat pecah karena perubahan suhu seketika. Berhati-hatilah selalu.
- (c) Jangan memanaskan alat kaca yang banyak goresannya karena mungkin saja pecah.
- (d) Dinginkan alat kaca perlahan-lahan agar tidak pecah. Namun, ada alat kaca tertentu, misalnya Vycor, yang dapat dipindahkan dari panas merah ke air es tanpa pecah.
- (e) Luka bakar disebabkan oleh panas dan juga oleh radiasi ultraviolet atau inframerah. Batasi waktu pemaparan Anda ketika bekerja dengan sinar ekstravisual.
- (f) Ketika bekerja dengan bahan atsiri, selalu ingat bahwa pemuaiian dan terkurungnya pemuaiian menyebabkan peningkatan tekanan dengan kemungkinan ledakan. Bahaya itu selalu ada dalam sistem tertutup, sekalipun tidak

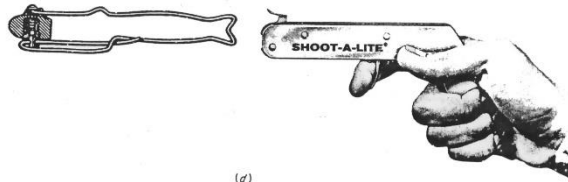
diberikan panas dari luar.

2) Pembakar Gas

Pembakar di laboratorium ialah peralatan yang digunakan lebih sering daripada alat yang lain. Pelajari bagian-bagiannya (Gambar 6) dan ingat aturan-aturan sederhana untuk penggunaannya:

- Buka lebar keran gas pada pipa *inlet* gas.
- Buka sekrup pengatur gas pada pembakar sejauh yang bisa diputar.
- Tutup lubang udara dengan selongsong (*sleeve*) yang dapat digerakkan.
- Nyalakan pembakar dengan korek api atau *striker* (Gambar 6d).

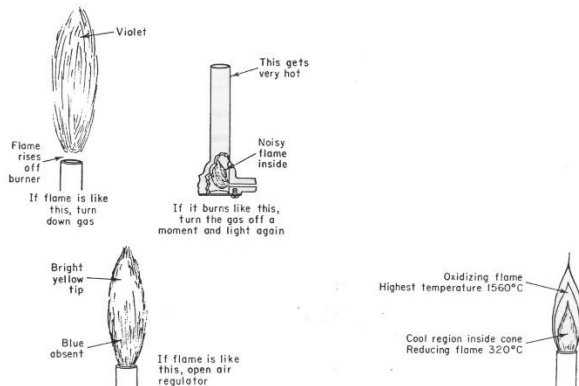




(d)

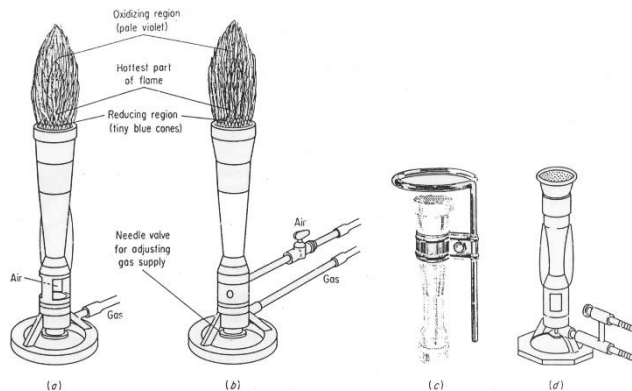
Gambar 6 (a) Pembakar Tirrill. (b) Pembakar Bunsen. (c) Pembakar Fletcher. (d) *Striker* nyala api yang bekerja-positif. Pergerakan cepat *flint* akan menyulut pembakar gas jenis apapun dan mencegah terbakarnya jari.

- e) Atur sekrup dan selongsong untuk menghasilkan nyala api non-luminous dengan kerucut biru sebelah dalam yang runcing (Gambar 7).



Gambar 7 Mengatur nyala api. Ada berbagai macam pembakar yang digunakan

di laboratorium. Bunsen, Tirrill, dan Fletcher (Gambar 6) merupakan yang paling umum. Ketika diperlukan nyala api yang sangat panas, pembakar Fisher (Gambar 8a) sangat berguna; nyala api yang lebih panas lagi dapat diperoleh dengan pembakar tiup (*blast burner*; Gambar 8b dan d). Penyangga halo (Gambar 8c) digunakan untuk pemanasan yang terarah dengan pembakar Fisher yang manapun.



Gambar 8 Pembakar yang menghasilkan nyala api yang sangat panas: (a) Pembakar Fisher. (b) Pembakar tiup Fisher. (c) Penyangga halo. (d) Pembakar tiup Meker.

Untuk membantu Anda memilih pembakar yang tepat, Anda harus mengetahui jenis gas di

laboratorium Anda; gas buatan, campuran, alam, atau tabung. Kemudian Tabel 4 akan memberi tahu Anda secara sekilas kisaran Btu dari setiap pembakar. Untuk pembakaran yang efisien gas di atas 800 Btu, gunakan pembakar yang dilengkapi dengan tutup penstabil atau dengan tutup penguat-panas khusus.

Tabel 4 Memilih pembakar yang tepat

Type of burner	Designed for gas of Btu rating												
	Artificial gas			Mixed gas			Natural gas			Cylinder gas			
	500	600	700	800	900	1000	1100	1200	1600	2000	2400	2800	3200
Bunsen	██████████			██████████			██████████			██████████			
Fletcher				██████████			██████████						
Tirrill							██████████					██████████	
Micro	██████████			██████████			██████████					██████████	
Meker		██████████			██████████			██████████			██████████		

Sumber: Corning Glass Works.

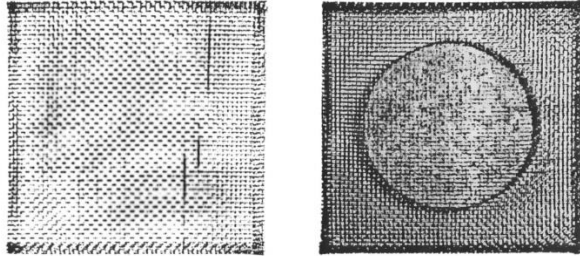
3) Pemanasan dengan Pembakar Gas dengan Nyala Api-Terbuka

- (a) Atur pembakar agar diperoleh nyala api kecil. Pembakar akan memanaskan perlahan-lahan, tetapi yang lebih penting, ia akan memanaskan

secara merata dan seragam. Panas yang seragam dapat menjadi faktor penting dalam beberapa reaksi kimia.

(b) Atur kedudukan cincin (*ring stand*) atau jepitan (*clamp*) yang menahan alat kaca, sedemikian rupa sehingga api mengenai kaca di bawah permukaan cairan. Memanaskan di atas permukaan cairan sama sekali tidak membantu meratakan pemanasan larutan. Bahkan tindakan ini dapat menyebabkan guncangan termal dan memecahkan alat kaca.

(c) Selalu gunakan kasa kawat (Gambar 9) ketika memanaskan alat kaca laboratorium dengan pembakar-gas Bunsen, Fisher, Meker, atau yang lainnya. Kasa mendistribusikan panas sehingga pemanasan seragam, dan menyebarkan nyala api untuk mencegah pemanasan alat kaca hanya pada 1 titik.



Gambar 9 Kasa kawat yang polos dan yang dengan asbes di bagian tengahnya.

(d) Jangan memanaskan cairan terlalu cepat. Pemanasan yang cepat dapat menyebabkan luapan, percikan, dan luka, selain hilangnya larutan.

Perhatian: Waspadalah akan suhu tinggi yang dapat dicapai ketika bekerja dengan peranti listrik dan pembakaran (lihat Tabel 5).

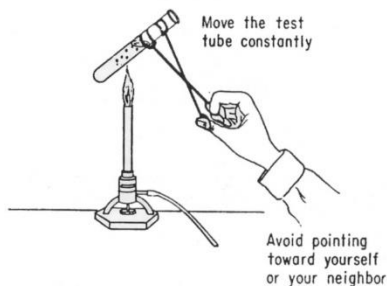
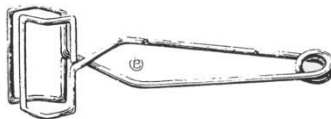
Tabel 5 Beberapa peranti suhu-tinggi yang tersedia di laboratorium

Peranti yang digunakan	Perkiraan suhu yang diperoleh (°C)
Peranti listrik:	
Pemanas resistans kawat Nichrome	1150
Batang resistans silikon karbida	1425
Induksi frekuensi-tinggi	1650
Busur listrik DC (elektrode karbon)	3000
Peranti pembakaran:	
Lampu alkohol	1350
Pembakar Bunsen (gas alam)	1225
Pembakar Meker (gas alam)	1300
Lampu tiup (gas alam dan udara termampatkan)	1400
Obor	1600
Gas alam + O ₂	2300
Asetilena + udara termampatkan	3100
Asetilena + O ₂	2600
Hidrogen + O ₂	4000
Hidrogen atomik (Langmuir)	

4) Pemanasan Cairan yang Tidak Mudah Terbakar

(a) Dalam Tabung Reaksi

- (1) Isikan tabung reaksi tidak lebih dari setengah penuh.
- (2) Pegang tabung reaksi dengan jepitan tabung reaksi (Gambar 10).
- (3) Arahkan mulut tabung reaksi *jauh* dari Anda dan dari siapapun di dekat Anda.
- (4) Tempatkan tabung reaksi dalam nyala api, dan *gerakkan secara konstan*. Jika tabung tidak terus digerakkan, cairan akan menjadi sangat panas, dan akan terbentuk uap yang dapat menyemburkan cairan dengan hebat (Gambar 11).



Gambar 10 Jepitan tabung reaksi.

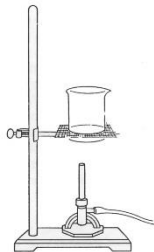
Gambar 11 Memanaskan cairan dalam tabung

reaksi. Goyangkan terus-menerus tabung reaksi menyamping untuk mencegah meletupnya cairan.

(b) Dalam Gelas Piala atau Labu

Metode 1:

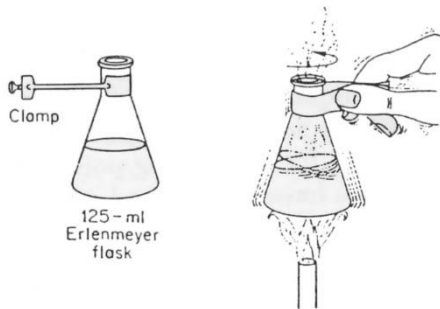
- (1) Tempatkan gelas piala di atas kasa kawat yang bagian tengahnya asbes yang diletakkan di atas kaki tiga (*tripod*) atau dudukan cincin (Gambar 12).
- (2) Panaskan dengan pembakar-gas.



Gambar 12 Rangkaian untuk memanaskan larutan.

Metode 2:

Genggam leher labu seperti pada Gambar 13 dan panaskan.



Gambar 13 Memanaskan labu kecil.

5) *Mendidihkan*

Ketika suatu cairan mendidih, suhu harus sedikit di atas titik didihnya sebelum pembentukan gelembung mulai terjadi. Ketika gelembung terbentuk, mereka dapat hilang kembali (karena terlalu kecil) atau terus mengembang (karena cukup besar) dan muncul ke permukaan. Saat sejumlah cairan dipanaskan, suhunya dapat naik jauh melebihi titik didihnya tanpa terbentuk gelembung sama sekali. Hal ini disebut lewat-panas (*superheating*). Jika gelembung mulai terbentuk pada keadaan lewat-panas ini, ia dapat mengembang dalam sekejap dengan gaya ledakan yang dahsyat, yang dapat menggetarkan wadah alat kaca sedemikian hebatnya

sehingga pecah dan hancur.

(a) *Penggunaan Batu Didih dan Keping Didih*

Untuk mencegah pemanasan berlebihan pada cairan, dapat digunakan batu didih atau keping didih, yang berperan sebagai gelembung buatan. Tidak banyak batu didih yang diperlukan, tetapi harus cukup jumlahnya agar selalu terdapat beberapa batu didih di dasar, sekalipun ada yang terangkat.

Batu didih pada dasarnya ialah 99,6% silika murni, yang dilebur dan diikat membentuk batu yang memiliki sangat banyak ujung tajam untuk pelepasan gelembung uap. Mereka lembam secara kimia, dan ketika digunakan, mereka menghentikan letupan, mengurangi bahaya pecah, dan mempercepat penyulingan. Mereka memungkinkan pemisahan yang lebih tajam fraksi-fraksi dalam penyulingan, dan terutama efisien untuk pelumatan Kjeldahl. *Keping didih* merupakan kepingan mikropori yang lembam secara kimia, terbuat dari karbon

atau bahan lain, yang digunakan untuk tujuan yang sama seperti batu didih. Pecahan tabung kaca yang bersih dapat digunakan sebagai keping didih.

Perhatian: Jangan menambahkan batu didih atau keping didih ke dalam cairan panas. Sejumlah besar uap akan terbentuk dengan segera, menyebabkan *pembentukan buih*, *pemercikan*, dan *pelontaran* cairan yang dipanaskan dari labu itu. *Selalu dinginkan larutan Anda* sebelum menambahkan batu didih.

6) Memanaskan Cairan Organik

Pada praktiknya, semua cairan organik mudah terbakar. Semakin rendah titik didihnya, semakin mudah terbakar. Jika identitas cairan diketahui, periksa titik didihnya pada buku pegangan rujukan. Asumsikan *semua cairan organik mudah terbakar* sampai Anda mendapati sebaliknya.

Pilihlah sistem pemanasan bergantung pada (1) kemudahan cairan untuk terbakar, (2) bejana yang digunakan, dan (3) ada-tidaknya bahaya api dalam wilayah kerja.

Perhatian: Uap cairan yang mudah terbakar harus dijauhkan dari nyala api terbuka. Jangan memanaskannya dalam gelas piala atau labu terbuka dengan pembakar gas. Uap yang lebih berat daripada air akan bergerak turun dan mengenai api.

(a) Metode 1

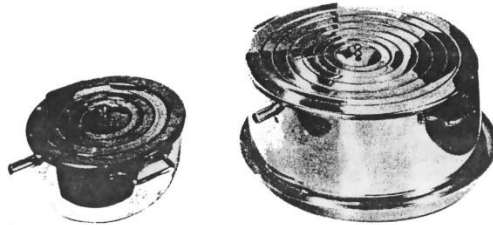
- (1) Panaskan penangas pasir atau minyak mineral yang sangat tinggi titik didihnya, dengan pembakar gas.
- (2) Matikan pembakar gas.
- (3) Benamkan gelas piala atau labu dalam penangas yang telah dipanaskan tersebut untuk memanaskan bahan.

(b) Metode 2

Jika suhu sampai 100 °C sudah memadai, gunakan penangas uap air (Gambar 14).

1. Tempatkan labu dalam penangas uap setelah melepaskan sejumlah cincin penyangga yang diperlukan untuk memberikan permukaan pemanas yang maksimum.
2. Alirkan uap air ke dalam inlet *atas*.
3. Hubungkan *outlet* bawah dengan saluran air

untuk mengeluarkan embunnya.



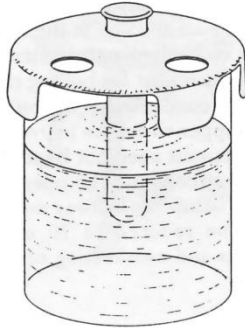
Gambar 14 Penangas air yang dipanaskan dengan uap atau dengan listrik digunakan untuk memanaskan larutan yang memerlukan suhu tidak melebihi $100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Catatan: Air mengembun dalam lintasan uap ketika penangas tidak digunakan. Keluarkan air itu terlebih dulu sebelum menghubungkan lintasan uap dengan penangas. Begitu penangas dipanaskan, aliran uap yang lambat akan menjaga suhu cairan di dalam wadah. Hindari aliran uap yang terlalu banyak; pengembunan dapat berlangsung di tempat lain di laboratorium dan menimbulkan masalah.

(c) *Metode 3*

Tabung reaksi yang berisi cairan-mudah-terbakar dapat dipanaskan dalam penangas air-panas. Penangas ini (Gambar 15) dapat dibuat dengan mudah dari aluminium lunak. Ia dapat dibentuk

dengan tangan, dan lubang-lubangnya dapat dipotong dengan bor sirkular atau pisau.

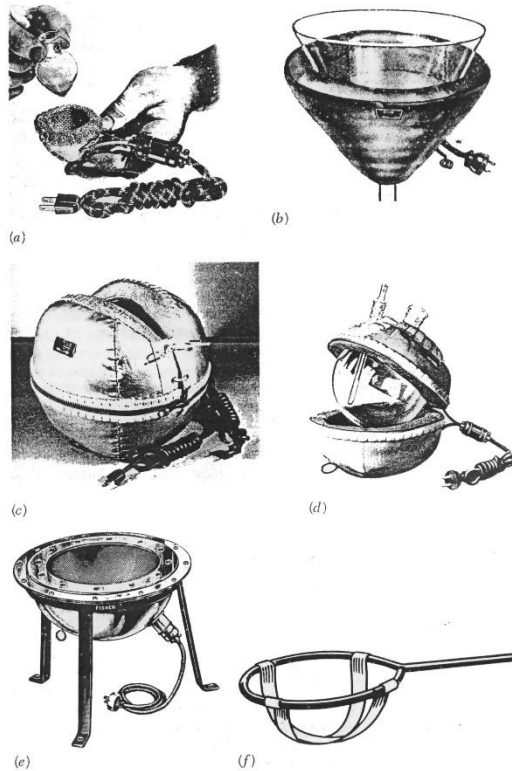


Gambar 15 Penangas air-panas tabung-reaksi.

7) *Peranti Pemanasan Tanpa-Api*

Selain penangas pasir dan penangas uap yang disebutkan di atas, terdapat metode lain untuk memanaskan cairan yang mudah terbakar.

Mantel pemanas (Gambar 16) memberikan transfer kalor yang aman dan sangat baik untuk memanaskan sebagian besar wadah, dan tersedia dalam berbagai bentuk dan ukuran. Panas diatur dengan trafo variabel.



Gambar 16 Mantel pemanas. (a) Mantel labu tersedia dalam berbagai ukuran dan bentuk. (b) Jenis corong. (c–f) Mantel asbes dengan berbagai desain, ukuran, dan penyangga.

(a) Mantel Pemanas

Mantel terdiri atas sebuah pemanas resistans-listrik terisolasi yang sederhana dan hanya memerlukan catu daya (*power supply*) listrik. Namun, penggunaan

trafo variabel atau pengendali otomatis dianjurkan untuk mencegah pemanasan berlebih dan untuk menghasilkan pengaturan suhu yang akurat. Dalam beberapa hal, mungkin sangat diperlukan penggunaan trafo variabel dan peranti otomatis bersama-sama untuk pengaturan yang sangat akurat. Instruksi untuk sambungan dan pengoperasian susunan ini tersedia.

Untuk keamanan, steker 3-gigi dari kabel pada mantel harus selalu dimasukkan ke dalam *ground outlet* untuk membumikan secara listrik peralatan itu. Karena bagian luar dari beberapa mantel merupakan isolator, mantel-mantel ini dilengkapi dengan kabel dua kawat.

Dengan perawatan dan kerja yang baik, mantel pemanas akan memberikan layanan yang lama dan efisien. Tumpahan bahan kimia, pemanasan berlebih, dan penyalahgunaan yang umum akan sangat memperpendek umur mantel. Pemeliharaan mantel secara terjadwal tidak diperlukan. Tentu saja, setiap kerusakan yang terjadi pada mantel harus segera diperbaiki. Mantel sedapat mungkin harus dilindungi dari tumpahan bahan kimia dan atmosfer korosif.

Satu-satunya batasan dalam penggunaan mantel ialah batas atas suhu 450 °C untuk kain kaca pada sebagian mantel dan 650 °C untuk sebagian lainnya. Sebagian besar mantel dilengkapi dengan termokopel Constantan-besi untuk mengukur suhu kain. Pada kondisi normal, 650 °C tidak boleh dilampaui.

Dalam mantel bulat dengan kapasitas 12 L atau lebih, terdapat tiga sirkuit pemanas - dua pada belahan bagian bawah dan satu pada belahan bagian atas. Masukan kalor dalam setiap sirkuit harus diatur dengan trafo variabel yang cocok. Dua sirkuit di sebelah bawah menyediakan kalor untuk mendidihkan muatan cairan, sedangkan sirkuit sebelah atas mencegah pengembunan uap. Akan jarang diperlukan pengoperasian sirkuit sebelah atas pada lebih dari 60 atau 70 V. Untuk cairan yang mudah mendidih, sirkuit sebelah atas tidak perlu digunakan. Ketika labu penuh dengan cairan, kedua sirkuit bawah dapat dioperasikan pada tegangan yang ditentukan. Jika permukaan cairan berada di bawah tanda setengah-jalan (dibuat-sendiri) pada labu, tegangan pada sirkuit No. 2 harus diturunkan ke 70 atau kurang. Hal ini akan mencegah

pemanasan berlebih uap dan pemanasan berlebih kain kaca dalam sirkuit No. 2.

Prosedur:

- (1) Pilih mantel yang tepat yang pas betul dengan wadah.
- (2) Hubungkan alat ukur penunjuk-suhu dengan trafo.
- (3) Atur trafo sesuai yang diperlukan untuk menjaga suhu yang tepat dari labu cairan-reaksi.

Peringatan Dini dalam Menggunakan Mantel

Pemanas:

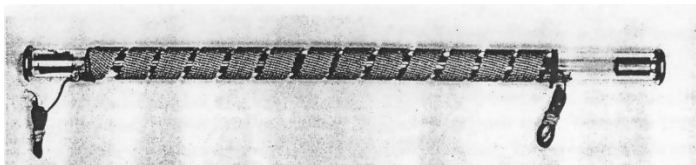
- (1) Jangan biarkan permukaan cairan dalam labu berada di bawah permukaan mantel. Kaca antara permukaan cairan dan permukaan mantel akan menjadi jauh lebih panas daripada bagian lainnya dari labu itu. Bahan yang memercik pada kaca ekstra-panas tersebut akan menjadi terlalu panas dan mungkin terurai atau jika tidak, menimbulkan masalah.
- (2) Selalu biarkan mantel mencapai panas kesetimbangannya. Mantel memanaskan secara perlahan. Jangan meningkatkan panas mantel terlalu cepat; Anda mungkin memberikan terlalu banyak

panas.

- (3) Selalu keluarkan labu yang dipanaskan dengan mantel di atas permukaan meja. Anda mungkin perlu menghentikan pemanasan segera, dan sekadar mematikan listrik tidak begitu saja menghentikan pemanasan labu oleh mantel. Mantel memiliki kapasitas kalor yang tinggi. Ketika labu dikeluarkan, mantel dapat dipindahkan dengan cepat, untuk menghilangkan sumber kalor.

(b) Pita Pemanas

Pita pemanas lentur (Gambar 17) dibuat dari kawat resistans terisolasi yang *finely stranded* yang dihubungkan dengan *electrical leads*. Mereka dibuat untuk 110 atau 220 V, dan mungkin diisolasi dengan kaca, karet, silikon, atau polimer lainnya. Pengaturan suhu wajib dilakukan, dan dapat dilakukan dengan trafo variabel atau pengatur termostatik otomatis.



Gambar 17 Pita pemanas.

(c) Penangas Minyak yang Dipanaskan dengan Listrik

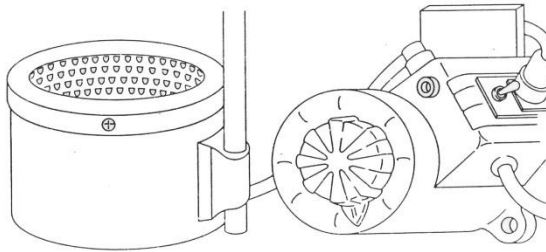
Penangas minyak yang dipanaskan dengan listrik menggunakan minyak mineral biasa yang aman digunakan sampai 200 °C. Cairan manapun yang terdaftar pada Tabel 6 dapat mengganti-kan minyak mineral, dengan keuntungan dan kekurangan masing-masing.

Tabel 6 Zat-zat yang dapat digunakan untuk penangas pemanasan

Medium	Titik leleh (°C)	Titik didih (°C)	Kisaran suhu penggunaan (°C)	Titik nyala (°C)	Komentar
Air	0	100	0–100	Tak ada	Ideal
Minyak silikon	–5	287	30–250	300	Agak kental pada suhu rendah
Trietilena	18	290	–20 s.d. 260	160	Nonkorosif
glikol	50	–	60–300	199	Larut dalam air, tidak beracun
Gliserin	–	340	150–320	–	Mudah terbakar
Parafin					Umum digunakan
Dibutil ftalat					

Penangas ini diatur dengan sebuah trafo tegangan-variabel (Gambar 18), dan elemen pemanas-nya ialah sebuah kumparan imersi, yang meminimalkan bahaya api. Karena diperlukan waktu yang cukup panjang agar penangas minyak mencapai suhu yang diinginkan,

disarankan untuk memanaskan terlebih dulu unit itu secara parsial sebelum betul-betul diperlukan. Penangas juga mengurangi kemungkinan gosong, yang dapat terjadi ketika bejana reaksi dipanaskan dengan menggunakan api.



Gambar 18 Penangas minyak dengan sebuah trafo variabel.

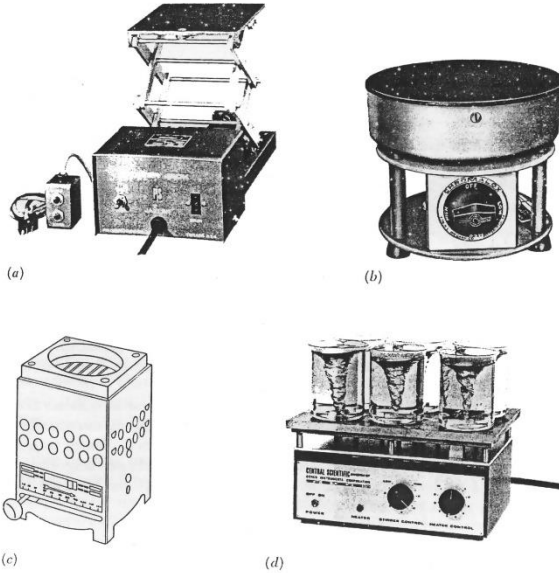
Perhatian: Minyak mineral dapat ‘menyala’ dan terbakar menjadi nyala api di atas 200 °C, dan apinya tidak mudah dipadamkan. Minyak mineral pada akhirnya teroksidasi dan menghitam, dan air harus dijauhkan darinya. Air dalam minyak panas dapat menyebabkan percikan, dan luka bakar akibat minyak panas menyakitkan dan berbahaya. Penangas ini mungkin sangat berat, dan sebuah *jack* (Gambar 19a) dapat digunakan untuk mengatur tinggi penangas.

(d) Lempeng Pemanas (Hot Plate)

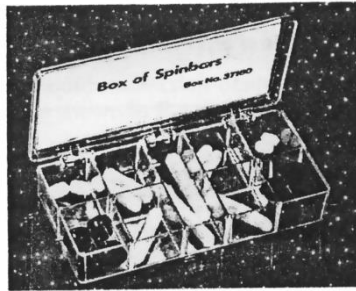
Terdapat beragam lempeng pemanas, masing-masing dirancang untuk pekerjaan khusus atau sebagai

peranti pemanas umum (Gambar 19b–d). Semua alat dengan elemen pemanas yang terpapar tidak boleh digunakan untuk memanaskan pelarut organik yang mudah terbakar, dan perhatian harus selalu diberikan ketika memanaskan pelarut-pelarut itu dengan lempeng pemanas yang memiliki elemen tertutup. Beberapa lempeng pemanas memiliki alat pengatur untuk mengubah kalor dengan kenaikan yang kecil, sedangkan yang lainnya hanya mengatur dari panas rendah ke pertengahan ke tinggi.

Beberapa lempeng pemanas memiliki pengaduk magnetik terpasang yang kecepatan putarannya dapat diatur. Magnet yang berputar di bawah wadah kaca memutar pengaduk magnetik berlapis-plastik (untuk mencegah pencemaran) yang ada di dalamnya (Gambar 20). Perputaran magnet batang sebelah dalam mencampur larutan, sehingga pemanasan dan pencampuran dapat dilakukan bersamaan. Magnet yang berputar juga menciptakan turbulensi dalam cairan, yang memecah gelembung besar dalam larutan yang mendidih, dan menghambat peletupan.



Gambar 19 (a) Sebuah *jack* bertenaga listrik dengan *remote control* untuk penggunaan dalam daerah berbahaya. Alat ini mengangkat sampai 100 lb setinggi 9 in. (b) Lempeng pemanas *heavy-duty* dengan suhu yang dapat diatur untuk memanaskan zat-zat yang tidak mudah terbakar. (c) Lempeng pemanas kumparan-terbuka dengan suhu yang dapat diatur untuk memanaskan zat-zat yang tidak mudah terbakar. (d) Lempeng pemanas dengan beberapa permukaan, pengaduk magnetik, serta laju pemanasan dan pengadukan yang dapat diatur, untuk penggunaan dengan batang pengaduk magnetik.



Gambar 20 Batang pengaduk magnetik berlapis-Teflon.

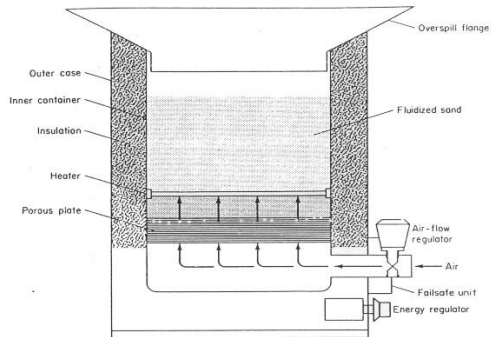
Peringatan Dini dalam Menggunakan Hot Plate:

1. Seluruh permukaan atas memanaskan dan tetap panas selama beberapa waktu setelah lempeng pemanas dimatikan. (*Ingatlah hal ini!*)
2. Pastikan bahwa kabel, steker, dan penghubung listrik dalam kondisi yang baik. Jangan menggunakan lempeng pemanas dengan kabel atau komponen listrik yang cacat. Anda dapat tersengat listrik; kebakaran juga dapat terjadi akibat hubungan arus pendek.

(e) Penangas Alir (*fluidized bath*)

Pada jenis penangas ini, terdapat sebuah unggun alir (*fluidized bed*) yang tersusun dari sangat banyak

partikel padat yang terkemas longgar. Melalui unggun ini, suatu aliran gas, biasanya udara, dibuat mengalir secara vertikal ke atas (Gambar 21). Ketika terjadi pengaliran, setiap partikel bersirkulasi dengan bebas sehingga unggun terlihat memiliki sifat-sifat cairan. Ia memperlihatkan daya apung dan viskositas, dan menjadi medium transfer-kalor yang luar biasa. Suhu unggun alir dapat diatur dengan akurat pada kisaran yang lebar. Partikel aluminium oksida tidak memiliki titik leleh atau titik didih dan merupakan penangas suhu konstan yang ideal.



Gambar 21 Skema penangas alir.

Prosedur

1. Alirkan udara dan atur lajunya sampai unggun teralirkan.
2. Masukkan alat laboratorium ke dalam medium

yang dialirkan itu sebagaimana diinginkan.

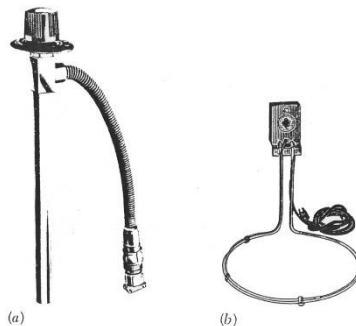
3. Atur pengatur pemanas sesuai keinginan.

Penangas sekarang dapat dioperasikan.

(f) Pemanas Imersi

Berbagai jenis pemanas imersi digunakan di laboratorium. Pemanas imersi yang umum untuk penggunaan di laboratorium (Gambar 22a) bekerja pada 110 sampai 220 V, dari kapasitas 100 sampai 2000 W, dan biasanya dijalankan oleh suatu termostat imersi. Jenis ini hanya pemanas.

Suatu pemanas imersi cair dengan pengaturan suhu variabel seperti yang ditunjukkan pada Gambar 22b digunakan untuk penangas pemanasan suhu-konstan.



Gambar 22 Pemanas imersi.

8) Peralatan Lain yang Digunakan untuk Pemanasan dan Pengeringan

(a) Tanur Muffle

Tanur *muffle* (Gambar 23) merupakan tanur yang dipanaskan dengan listrik, yang dirancang untuk bekerja secara terus-menerus pada suhu sampai 1200 °C (2200 °F). Suhu, yang diatur dengan memutar kenop pengatur, dibaca dari sebuah pirometer penunjuk yang biasanya dikalibrasi pada kedua skala suhu. Tanur ini digunakan untuk melelehkan logam dalam jumlah sedikit, untuk perlakuan dengan panas, dan untuk analisis kimiawi.



Gambar 23 Tanur *muffle* dengan *dial* penunjuk-

suhu, pengatur suhu reostat yang dapat diatur, dan penutup pintu otomatis.

(b) *Peniup Udara-Panas*

Peniup udara-panas (Gambar 24) menghasilkan panas tanpa nyala api; suhunya bergantung pada rancangan dan daya peniup itu. Instrumen ini berguna untuk mengeringkan alat laboratorium yang basah, mengeringkan contoh, memanaskan tabung plastik yang akan dibentuk, dan untuk bermacam-macam pekerjaan yang lain. Suhu kerja tercapai dalam seketika, dan beberapa me-miliki pengatur pipa penyemprot yang mengarahkan dan menyebarkan udara yang dipanaskan.



Gambar 24 Peniup udara-panas.

(c) *Lampu Inframerah dan Oven*

Lampu inframerah (250 W) (Gambar 25) dapat menghasilkan seberkas panas yang terarah dengan radiasi dalam daerah inframerah-dekat. Mereka digunakan untuk mengeringkan contoh, memberikan panas yang dapat diatur (dengan mengubah-ubah jarak), dan dapat digunakan dalam sebuahudukan lampu portabel leher-angsa.



Gambar 25 Lampu inframerah.

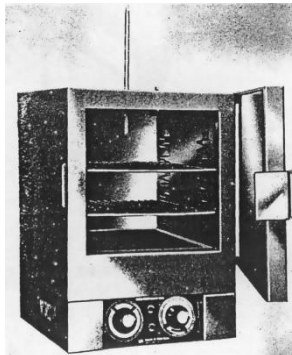
Oven inframerah menggunakan lampu inframerah 125-, 275-, dan 350-W untuk mengeringkan contoh dan menguapkan cairan. Rak dapat diatur untuk mengakomodasi wadah dengan berbagai ukuran dan untuk mengubah-ubah jarak wadah dari lampu.

(d) Oven yang Dipanaskan dengan Listrik

Oven digunakan pada semua laboratorium

ilmiah dan pada prosedur produksi yang melibatkan pengeringan, pemanggangan, pemanasan awal, pemeraman, dan pengasapan serta untuk semua pengujian yang melibatkan penggunaan panas yang terkendali untuk periode waktu tertentu. Terdapat dua tipe umum: konveksi gravitasi dan konveksi mekanis.

Oven Konveksi-Gravitasi. Oven ini pada dasarnya tersusun dari sebuah wadah terisolasi dengan elemen pemanas terletak di bagian bawah (Gambar 26). Udara yang dipanaskan naik melalui konveksi gravitasi.



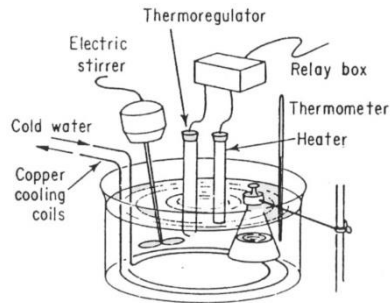
Gambar 26 Oven yang dipanaskan dengan listrik untuk mengeringkan contoh, memanggang, dan mensterilkan. Suhunya diatur secara otomatis

dengan kisaran kira-kira 2 °C, dan alat terhubung dengan sebuah sakelar nyala-mati dan lampu pilot.

Oven Konveksi-Mekanis. Oven ini memiliki sebuah sistem peniup mekanis, yang membuat unit itu lebih menguntungkan daripada jenis gravitasi. Udara bersirkulasi lebih cepat; suhu dapat jauh lebih seragam di seluruh unit; dan terdapat toleransi pengaturan yang lebih baik dengan simpangan suhu yang lebih kecil. Oven konveksi-mekanis dapat melakukan semua fungsi sederhana dari unit konveksi-gravitasi; namun, mereka lebih mahal pada awalnya, memerlukan lebih banyak ruang, dan memerlukan pemeliharaan lebih karena strukturnya yang lebih rumit.

9) Penangas Suhu Konstan

Penelitian yang memerlukan terjaganya suhu konstan untuk suatu prosedur menggunakan penangas suhu-konstan (Gambar 27).

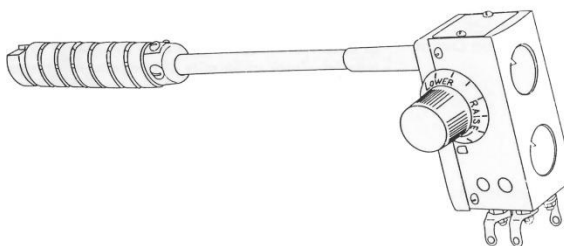


Gambar 27 Penangas suhu-konstan.

10) Radas dan Kegunaan

- (a) Sebuah wadah kaca atau logam yang cukup besar merupakan penangasnya.
- (b) Tabung tembaga, yang melaluinya air dingin bersirkulasi sesuai kebutuhan, ialah komponen pendinginnya.
- (c) Pengaduk listrik atau pompa sirkulasi menyamakan distribusi kalor.
- (d) Sebuah termoregulator memungkinkan pengaturan suhu sampai sekitar $0,02\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Gambar 28).
- (e) Pemanas listrik, yang diaktifkan oleh termoregulator tersebut, memanaskan larutan sesuai kebutuhan.

- (f) Sebuah termometer membaca suhu.
- (g) Kisaran suhu ialah -15 sampai $70\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- (h) Minyak menggantikan air untuk suhu 100 – $250\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Gambar 28 Termoregulator jenis-kontak-listrik dengan rancangan kontak terbuka atau tahan-ledakan. Pencelupan dalam cairan membuka dan menutup kontak seiring berubahnya suhu. Pengaturan reostat memungkinkan *setting* suhu diubah-ubah.

11) Penangas Pendinginan

(a) Campuran Es-Garam

Ketika diperlukan suhu rendah dalam suatu prosedur untuk mengumpulkan gas, melakukan suatu reaksi, atau mengembunkan gas distilat yang atsiri, campuran es-garam yang

disenaraikan dalam Tabel 7 dapat digunakan untuk mencapai suhu yang diinginkan. Faktor-faktor penentu dalam mencapai suhu akhir yang ditetapkan meliputi

1. Laju pencampuran.
2. Pemindahan kalor dari wadah.
3. Kehalusan es batu.

Tabel 7 Campuran untuk penangas pendinginan

Zat	Suhu awal (°C)	g/100 g H ₂ O	Suhu akhir (°C)
KCl	0 (es)	30	-10
NaCl	0 (es)	33	-21
MgCl ₂	0 (es)	85	-34
CaCl ₂ ·6H ₂ O	0 (es)	143	-55

(b) Es

Penangas es pada dasarnya penangas air-es. Potongan besar es buruk sentuhannya terhadap dinding bejana; karena itu, diperlukan air cair untuk membuat medium pendinginan efisien.

Labu termos atau wadah berisolasi-busa meminimalkan perpindahan kalor agar efisiensi penangas pendinginan maksimum.

(1) *Es Kering*

Es kering (karbon dioksida padat) memberikan suatu cara yang mudah untuk mencapai suhu sangat rendah. Es kering dihancurkan dan dicampur dengan etanol, aseton, atau xilena. Ketika dicampur dengan etanol atau aseton, suhu yang dihasilkannya dapat mencapai $-72\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Perhatian: Es kering berbahaya. Tangani dengan hati-hati! Jangan dipegang dengan tangan atau jari telanjang. Ia akan menyebabkan “luka bakar” dingin yang parah.

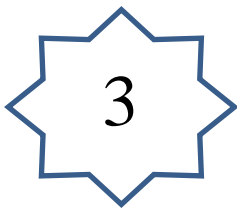
(c) *Nitrogen Cair*

Nitrogen cair, pada suhu $-195,8\text{ }^{\circ}\text{C}$, dapat digunakan jika prosedur memerlukan suhu serendah itu. Namun, suhu yang dapat dicapai dengan es kering biasanya telah memenuhi kebutuhan laboratorium.

(d) *Refrigerated Coolers*

Unit yang mengandung komponen refrigerasi dapat memberikan suhu sangat rendah sesuai kebutuhan tanpa menggunakan es kering.

Rancangan unit tersebut menentukan kisaran suhunya; setiap unit memiliki kapasitas pendinginan tertentu. Kumparan dapat dicelupkan dalam cairan yang dipilih dengan benar; seperti etilena glikol atau minyak silikon, untuk memberikan suhu pendinginan yang dikehendaki pada peralatan laboratorium dengan bantuan pompa sirkulasi.



TEKNIK PENYARINGAN DI LABORATORIUM

1. Pendahuluan

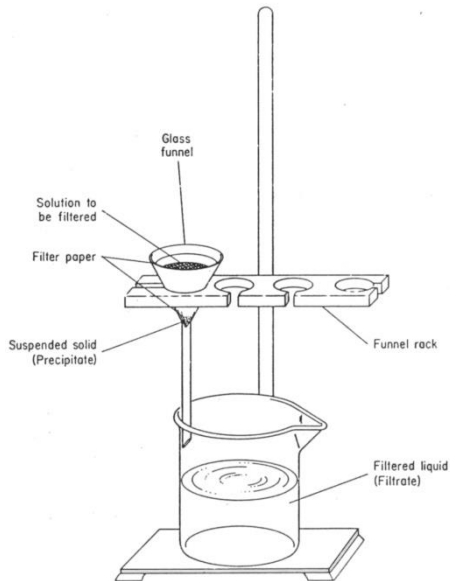
Penyaringan ialah proses pemisahan bahan yang sering dilakukan di laboratorium; sering tetapi tidak selalu padatan, dari suatu substrat (cairan atau gas) yang di dalamnya ia tersuspensi. Proses ini bersifat fisis; reaksi kimia apapun adalah tidak disengaja dan biasanya tidak diinginkan. Penyaringan dilakukan dengan melewati campuran yang akan diproses melalui *media penyaringan*, yang dapat berupa penyaring permukaan dan penyaring kedalaman.

Dengan penyaring permukaan, penyaringan pada pokoknya merupakan proses pengeluaran (eksklusi): partikel yang lebih besar daripada dimensi pori atau mesh penyaring tertahan pada permukaan penyaring; semua bahan lainnya lewat. Contohnya ialah kertas saring, membran, ayakan mesh, dan yang sejenis. Penyaring ini sering digunakan ketika padatan akan dikumpulkan dan filtrat akan dibuang. Penyaring kedalaman, di sisi lain, menahan partikel baik pada permukaannya maupun sepanjang ketebalannya; mereka lebih mungkin digunakan dalam proses industri untuk menjernihkan cairan untuk pemurnian. Lapik (*mat*) Celite adalah contohnya.

Penyaringan paling lazim digunakan dalam salah satu dari empat cara berikut:

1. *Penyaringan padat-cair*: Pemisahan bahan partikulat padat dari suatu cairan pembawa.
2. *Penyaringan padat-gas*: Pemisahan bahan partikulat padat dari suatu gas pembawa.
3. *Pemisahan cair-cair*: Suatu kelas penyaringan khusus yang menghasilkan pemisahan dua cairan tak-saling-campur, salah satunya air, dengan bantuan media hidrofobik.
4. *Penyaringan gas-cair*: Pemisahan bahan bergas dari suatu cairan tempat ia biasanya, tetapi tidak selalu, larut.

Di dalam laboratorium, penyaringan umumnya digunakan untuk memisahkan pengotor padat dari suatu cairan atau larutan, atau untuk mengumpulkan suatu zat padat yang diendapkan atau direkristalisasi dari cairan atau larutan. Proses ini dapat dilakukan dengan bantuan gravitasi semata (Gambar 29) atau dapat dipercepat dengan menggunakan teknik vakum. Penyaringan vakum memberikan gaya tekanan udara pada larutan selain gaya gravitasi, dan karena itu, meningkatkan laju penyaringan.



Gambar 29 Rancangan penyaringan-gravitasi.

Efisiensi penyaringan bergantung pada pemilihan metode yang tepat, berbagai radas yang tersedia, penggunaan medium penyaringan yang paling cocok untuk proses tertentu, dan penggunaan teknik laboratorium yang tepat dalam melakukan manipulasi yang terlibat. Selama penyaringan (seperti disebutkan sebelumnya), cairan biasanya dipisahkan dari padatan dengan menuangnya melalui suatu penyaring, biasanya kertas saring. Cairan melalui kertas itu sedangkan padatannya tertahan. Meskipun cairan pembawa biasanya relatif non-reaktif,

terkadang diperlukan penyaringan bahan dari cairan pembawa yang sangat basa atau asam atau pada kondisi sangat reaktif lainnya. Terdapat berbagai media penyaringan yang daripadanya dapat dipilih salah satu yang paling sesuai dengan tujuan khusus dan kondisi proses yang diberikan. Media penyaringan yang paling lazim ialah kertas, “kertas” atau lapik kaca-serat, krus Gooch, krus dan corong kaca masir (*sintered-glass* atau *fritted-glass*), krus porselen berpori, krus Monroe, dan membran Millipore®. Semuanya tersedia dalam bermacam-macam porositas, dan penggunaan mereka akan dibahas lebih jauh di bab ini.

2. Metode Penyaringan

Terdapat dua metode penyaringan yang umum, yaitu gravitasi dan vakum (atau pengisapan). Selama penyaringan gravitasi, filtrat melalui medium penyaringan dengan gabungan gaya gravitasi dan gaya tarik kapiler antara cairan dan batang corong. Dalam penyaringan vakum, suatu beda tekanan dipertahankan melintasi medium penyaringan dengan mengevakuasi ruangan di bawah medium itu. Penyaringan vakum menambahkan gaya tekanan udara pada larutan terhadap yang diberikan

oleh gravitasi, sehingga meningkatkan laju penyaringan. Pemilihan metode yang akan digunakan bergantung pada faktor-faktor berikut:

1. Sifat endapan.
2. Waktu yang akan dihabiskan untuk penyaringan.
3. Sejauh mana semua endapan perlu ditahan.
4. Sejauh mana pencemaran endapan oleh filtrat masih dapat diterima.

3. Media Penyaringan

a) Kertas

Terdapat beberapa jenis atau kelas kertas saring (Gambar 30) untuk keperluan khusus: ada kelas kualitatif, kelas kuantitatif rendah-abu atau bebas-abu, kelas yang diperkeras, dan bahkan “kertas” serat-kaca. Untuk suatu penyaringan tertentu, Anda harus memilih kertas saring yang cocok berkenaan dengan porositas dan residunya. Sebagian informasi ini diberikan pada Tabel 8.



Gambar 30 Kertas saring tersedia dalam aneka ukuran dan porositas.

Tabel 8 Kertas saring yang biasa digunakan*

W	S&S	RA	Porositas	Kecepatan	Kegunaan
Kertas kelas-kualitatif atau -biasa					
4 1	604	202	Kasar	Sangat cepat	Endapan bergelatin
3	595	271	Medium	Medium	Endapan kristalin biasa
	602	201	Medium	Lambat	Endapan halus, digunakan dengan corong Büchner
Kertas kelas-kuantitatif (kurang dari 0,1 mg abu)					
41	589 pita biru	...	Kasar	Sangat cepat	Endapan bergelatin
40	589 pita putih	...	Medium	Cepat	Endapan kristalin biasa
42	589 pita hitam	...	Halus	Lambat	Endapan kristal terhalus

* Kode W: Whatman; S&S: Schleicher and Shüll; RA: Reeve Angel.

Kertas kelas-kualitatif menyisakan sejumlah cukup besar abu ketika dipijarkan (0,7–1 mg dari lingkaran 9-cm) dan karena itu, tidak cocok untuk digunakan dalam analisis kuantitatif yang di dalamnya endapan akan dipijarkan dan ditimbang. Mereka digunakan secara luas untuk menjernihkan larutan, menyaring endapan yang kemudian akan dilarutkan, serta melakukan pemisahan non-kuantitatif umum endapan dari larutan.

Kertas kelas-kuantitatif rendah-abu atau bebas-abu dapat dipijarkan tanpa meninggalkan abu. Residu yang tersisa dari sebuah lingkaran kertas saring rendah-abu berdiameter 11-cm bisa hanya 0,06 mg, sementara untuk kertas bebas-abu, hanya tersisa 0,05 mg atau kurang. Dalam sebagian besar prosedur analitis, massa yang kecil ini dapat dianggap dapat diabaikan.

Kertas yang diperkeras dirancang untuk digunakan dalam penyaringan vakum dan diproses untuk memiliki ketahanan yang sangat baik saat basah serta permukaan bebas-serat-halus yang keras. Mereka juga tersedia dalam kelas rendah-abu atau bebas-abu sama seperti kelas biasa.

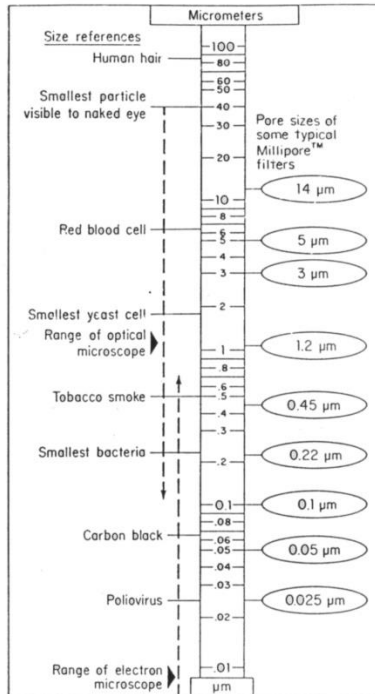
Kertas kaca-serat dibuat dari kaca borosilikat yang sangat halus dan digunakan dalam radas penyaringan Gooch, Büchner, atau yang serupa untuk memberikan kombinasi daya tahan yang sangat baik, penyaringan yang sangat cepat, dan kelembaman terhadap kerja kebanyakan pereaksi sampai tingkatan yang tidak didapati pada kertas selulosa yang manapun.

Semua kelas kertas saring dibuat dalam berbagai ukuran dan dalam beberapa tingkat porositas. Pilihlah

porositas yang sesuai untuk endapan yang diberikan. Jika digunakan kertas yang terlalu kasar, kristal yang sangat kecil bisa lewat, sedangkan kertas yang terlalu halus membuat penyaringan terlalu lambat. Tujuan utamanya ialah melakukan penyaringan secepat mungkin dan menahan endapan di atas kertas dengan kehilangan minimum.

b) Penyaring Membran

Penyaring membran ialah struktur polimerik (plastik) tipis dengan pori-pori yang luar biasa halus. Lembaran bahan sangat berpori ini tersusun dari ester selulosa atau bahan polimerik lain yang murni dan lembam secara hayati. Penyaring semacam ini dapat dibedakan dalam hal kemampuan mereka memisahkan semua bahan partikulat atau mikroorganisme yang lebih besar daripada pori-pori penyaring, dari gas atau cairan yang melaluinya. Dengan pemilihan penyaring yang benar, dapat dihasilkan filtrat yang ultrabersih dan/atau steril.



Gambar 31 Skala yang membandingkan ukuran pori-penyaring Millipore[®] dengan ukuran mikrob dan mikropartikel.

Penyaring membran tersedia dalam bermacam-macam ukuran pori dengan bahan yang berbeda-beda. Kisaran ukuran pori dan keseragaman ukuran pori dalam suatu penyaring yang khas ditunjukkan pada Tabel 9 dan Gambar 31.

Ketika cairan melalui suatu penyaring membran Millipore®, semua cemaran yang lebih besar daripada ukuran pori-penyaring tertahan di permukaan, tempat mereka mudah dianalisis atau dihitung. Hal ini sangat berlawanan dengan kerja penyaring ”kedalaman”, yang menahan cemaran tidak hanya di permukaan, tetapi juga di dalam matriks penyaringnya.

Tabel 9 Keseragaman penyaring Millipore®

Ukuran pori penyaring (µm)	Ukuran maksimum partikel ”tegar” yang dapat lewat (µm)	Ukuran pori penyaring (µm)	Ukuran maksimum partikel ”tegar” yang dapat lewat (µm)
14	17	0,65	0,68
10	12	0,60	0,65
8	9,4	0,45	0,47
7	9,0	0,30	0,32
5	6,2	0,22	0,24
3	3,9	0,20	0,25
2	2,5	0,10	0,108
1,2	1,5	0,05	0,053
1,0	1,1	0,025	0,028
0,8	0,85		

c) Alat Kaca Masir

Penyaringan padatan dapat dilakukan dengan corong yang dipaskan dengan suatu lempengan *kaca masir*. Kaca masir tersedia dalam porositas yang berbeda-beda, dan sebagian masalah yang dijumpai dalam menggunakan kertas saring diminimumkan dengan menggunakan alat kaca-masir ini. Kelas-kelas alat kaca masir disenaraikan dalam Tabel 10.

Tabel 10 Kelas-kelas alat masir

Penamaan	Ukuran pori maksimum (μm)
Ekstra-kasar	170–220
Kasar	40–60
Medium	10–15
Halus	4–5,5
Sangat halus	2–2,5
Ultrahalus	0,9–1,4

Agar kebergunaannya optimum, alat masir harus dirawat dengan hati-hati. Adalah paling baik jika mengikuti instruksi pabrikan yang mungkin disertakan bersama alatnya. Paragraf dan tabel berikut memberikan suatu contoh instruksi semacam itu.

Pembersihan – Penyaring masir yang baru harus dicuci dengan pengisapan dengan HCl panas dan kemudian dibilas dengan air sebelum digunakan. Bersihkan semua penyaring masir segera setelah digunakan. Banyak endapan dapat disingkirkan dari permukaan penyaring dengan hanya membilasnya dari sisi berlawanan dengan air pada tekanan tidak melebihi 15 lb/in². Beberapa endapan cenderung menyumbat pori penyaring masir, dan diperlukan pembersihan

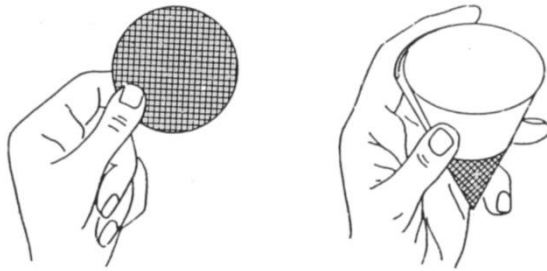
secara kimia. Larutan yang disarankan didaftarkan di bawah ini.

Bahan	Larutan pembersih
Bahan berlemak	Tetraklorometana Larutan pembersih pekat,
Bahan organik	panas
Residu raksa	Asam nitrat panas
Perak klorida	Amonia atau natrium hiposulfit

4. Aksesori Penyaringan

a) Penyangga Penyaring

Beberapa larutan yang akan disaring cenderung melemahkan kertas saring dan pada saat yang bersamaan, tekanan akan merobek kerucut kertas saring, dan menggagalkan penyaringan. Cakram tekstil tenunan tipis yang ditunjukkan pada Gambar 32 digunakan untuk menyangga ujung kerucut kertas saring itu.



Gambar 32 Penyangga kertas-saring.

Ketebalan mereka kira-kira sama dengan kertas saringnya, dan karena itu, memastikan hubungan yang rapat antara kertas yang diperkuat dan dinding corong. Mereka dilipat bersama dengan kertas saringnya ketika dibentuk menjadi kerucut, dan mereka mudah dilepaskan dari kertas saring yang basah setelah penyaringan selesai, jika diinginkan. Hal ini dilakukan apabila kertas saring dan endapan yang terkumpul akan diabukan.

b) Alat Bantu Penyaringan

Selama penyaringan, endapan bergom, bergelatin, flokulen, semikoloidal, atau partikulat yang sangat halus sering kali dengan cepat menyumbat pori-pori kertas saring, dan kemudian menghentikan proses penyaringan. Penetapan analitis biasa memerlukan

penjernihan positif pada laju penyaringan maksimum. Karena itu, ketika suatu penyaringan yang diperlukan terganggu atau terhenti oleh adanya partikel-partikel yang membandel, alat bantu penyaringan digunakan untuk mempercepat proses. Alat bantu ini terdiri atas tanah diatom dan dijual dengan nama dagang Celite[®] atau FilterAid; mereka merupakan bahan mirip-serbuk yang lembam dan amat sangat murni yang membentuk film atau kerak (*cake*) berpori pada medium penyaringan. Ketika digunakan, mereka dibuat bubur (*slurry*) atau dicampur dengan pelarut untuk membentuk pasta tipis, dan kemudian disaring melalui corong Büchner (dengan kertas sudah ada di atasnya) untuk membentuk film atau kerak berketebalan 3–4 mm. Bubur penyaringan yang menyusahkan kemudian disaring melalui kerak itu, dan endapan bergom, bergelatin, atau partikulat yang terbagi sangat halus akan terikat dalam kerak sehingga penyaringan selanjutnya berjalan hampir normal. Sebagai prosedur alternatif, alat bantu penyaringan ditambahkan langsung ke bubur yang menjadi masalah tadi dengan pencampuran yang baik. Penyaringan dipercepat

dengan terbentuknya film atau kerak berpori pada medium penyaringan dan dihasilkan filtrat dengan kecerahan kristalin yang cemerlang. Semua bahan tersuspensi telah tertahan pada corong, dan penyaringan biasanya berlangsung cepat.

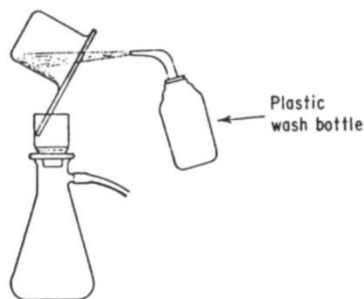
Keterbatasan Alat Bantu Penyaringan:

1. Tidak dapat digunakan ketika penyaringan bertujuan mengumpulkan produk padatan, karena endapan yang terkumpul akan mengandung pula alat bantu penyaringan. Alat bantu penyaringan dapat digunakan hanya jika filtratlah produk yang diinginkan.
2. Meskipun dapat digunakan dalam larutan asam-basa biasa karena sifatnya yang relatif lembam, alat ini tidak dapat digunakan dalam larutan basa kuat atau larutan yang mengandung HF.
3. Tidak dapat digunakan ketika zat yang diinginkan mungkin mengendap dari larutan.

c) Botol Pencuci

Dua jenis botol pencuci ialah (1) labu Florence (sekarang sulit dijumpai di laboratorium), yang bekerja pada tekanan tiupan (aliran air diarahkan dengan

mengerakkan ujungnya dengan jari) dan (2) botol-pencuci plastik yang digunakan dengan cara diremas (Gambar 33).



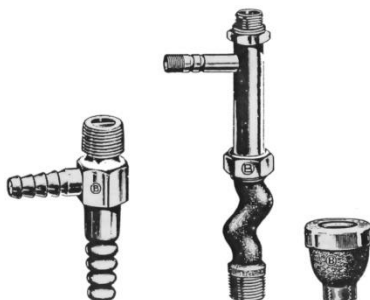
Gambar 33 Mencuci endapan ke dalam krus dengan sebuah “botol remas”.

Botol pencuci plastik polietilena memiliki semuanya, selain menggantikan botol pencuci labu Florence kaca tradisional. Botol ini tersedia dalam aneka warna untuk mengenali isinya, sehingga menghilangkan bahaya memilih botol yang salah. Aliran botol dapat dipercepat dengan memotong sebagian ujungnya.

d) Pompa Penyaringan dan Aksesori

Sebuah pompa air (Gambar 34) digunakan untuk penyaringan isap, manipulasi vakum yang umum, dan pembersihan pipet. Aksesori digunakan untuk

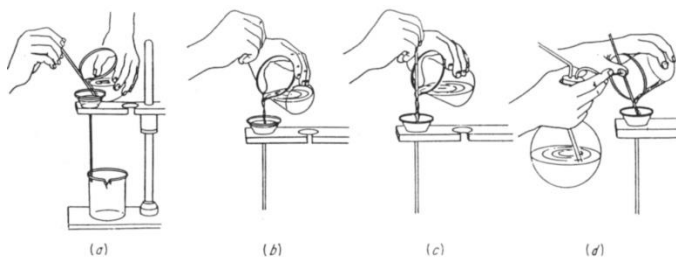
bergandengan dengan saluran-saluran air dan mencegah percikan pada air yang ada.



Gambar 34 Pompa penyaringan dan aksesorinya.

5. Manipulasi Sehubungan dengan Proses Penyaringan

Dengan penyaringan gravitasi maupun vakum, ada tiga pekerjaan yang harus dilakukan: *dekantasi*, *pencucian*, dan *pemindahan* (Gambar 35).



Gambar 35 Pekerjaan penyaringan-gravitasi yang menunjukkan teknik dekantasi dan pemindahan endapan.

a) Dekantasi

Ketika suatu padatan mudah menetap di dasar cairan dan hanya menunjukkan sedikit atau sama sekali tidak menunjukkan kecenderungan untuk tetap tersuspensi, ia dapat dipisahkan dengan mudah dari cairannya dengan menuangkan secara hati-hati cairan tersebut sedemikian rupa sehingga tidak ada padatan yang terbawa serta. Proses ini disebut *dekantasi*. Untuk mendekantasi cairan dari padatan,

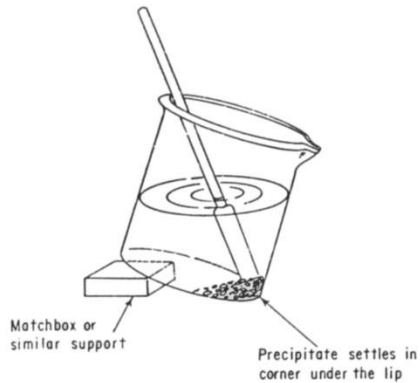
1. Pegang wadah (gelas piala, tabung reaksi, dsb.) yang berisi campuran pada salah satu tangan, dan batang pengaduk kaca pada tangan yang lain (Gambar 35a).
2. Miringkan gelas piala sampai cairan hampir mencapai bibir (Gambar 35b).
3. Sentuhkan bagian tengah batang kaca pada bibir gelas piala dan bagian ujungnya pada sisi wadah tempat Anda hendak menuangkan cairan itu.
4. Lanjutkan pemiringan gelas piala sampai cairan menyentuh batang kaca dan mengalir melaluinya ke dalam wadah kedua. Batang kaca memungkinkan Anda menuang cairan dari gelas piala dengan cukup perlahan sehingga padatan

tidak terbawa serta dan juga mencegah cairan mengalir kembali sepanjang dinding luar gelas piala (Gambar 35c).

b) Pencucian

Tujuan pencucian ialah untuk menghilangkan kelebihan fase cair dan setiap pengotor dapat-larut apapun yang mungkin ada di dalam endapan. Gunakan pelarut yang dapat-campur dengan fase cair, tetapi tidak melarutkan endapan dalam jumlah berarti.

Padatan dapat dicuci dalam gelas piala setelah dekantasi fase cair supernatan. Tambahkan sejumlah kecil cairan pencuci dan campurkan dengan baik dengan endapan itu. Biarkan padatan turun ke dasar. Dekantasi cairan pencuci melalui penyaring. Biarkan endapan menetap di dasar, dengan gelas piala sedikit dimiringkan sedemikian rupa sehingga padatan terkumpul di sudut gelas piala di bawah *spout* (Gambar 36). Ulangi prosedur ini beberapa kali.



Gambar 36 Menyangga sebuah gelas piala dalam posisi miring untuk membiarkan endapan menetap di dasar sebelum didekantasi.

Beberapa kali pencucian dengan volume cairan yang sedikit lebih efektif dalam menghilangkan cemar yang dapat-larut daripada satu kali pencucian menggunakan seluruh volume.

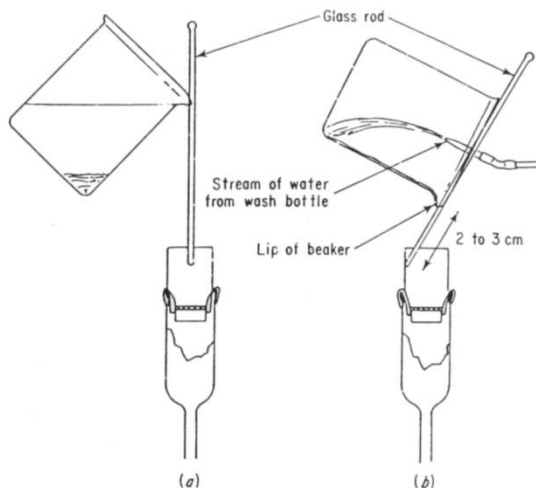
c) **Pemindahan Endapan**

Pindahkan sebagian besar endapan dari gelas piala ke dalam penyaring dengan menggunakan aliran cairan pencuci dari botol semprot (Gambar 35d). Gunakan batang pengaduk (Gambar 37) untuk mengarahkan aliran cairan ke dalam medium penyaringan. Kelumit terakhir endapan dipindahkan dari dinding gelas piala dengan menggosok permukaan

tersebut dengan *policeman* karet yang dilekatkan pada batang pengaduk. Semua padatan yang terkumpul digabungkan dengan endapan dalam kertas saring (Gambar 38). Jika endapan akan dipijarkan, gunakan potongan kecil kertas bebas-abu untuk menggosok dinding gelas piala; kemudian tambahkan potongan-potongan ini ke dalam endapan dalam kertas saring.



Gambar 37 Batang pengaduk dengan *policeman* karet (sepotong tabung karet dengan ujung yang datar) digunakan untuk melepaskan kelumit padatan dari wadah dan untuk mempercepat pelarutan padatan ke dalam cairan, ketika digunakan sebagai pengaduk. Juga digunakan untuk mencegah tergoresnya bagian dalam bejana.



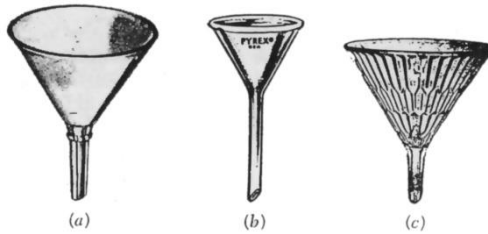
Gambar 38 (a) Dekantasi untuk penyaringan vakum.
 (b) Memindahkan porsi endapan terakhir.

6. Penyaringan Gravitasi

Selama penyaringan gravitasi, filtrat melalui medium penyaringan di bawah gaya gravitasi dan gaya tarik kapiler antara cairan dan tangkai corong (Gambar 29). Prosedur yang paling umum melibatkan penggunaan kertas saring dan sebuah corong kerucut (lihat Gambar 39). Prosedur ini lambat, tetapi sangat disukai untuk analisis gravimetrik melebihi penyaringan vakum yang lebih cepat, karena terdapat daya tahan yang lebih baik terhadap partikel endapan yang halus serta kurang mengoyak atau merobek kertas. Terlebih lagi, metode penyaringan gravitasi

umumnya paling cepat dan paling disukai untuk menyaring endapan bergelatin karena endapan ini cenderung menyumbat dan memadati pori-pori medium penyaringan dengan jauh lebih mudah di bawah gaya tambahan yang dipasok selama penyaringan vakum.

Hindari penumpukan endapan di dalam kertas saring selama tahap awal proses penyaringan. Hal ini diperlukan agar penyaringan cepat, karena endapan akan tertarik ke dalam pori-pori kertas sehingga merintanginya lewatnya larutan dan menurunkan laju penyaringan. Disarankan untuk melakukan pengendapan di gelas piala selama dimungkinkan, karena alat ini memiliki sebuah *pour spout* untuk mempermudah penuangan cairan tanpa hilang. Endapan harus dibiarkan menetap di dasar gelas piala sebelum penyaringan dimulai. Fase cair supernatan, yang telah bebas dari sebagian besar endapan tersuspensi, kemudian dituangkan ke atas penyaring, menyisakan padatan yang diendapkan pada dasarnya tanpa gangguan. Bagian terbesar dari endapan tidak ditambahkan sampai tahap terakhir penyaringan sebagai bagian dari proses *pencucian*.



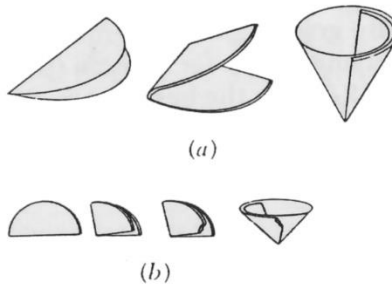
Gambar 39 Corong kaca. (a, b) Berbagai ukuran dan panjang tangkai. (c) Corong dengan konstruksi *heavy ribbed; raised ribs* pada permukaan sebelah dalam membantu penyaringan yang cepat.

a) Prosedur

Kecepatan penyaringan yang optimum dicapai dalam penyaringan gravitasi dengan pelipatan dan peletakan kertas saring secara benar di dalam corong (Gambar 40 dan 41). Jika kecepatan maksimum akan dipertahankan, ikutilah saran-saran yang diberikan di bawah ini:

1. Ambillah keuntungan maksimum dari gaya tarik kapiler untuk membantu menarik fase cair melalui kertas. Gunakan corong bertangkai-panjang (Gambar 39b) dan pertahankan suatu kolom air kontinu dari ujung tangkai corong ke bawah permukaan kertas. Ujung corong harus menyentuh

sisi bejana penerima filtrat; prosedur ini membantu penyaringan dan meminimalkan kehilangan filtrat yang mungkin disebabkan oleh percikan. Pengepasan yang akurat kertas saring yang telah dilipat membantu mempertahankan suatu perekat kedap-udara di antara corong dan sisi atas dari kertas saring yang basah.



Gambar 40 (a) Melipat kertas saring.

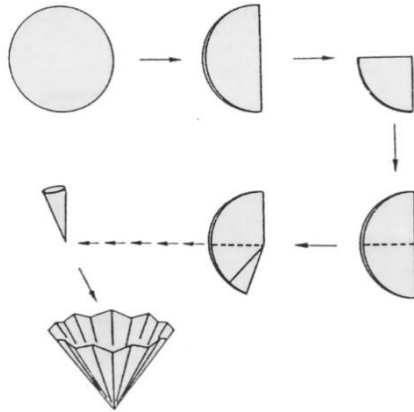


Gambar 41 Mendudukkan kertas saring.

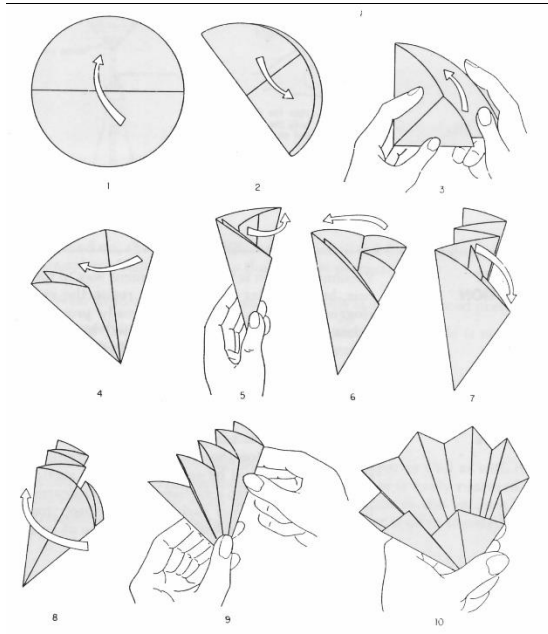
(b) Metode alternatif dalam melipat kertas saring untuk digunakan menyaring dengan corong biasa. Lipatan kedua tidak tepat siku-siku. Perhatikan robekan, yang membuat kertas melengket dengan lebih baik pada corong.

2. Paparlah sebanyak mungkin kertas saring untuk memberikan aliran cairan yang bebas melalui kertas itu. Jika Anda melipat kertas seperti ditunjukkan pada Gambar 40b, kertas tidak akan benar-benar berimpit dengan dinding corong dan cairan akan dapat mengalir di antara kertas dan kaca. Jenis pelipatan ini juga akan membantu mempertahankan perekat kedap-udara di antara sisi atas kertas saring dan corong. Cara lain untuk memapar sebagian besar permukaan kertas ialah dengan menggunakan *kertas saring bergalur*. Membuat galur pada kertas saring mempercepat penyaringan dalam dua cara. Ia memungkinkan sirkulasi udara yang bebas dalam bejana penerima dan mempertahankan penyamaan tekanan. Uap pelarut yang terbentuk selama penyaringan larutan panas tertentu dapat memperbesar tekanan di dalam penerima sehingga menurunkan kecepatan penyaringan. Terdapat dua cara pelipatan potongan melingkar kertas saring menjadi kertas bergalur. Yang pertama ditunjukkan pada Gambar 42, yang kedua pada Gambar 43. Kertas saring

bergalur dalam sebuah corong ditunjukkan pada Gambar 44. Kertas yang telah dibuat bergalur juga tersedia secara komersial.



Gambar 42 Melipat kertas saring bergalur. Lipat dua kertas saring, kemudian lipatlah lipatan ini menjadi 8 bagian yang sama, seperti sebuah akordion. Kertas saring bergalur kemudian dibuka dan diletakkan di dalam corong.



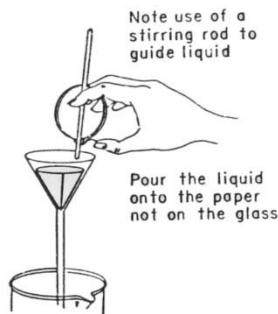
Gambar 43 Metode lain untuk melipat kertas saring bergalur.



Gambar 44 Sebuah kertas saring bergalur di dalam corong.

3. Banyak endapan akan menyebar menaiki suatu permukaan yang dibasahi melawan gaya gravitasi;

perilaku ini dikenal sebagai *merayap*, dan dapat menyebabkan hilangnya endapan. Karena alasan ini, pastikan untuk mengisikan kerucut kertas saring dengan larutan tidak lebih dari tiga perempat penuh. Jangan pernah mengisinya penuh. Peringatan dini ini mencegah hilangnya endapan karena merayap maupun karena meluber. Selain itu, juga memberikan suatu daerah di dekat puncak kertas yang bebas dari endapan. Dengan memegang bagian yang “bersih” ini, Anda dapat melepaskan kerucut dari corong dan melipatnya untuk pemijaran tanpa kehilangan atau pencemaran. Lihat Gambar 45 untuk cara terbaik menuang cairan supernatan ke dalam kertas saring.



Gambar 45 Teknik penyaringan yang baik.

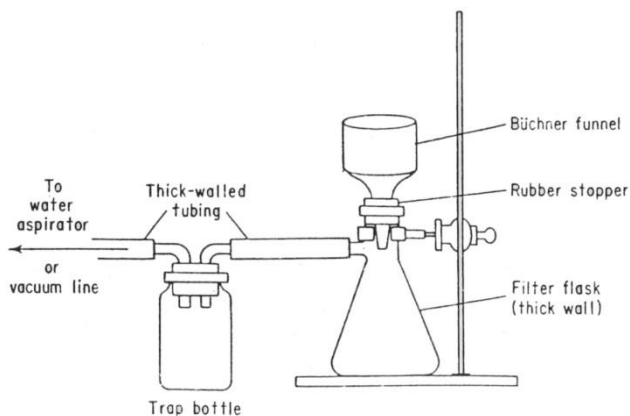
7. Penyaringan Vakum

Penyaringan vakum merupakan cara paling nyaman untuk mempercepat proses penyaringan, tetapi medium penyaringan harus menahan partikel yang sangat halus tanpa menyumbat. Vakum biasanya bersumber dari aspirator air meskipun pompa vakum, yang dilindungi oleh pemerangkap yang cocok, dapat pula digunakan. Karena selalu ada bahaya robohnya labu karena tekanan yang rendah, labu penyaring berdinding tebal harus digunakan, dan teknisi harus selalu waspada akan kemungkinan ledakan ke dalam (*implosion*).

a) Prosedur

Suatu susunan yang khas untuk melakukan penyaringan vakum ditunjukkan pada Gambar 46. Ilustrasi ini menunjukkan penggunaan corong Büchner yang di dalamnya harus diletakkan kertas saring yang dibasahi sebelum pengisapan dilakukan. Corong atau krus dipaskan pada sebuah labu penyaringan, yang lengan sampingnya dihubungkan dengan suatu sumber vakum, misalnya aspirator air. Sebuah botol pemerangkap-udara disisipkan di antara labu dan sumber vakum. Ketika vakum dinyalakan, beda

tekanan antara medium penyaringan dan udara membantu mempercepat proses penyaringan.



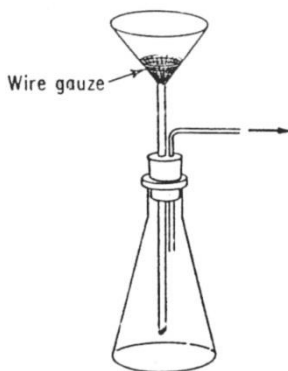
Gambar 46 Rangkaian penyaringan-vakum lengkap menggunakan corong Büchner.

Perhatian:

1. Kenakan kaca mata pelindung ketika rangkaian berada pada tekanan yang rendah.
2. Berhati-hatilah, tinggi cairan di dalam botol “perangkap keselamatan” tidak pernah setinggi tabung *inlet*.

Penyaringan vakum menguntungkan jika endapannya kristalin. Alat ini tidak boleh digunakan untuk endapan bergelatin karena tekanan tambahan akan memaksa partikel memasuki pori-pori medium penyaringan, dan sedemikian menyumbat mereka sehingga tidak ada cairan yang dapat lewat.

Penyaringan vakum dapat dilakukan dengan kertas saring atau dengan bermacam-macam krus. Kertas corong kerucut biasa mudah terkoyak pada bagian puncaknya ketika terkena tekanan tambahan dari vakum. Untuk memperkuat puncak kerucut ini, sering disisipkan sebuah *liner* logam kecil (lihat Gambar 47).



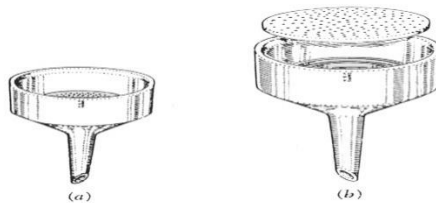
Gambar 47 Corong dengan sebuah kerucut kasa-kawat yang digunakan sebagai penyangga kertas saring.

b) Peralatan dan Media Penyaringan

(1) *Corong Büchner*

Corong Büchner (Gambar 48) sering digunakan untuk penyaringan vakum. Corong ini tidak berbentuk kerucut, tetapi memiliki dasar yang

datar dan berlubang-lubang. Sebuah lingkaran kertas-saring dengan diameter yang cukup untuk menutupi lubang-lubang diletakkan di atas dasar yang datar tersebut, dibasahi, dan ditempelkan dengan rapat ke dasar dengan menggunakan sedikit vakum.



Gambar 48 Corong Büchner. (a) Corong pengisapan Büchner. (b) Corong kosong Büchner dengan sebuah lempengan yang dapat digerakkan, tersedia dalam berbagai ukuran (14,5–308 mm).

Ketika digunakan corong Büchner, endapan dibiarkan menetap di dasar, dan fase cair pertamanya didekantasi dengan menuangnya menuruni sebuah batang pengaduk yang diarahkan ke bagian tengah kertas saring, dengan menggunakan vakum ringan sampai cukup banyak padatan yang terkumpul di atas kertas untuk melindunginya dari

robek. Vakum kemudian diperkuat, dan sisa endapan ditambahkan.

Endapan dapat dicuci dengan menambahkan sejumlah kecil cairan pencuci ke atas permukaannya, yang kemudian ditarik perlahan-lahan melalui padatan dengan vakum. Endapan tidak dapat dikeringkan atau dipijarkan dan ditimbang dalam corong Büchner.

Corong Büchner tidak dapat digunakan untuk analisis gravimetrik karena mereka tidak memungkinkan penyaringan cepat sejumlah besar endapan kristalin. Namun, mereka luar biasa berguna dalam pekerjaan sintesis. Endapan dapat dikering-udarkan dengan membiarkan mereka berada dalam corong dan menarik suatu arus udara dari ruangan melalui endapan tersebut dengan pompa vakum atau aspirator air. Kelumit terakhir air dapat dicuci dari endapan dengan pelarut yang atsiri dan dapat bercampur dengan air, yang sesuai.

Catatan: Larutan dari cairan yang sangat atsiri, eter, dan larutan panas tidak terlalu mudah untuk disaring dengan pengisapan. Pengisapan dapat menguapkan

pelarut secara berlebihan, yang mendinginkan larutan itu cukup untuk menyebabkan pengendapan zat terlarut.

(2) *Liner Corong Kerucut Kasa-Kawat*

Jika tidak tersedia corong Büchner dan labu penyaringan, suatu radas yang berguna dapat disusun dan digunakan untuk penyaringan vakum. Sepotong kecil kasa kawat yang halus dibengkokkan menjadi berbentuk kerucut yang pas di dalam corong (Gambar 47). Kertas saring kemudian dibasahi dan ditekan ke sisi corong agar menempel dengan baik pada kaca. Gunakan vakum lembut agar kertas saring tidak berlubang. Mungkin diperlukan kertas saring dengan ketebalan-rangkap untuk mencegah robek. Bungkus labu dengan handuk sebelum menyalakan vakum.

(3) *Krus*

Krus Kaca Masir. Krus kaca dengan cakram kaca-masir yang digabungkan secara permanen pada ujung bawahnya tersedia dalam bermacam-macam porositas (Gambar 49). Dengan kehati-hatian, mereka dapat digunakan untuk

analisis kuantitatif yang memerlukan pemijaran sampai suhu 500 °C.

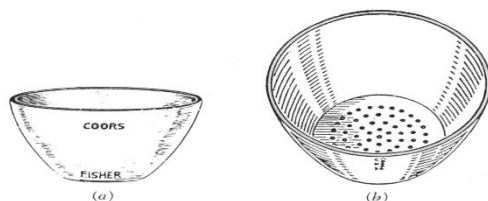


Gambar 49 Corong dengan cakram kaca masir digunakan dalam penyaringan vakum apabila kertas saring dalam corong Büchner akan diserang.

Krus Monroe dan Porselen Berpori. Krus porselen (Gambar 50) dengan cakram keramik berpori yang ditempelkan secara permanen di dasarnya digunakan dengan cara yang sama seperti krus kaca-masir, tetapi mereka dapat dipijarkan pada suhu luar biasa tinggi. Krus Monroe terbuat dari platinum, dengan sebuah lapik platinum yang mengkilap berperan sebagai medium penyaringan. Keuntungan krus ini adalah

1. Sangat lembam terhadap bahan kimia.
2. Dapat bertahan pada suhu pemijaran yang luar biasa tinggi.

Krus ini dan krus-krus lainnya didudukkan pada sebuah penyui ketika penyaringan dilakukan (Gambar 51).



Gambar 50 (a) Krus porselen yang digunakan untuk pemijaran contoh dalam analisis. (b) Krus Gooch dengan dasar yang berlubang-lubang.



Gambar 51 (a) Penyui karet untuk penyaringan isap. (b) Penyui ketika digunakan dengan krus dalam labu pengisapan.

Krus Gooch. Krus Gooch ialah suatu *thimble* porselen dengan dasar yang berlubang-lubang. (Lihat Gambar 50b.) Medium penyaringannya bisa berupa lapik asbes atau cakram kertas kaca-serat. Lapik disiapkan dengan menuang

bubur serat asbes yang tersuspensi dalam air ke dalam krus, dan melakukan pengisapan ringan.

Lapik asbes memungkinkan endapan dipijarkan secara kuantitatif ke suhu yang luar biasa tinggi tanpa bahaya reduksi oleh karbon. Dengan lapik kaca-serat, suhu pemijaran di atas 500 °C tidak dimungkinkan. Kedua media penyaringan ini tahan terhadap serangan oleh sebagian besar bahan kimia.

Media penyaringan yang digunakan dalam krus ini cukup rapuh. Sangat berhati-hatilah ketika menambahkan cairan, sedemikian rupa sehingga asbes atau kertas kaca tidak akan terganggu atau robek, yang memungkinkan lolosnya endapan. Gunakan cakram porselen yang kecil dan berlubang-lubang di atas lapik asbes atau kertas kaca tersebut untuk membelokkan setiap aliran cairan yang dituang ke dalam krus.

Krus Platinum. Platinum berguna dalam krus untuk keperluan khusus. Sifat kimia yang berharga dari logam yang padat dan lunak ini meliputi ketahanannya terhadap serangan oleh sebagian besar asam mineral, termasuk asam fluorida;

kelembamannya berkenaan dengan banyak lelehan garam; ketahanannya terhadap oksidasi, bahkan pada suhu tinggi; dan titik lelehnya yang sangat tinggi.

Berkekaan dengan keterbatasannya, platinum mudah larut ketika bersentuhan dengan aqua regia dan dengan campuran klorida dan bahan pengoksidasi pada umumnya. Pada suhu tinggi, ia juga dilarutkan oleh lelehan oksida, peroksida, dan sampai tingkat tertentu, hidroksida basa. Ketika dipanaskan dengan kuat, ia mudah mengaloi dengan logam-logam seperti emas, perak, tembaga, bismut, timbel, dan zink. Karena kegemaran membentuk aloi ini, sentuhan antara platinum yang dipanaskan dan logam lain atau oksida mereka yang mudah tereduksi harus dihindari. Pelarutan lambat platinum menyertai sentuhan dengan lelehan nitrat, sianida, basa, dan klorida alkali-tanah pada suhu di atas 1000 °C; bisulfat sedikit menyerang logam pada suhu di atas 700 °C. Perubahan permukaan terjadi akibat sentuhan dengan amonia, klorin, klorida atsiri, belerang dioksida, dan gas yang memiliki

persentase karbon yang tinggi. Pada panas merah, platinum mudah diserang oleh arsenik, antimoni, dan fosforus; akibatnya, logam menjadi *embrittled*. Pengaruh yang serupa terjadi pada sentuhan suhu-tinggi dengan selenium, telurium, dan pada tingkat lebih rendah, belerang dan karbon. Akhirnya, ketika dipanaskan di udara untuk waktu lama pada suhu lebih dari 1500 °C, kehilangan bobot yang berarti karena penguapan logam harus diperkirakan.

Aturan-aturan penggunaan alat platinum:

1. Gunakan peralatan platinum hanya dalam aplikasi yang tidak akan memengaruhi logam tersebut. Ketika sifat sistem diragukan, tunjukkan ketiadaan komponen yang berpotensi merusak sebelum memutuskan menggunakan alat platinum.
2. Hindari perubahan suhu yang dahsyat; perubahan bentuk wadah platinum dapat terjadi jika isinya memuai selama pendinginan.
3. Penyangga yang terbuat dari bahan keramik yang bersih dan *unglazed*, leburan silika, atau platinum itu sendiri dapat digunakan dengan

aman dalam sentuhan dengan platinum pijar; gegep Nichrome atau baja nirkarat dapat digunakan hanya setelah platinum mendingin di bawah titik pijarnya.

4. Bersihkan alat platinum dengan bahan kimia yang tepat segera setelah digunakan; bahan pembersih yang dianjurkan adalah larutan asam kromat panas untuk penyingkiran bahan-bahan organik, asam klorida mendidih untuk penyingkiran karbonat dan oksida-oksida basa, serta lelehan kalium bisulfat untuk penyingkiran silika, logam-logam, dan oksida mereka. Permukaan yang cerah harus dijaga dengan pengilapan dengan pasir pantai.
5. Hindari memanaskan platinum pada kondisi yang mereduksi, terutama jika ada karbon. Secara khusus, (a) jangan biarkan bagian pereduksi dari nyala api pembakar bersentuhan dengan permukaan platinum, dan (b) arangkan kertas saring pada kondisi pemanasan paling lembut yang dimungkinkan dan dengan akses udara yang bebas.

c) Corong Hirsch dan Corong-corong Lainnya

Corong Hirsch (Gambar 52), yang digunakan untuk mengumpulkan sejumlah kecil padatan, biasanya terbuat dari porselen. Dasar bagian dalam dari corong tersebut berupa lempengan datar dengan lubang-lubang di dalamnya yang menyangga kertas saring. Corong Büchner dan Hirsch dapat pula terbuat dari kaca dengan lempengan kaca-masir. Corong-corong lain yang digunakan seperti Hirsch ialah Witt dan paku penyaringan (lihat Gambar 53).



Gambar 52 Penyaringan isap dengan corong Hirsch



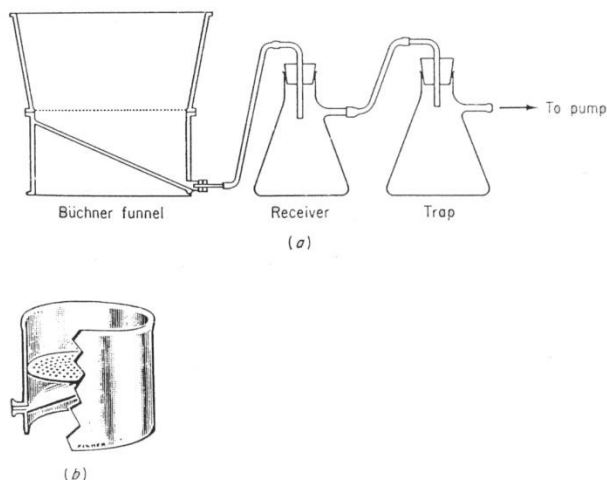
Gambar 53 Corong Hirsch dan corong-corong lainnya untuk mengumpulkan sejumlah kecil padatan.

Ketika menggunakan corong-corong ini, sebuah cincin karet membentuk segel antara corong dan labu penyaringan, yang dihubungkan dengan vakum atau

aspirator. (Sumbat atau gabus karet dapat pula digunakan sebagai pengganti cincin karet untuk mengepaskan corong pada labu penyingan.)

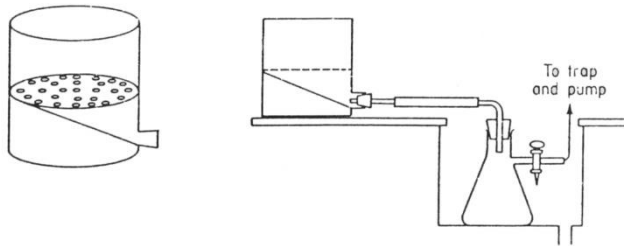
d) Penyingan Vakum Skala Besar

Sejumlah besar bahan dapat dengan mudah disaring-vakum dengan menggunakan corong Büchner *table-top*. Filtrat dikumpulkan dalam sebuah labu vakum yang ditempatkan di samping penyingan pada permukaan meja (lihat Gambar 54).



Gambar 54 Penyingan vakum dalam skala besar. (a) Rangkaian dengan corong Büchner *table-top*. (b) *Cutaway view* dari corong Büchner *table-top* (diameter dalam 56–308 mm).

Sebagai alternatif, labu vakum dapat diletakkan lebih rendah dari corong (Gambar 55).



Gambar 55 Rancangan alternatif untuk penyaringan vakum pada skala besar.

8. Penyaringan untuk Analisis Gravimetrik

Salah satu aplikasi terpenting penyaringan ialah dalam analisis gravimetrik, yang terkait dengan pengukuran massa; analisisnya karena itu, diselesaikan dengan prosedur “penimbangan”. Zat-zat yang ditimbang diperoleh (1) dengan membentuk suatu endapan taklarut dari komponen yang diinginkan; dari bobotnya, perhitungan persentase dapat dibuat, jika massa contoh awal diketahui, atau (2) dengan menyuling komponen atsiri; residu non-atsiri kemudian ditimbang. Bagian atsiri maupun non-atsiri dapat ditimbang, dan perhitungan dapat dilakukan dari data yang diperoleh.

Endapan yang cocok untuk prosedur analitis harus memiliki sifat-sifat berikut:

1. Harus relatif tidak larut, sampai tingkatan di mana setiap kehilangan endapan akibat kelarutannya tidak akan memengaruhi hasil secara berarti.
2. Harus mudah disaring. Ukuran partikel harus cukup besar agar tertahan oleh penyaring.
3. Kristalnya harus cukup murni, dengan cemar padat yang mudah disingkirkan.
4. Harus memiliki komposisi kimia yang diketahui, atau mudah diubah menjadi suatu zat yang diketahui komposisinya.
5. Tidak boleh higroskopik.
6. Harus stabil.

a) Pemeraman dan Pelumatan Endapan

Pemeraman (*aging*) dan pelumatan (*digestion*) sering membantu membuat endapan cocok untuk prosedur analitis.

Endapan yang baru saja terbentuk diperam dengan membiarkan mereka bersentuhan dengan cairan supernatan pada suhu kamar selama periode waktu tertentu. Sering terjadi perubahan pada

permukaan: berkurangnya luas permukaan total atau hilangnya daerah yang regang (terikan; *strained*) dan tidak sempurna. Kedua pengaruh ini disebabkan oleh rekristalisasi, karena partikel yang kecil cenderung lebih larut daripada yang besar, dan ion-ion yang terletak pada daerah yang regang dan tidak sempurna kurang terikat kuat daripada yang normal dan karena itu, cenderung kembali ke dalam larutan. Pada *pemeraman*, endapan ditimbun kembali dalam bentuk yang lebih sempurna. Perubahan ini menyebabkan berkurangnya ion-ion asing yang terjerap yang tentunya menguntungkan dan menghasilkan endapan yang lebih mudah disaring dan juga lebih murni.

Pemanasan selama proses pemeraman disebut *pelumatan*. Menaikkan suhu sangat mempercepat pelumatan. Endapan dibiarkan bersentuhan dengan supernatan pada suhu mendekati mendidih selama suatu periode waktu. Koloid yang menggumpal biasanya mengalami pemeraman yang cepat, khususnya pada pelumatan, dan sebagian besar cemar yang terjerap sering kali dapat disingkirkan.

b) Penyaringan dan Pemijaran

Pada akhirnya, zat yang diendapkan dan disiapkan untuk penyaringan sebagai langkah awal dalam suatu penetapan gravimetrik harus disaring, dikeringkan, dan ditimbang, artinya massa mereka harus ditetapkan secara akurat sedemikian rupa sehingga perhitungan analitis dapat dilakukan. Sejumlah endapan dikumpulkan dalam krus yang telah ditera (diketahui massanya) dan dikering-ovenkan sampai massanya konstan.

c) Penyiapan Krus

Semua krus yang digunakan untuk mengubah endapan menjadi bentuk yang cocok untuk penimbangan harus mempertahankan massa yang pada pokoknya konstan selama proses pengeringan atau pemijaran; Anda harus menunjukkan bahwa kondisi ini berlaku sebelum mulai bekerja.

1. Periksa apakah ada cacat pada setiap krus, terutama jika krus sebelumnya telah dikenai suhu tinggi.
2. Tempatkan sebuah krus porselen dalam posisi terbalik pada suatu permukaan yang keras dan ketuk perlahan-lahan dengan pensil. Anda harus

mendengar nada dering yang jernih yang menunjukkan krus utuh. Bunyi yang majal (*dull*) menjadi ciri krus yang retak dan harus dibuang.

3. Bersihkan krus dengan baik. Krus penyaringan dapat dibersihkan dengan nyaman dengan mencucinya dari belakang dengan pengisapan.
4. Buat krus berbobot konstan, dengan menggunakan siklus pemanasan yang sama seperti yang akan diperlukan untuk endapan. Disepakati bahwa selisih 0,2 mg antara pengukuran-pengukuran berurutan dianggap sebagai massa konstan.
5. Simpan di dalam desikator sampai diperlukan.

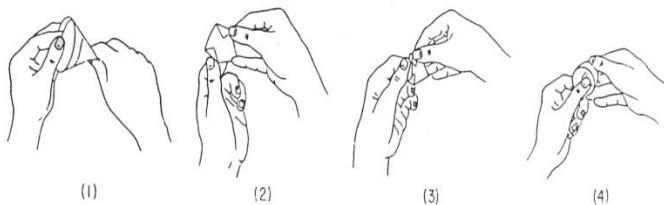
d) Penyiapan Kertas Saring

Lipat-dua kertas saring tepat di tengah; kemudian buatlah lipatan kedua sedemikian rupa sehingga sudut-sudutnya berjarak kira-kira 3 mm pada setiap dimensi. Robeklah potongan kecil segitiga dari sudut yang pendek untuk memungkinkan pendudukan yang lebih baik kertas saring di dalam corong. Bukalah kertas itu sedemikian rupa sehingga terbentuk kerucut dan kemudian dudukkan perlahan-lahan di dalam corong dengan bantuan air dari botol pencuci. Tidak boleh ada

kebocoran udara di antara kertas dan corong, dan tangkai corong harus terisi dengan suatu kolom cairan yang tidak patah, suatu kondisi yang meningkatkan secara nyata laju penyaringan.

e) Pemindahan Kertas dan Endapan ke Krus

Setelah penyaringan dan pencucian selesai dilakukan, pindahkan kertas saring beserta isinya dari corong ke dalam krus yang telah ditera (Gambar 56). Cukup berhati-hatilah dalam melakukan pekerjaan ini. Bahaya robek dapat sangat dikurangi jika dilakukan pengeringan sebagian sebelum pemindahan dari corong.



Gambar 56 Ini merupakan cara memindahkan kertas saring dan endapan ke dalam krus.

Pertama-tama, ratakan kerucut sepanjang sisi sebelah atasnya; kemudian lipat sudut-sudutnya ke arah dalam. Selanjutnya, lipat puncaknya ke atas. Akhirnya, turunkan kertas dan isinya ke dalam krus

sedemikian rupa sehingga sebagian besar endapan ada di dekat dasar.

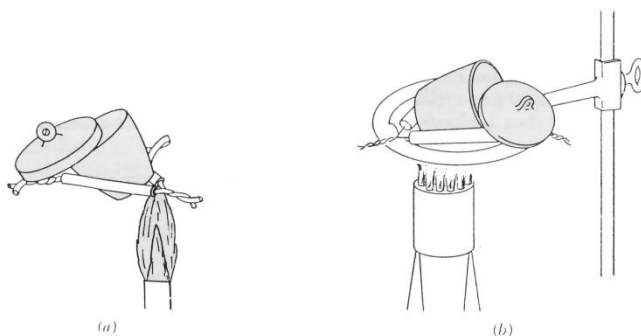
f) Mengabukan Kertas Saring

Jika tersedia lampu pemanas, tempatkan krus pada permukaan yang bersih dan non-reaktif; suatu bantalan asbes yang dilapisi oleh selembur aluminium cukup memuaskan. Kemudian posisikan lampu kira-kira 6 mm dari bagian atas krus, dan nyalakan. Pengarangan kertas akan berlangsung tanpa gangguan lebih lanjut; proses tersebut sangat dipercepat jika kertas dapat dibasahi dengan tidak lebih dari setetes larutan amonium nitrat pekat. Penyingkiran karbon yang tersisa dilakukan dengan sebuah pembakar.

Perhatian yang agak lebih besar harus diberikan pada proses ketika digunakan pembakar untuk mengabukan kertas saring. Karena pembakar dapat menghasilkan suhu yang jauh lebih tinggi, terdapat bahaya dari uap yang keluar sedemikian cepatnya pada tahap awal pemanasan sehingga terjadi kehilangan endapan secara mekanis. Kemungkinan yang hampir sama muncul jika kertas dibiarkan terbakar. Akhirnya, sepanjang ada karbon, juga terdapat kemungkinan

reduksi kimia pada endapan; hal ini merupakan masalah serius karena oksidasi kembali setelah pengabuan kertas tidaklah mudah.

Untuk meminimalkan kesulitan-kesulitan ini, krus diletakkan seperti diilustrasikan pada Gambar 57. Posisi krus yang dimiringkan memungkinkan akses udara yang mudah. Sebuah tutup krus yang bersih harus diletakkan di dekatnya, agar siap digunakan ketika diperlukan.



Gambar 57 Pemijaran endapan dengan akses ke udara. (a) Mulailah pemanasan perlahan-lahan dari tepi. (b) Jangan biarkan nyala api memasuki krus.

Catatan: Selalu letakkan krus atau tutupnya yang panas di atas kasa kawat – jangan pernah meletakkannya langsung di permukaan meja. Permukaan yang dingin

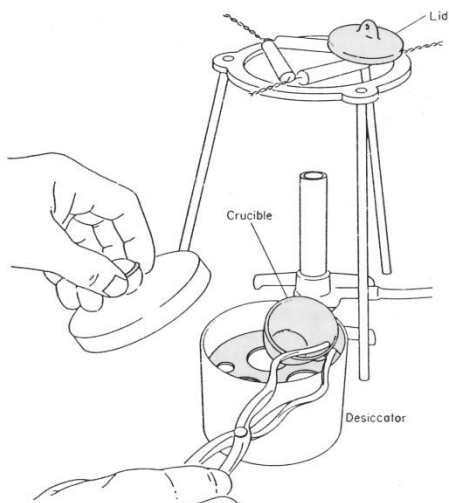
dapat meretakkan krus, dan debu, cat, dsb. mudah menempel pada porselen sehingga mengubah massanya.

Pemanasan kemudian dimulai dengan nyala pembakar yang kecil. Nyala ini berangsur-angsur diperbesar seiring lepasnya uap dan mulai mengarangnya kertas. Timbulnya asap merupakan petunjuk intensitas pemanasan yang dapat diterima dengan aman. Biasanya asap ini akan tampak sebagai gumpalan (*wisp*) tipis. Jika volume asap yang dilepaskan meningkat dengan cepat, pembakar harus disingkirkan sementara; kondisi ini menunjukkan bahwa kertas hampir menyala. Jika, walaupun telah mengikuti peringatan dini, muncul nyala api, padamkan segera dengan tutup krus. (Tutup mungkin berubah warnanya akibat pengembunan produk-produk berkarbon; hal ini pada akhirnya harus dihilangkan dengan pemijaran sedemikian rupa sehingga dapat diyakini bahwa tidak ada lagi partikel endapan yang *entrained*.) Akhirnya, ketika tidak ada pengasapan lebih lanjut yang terdeteksi, sisa karbon dihilangkan dengan menurunkan krus secara bertahap

ke dalam nyala api penuh dari pembakar. Pemanasan yang kuat, selama diperlukan, kemudian dapat dilakukan. Berhati-hatilah, hindari memanaskan krus dalam bagian pereduksi dari nyala api.

g) Mendinginkan Krus ke Massa Konstan

Tempatkan krus beserta isi dan tutupnya yang masih hangat di dalam desikator, yang berisi desikan yang efektif, agar mendingin sebelum ditentukan massanya (Gambar 58). Prosedur ini memungkinkan Anda memperoleh pembacaan timbangan ke massa konstan, terutama dalam atmosfer yang lembap.

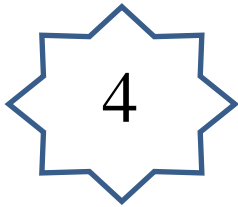


Gambar 58 Mendinginkan krus ke massa konstan.

h) Ringkasan

1. Oksidasi kertas dengan sempurna menjadi CO_2 dan H_2O .
2. Catat massa krus yang telah disiapkan sebelumnya.
3. Letakkan krus seperti pada Gambar 57a.
4. Naikkan suhu *perlahan-lahan* sampai semua residu karbon hitam terbakar habis.
5. Letakkan pembakar sedemikian rupa sehingga gas pereduksi dari nyala api tidak dipantulkan ke dalam krus (Gambar 57b).
6. Ubah posisi krus untuk memapar porsi segar ke suhu tertinggi dari pembakar.
7. Pemijaran akhir mengubah endapan menjadi oksida anhidrat: (a) Lepaskan tutup krus. (b) Pijarkan pada panas merah selama 30 menit dengan pembakar Fisher, Meker, atau pembakar suhu-tinggi lainnya; atau Anda dapat menggunakan tanur *muffle*.
8. Dinginkan krus di dalam desikator (Gambar 58).
9. Tentukan massa krus dingin.

10. Ulangi tahap 7–9 sampai tercapai massa konstan.



ANALISIS GRAVIMETRIK

Analisis gravimetric merupakan analisis yang menggunakan bahan analisis padat dalam prosesnya. Oleh karena itu, dalam proses analisis gravimetric melibatkan tahapan dimulai dari penanganan contoh atau sampel seperti jumlah,waktu, diidentifikasi sampelnya, serta identitas dan asal-usul sampel.

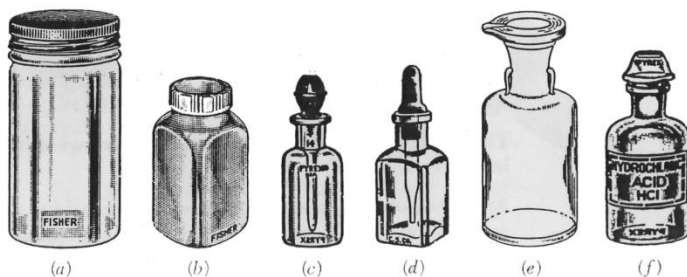
1. Penanganan Contoh di Dalam Laboratorium

Teknisi dapat menganalisis suatu contoh yang telah disiapkan sebelumnya atau menyiapkan contoh baru untuk diuji, dianalisis, atau dievaluasi. Setiap contoh harus diidentifikasi dan diberi label atau etiket seluruhnya sedemikian rupa sehingga tidak menimbulkan pertanyaan mengenai asal-usul atau sumbernya.

Beberapa informasi yang mungkin ada di dalam contoh tersebut ialah:

1. Jumlah contoh.
2. Nomor identifikasi-eksperimen buku catatan laboratorium.
3. Tanggal.
4. Asal-usul, misalnya nama teknisi, dan nomor rujukan-silang.
5. Bobot atau volume.
6. Kode identifikasi wadah.
7. Apa yang hendak dilakukan dengan contoh, penetapan apa yang akan dilakukan, atau analisis apa yang diinginkan.

Wadah yang cocok ditunjukkan pada Gambar 59.



Gambar 59 (a) dan (b) Botol penyimpanan-padatan dan -cairan untuk bahan kimia dan contoh; berbagai desain, tutup, dan ukuran. (c–e)

Botol penetes untuk mengeluarkan cairan dengan volume yang kecil. (f) Botol penyimpanan-cairan untuk asam, basa, pereaksi, dan garam di laboratorium.

2. Praperlakuan Contoh

Ketika tiba di laboratorium, contoh sering kali memerlukan perlakuan sebelum dianalisis, terutama jika berbentuk padatan. Salah satu tujuan praperlakuan ini ialah untuk menghasilkan bahan yang sedemikian homogen sehingga bagian kecil manapun yang diambil untuk analisis akan identik dengan bagian-bagian kecil yang lain. Hal ini biasanya melibatkan pengcilan ukuran partikel menjadi beberapa persepuluh milimeter dan pencampuran mekanis yang baik. Tujuan lain praperlakuan ini ialah untuk mengubah zat ke suatu bentuk yang mudah diserang oleh pereaksi yang digunakan dalam analisis; dengan bahan refraktori (tahan-api) secara khusus, hal ini melibatkan penggilingan menjadi serbuk yang sangat halus. Akhirnya, contoh mungkin harus dikeringkan atau kadar airnya mungkin harus ditetapkan, karena faktor ini berubah-ubah bergantung pada kondisi udara dan juga keadaan fisik contoh.

3. Penghancuran dan Penggilingan

Dalam memperlakukan contoh padatan, terkadang diperlukan sejumlah tertentu penghancuran atau penggilingan untuk memperkecil ukuran partikel. Sayangnya, pekerjaan ini cenderung mengubah komposisi contoh, dan karena alasan ini, ukuran partikel harus dikurangi tidak lebih daripada yang diperlukan untuk kehomogenan dan agar mudah diserang oleh pereaksi.

Gilingan-bola atau -jar adalah jar atau wadah, biasanya terbuat dari porselen, yang dipaskan dengan sebuah tutup dan *gasket* yang dapat dikencangkan dengan aman ke jar itu. Jar diisi setengahnya dengan *flint pebbles* atau bola porselen atau logam, dan kemudian bahan yang akan digiling ditambahkan secukupnya untuk menutupi *pebbles* atau bola dan rongga-rongga di antara mereka. Tutup jar dikencangkan dengan aman untuk menutup rapat-rapat gilingan tersebut, dan jar diputar pada suatu rangkaian pemutar. Lamanya waktu penggilingan bahan bergantung pada kehalusan yang diinginkan dan kekerasan bahan. Jar kemudian dikosongkan ke dalam sebuah kasa dengan mesh yang kasar untuk memisahkan *pebbles* atau bola dari bahan yang digiling.

4. Perubahan pada Contoh

Beberapa faktor dapat menyebabkan perubahan yang berarti pada komposisi contoh sebagai akibat penggilingan. Di antara faktor-faktor ini, kaloralah yang pembentukannya tak terelakkan. Kalor dapat menyebabkan hilangnya komponen-komponen atsiri dalam contoh. Selain itu, penggilingan memperbesar luas permukaan padatan dan karena itu, meningkatkan kerentanannya terhadap reaksi dengan udara. Sebagai contoh, telah diamati bahwa kadar besi(II) dari suatu batuan dapat berubah sebanyak 40% selama penggilingan – jelas akibat langsung dari oksidasi besi oleh udara menjadi besi(III).

Sumber galat lainnya yang potensial dalam penghancuran dan penggilingan campuran berasal dari perbedaan kekerasan komponen-komponen suatu contoh. Bahan yang lebih lunak diubah menjadi partikel-partikel yang lebih kecil dengan lebih cepat daripada yang keras; kehilangan apapun dari contoh dalam bentuk debu karena itu, akan menyebabkan perubahan komposisi. Lebih lanjut, hilangnya contoh dalam bentuk fragmen-fragmen yang terbang harus dihindari, karena fragmen-fragmen ini cenderung terbuat dari komponen yang lebih keras.

Pengaruh Penggilingan pada Kadar Air. Sering kali, kadar air dan karena itu, komposisi kimia suatu padatan berubah cukup banyak selama penggilingan dan penghancuran. Perubahan kadar air yang terjadi bisa berupa penurunan, bisa pula peningkatan.

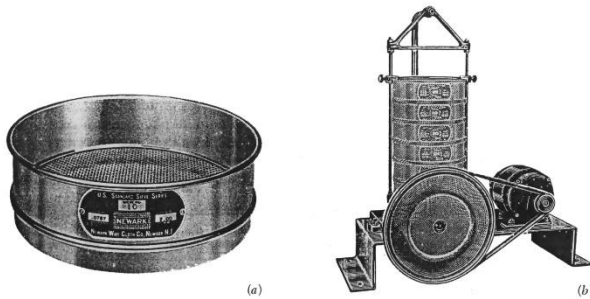
Penurunan kadar air terkadang diamati ketika seseorang menggiling padatan yang mengandung air esensial dalam bentuk hidrat; misalnya, kadar air gipsum, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, menurun dari 20 ke 5%. Tidak diragukan lagi, perubahan ini merupakan hasil dari pemanasan yang terpusat selama penggilingan dan penghancuran partikel.

Kehilangan juga terjadi ketika contoh yang mengandung air teroklusi diperkecil ukuran partikelnya. Di sini, proses penggilingan mengoyak rongga sehingga air lebih terpapar dan dapat menguap. Yang mungkin lebih umum, proses penggilingan disertai dengan peningkatan kadar air, terutama karena bertambahnya luas permukaan yang terpapar ke udara. Peningkatan air yang terjepit pun terjadi. Besarnya pengaruh ini cukup untuk mengubah secara berarti komposisi padatan. Misalnya, kadar air sekeping porselen dalam bentuk partikel kasar ialah nol, tetapi setelah digiling beberapa lama, kadar airnya didapati

0,62%. Penggilingan suatu batuan-hijau *basaltic* selama 120 menit mengubah kadar airnya dari 0,22 ke 1,70%.

5. Penapisan

Penapisan (*screening*) bahan sedikit demi sedikit sering dilakukan untuk meningkatkan efisiensi penggilingan. Dalam pekerjaan ini, contoh yang telah digiling ditempatkan di atas ayakan kawat atau kain (Gambar 60) yang akan melewatkan partikel dengan ukuran yang diinginkan. Partikel-partikel yang tersisa kemudian dikembalikan untuk digiling kembali; pekerjaan ini diulangi sampai seluruh contoh melewati kasa. Proses ini tentu saja akan menghasilkan pemisahan komponen-komponen berdasarkan kekerasannya, bahan yang paling kokoh akan menjadi yang terakhir melewati kasa; tentu saja penggilingan harus dilanjutkan sampai partikel yang terakhir telah lewat. Tentunya diperlukan pencampuran setelah penapisan. Ayakan dibuat untuk memenuhi spesifikasi American Society for Testing and Materials (ASTM). Terbuat dari baja nirkarat, perunggu, nikel, atau bahan lain, mereka tersedia dalam berbagai ukuran lubang ayakan.



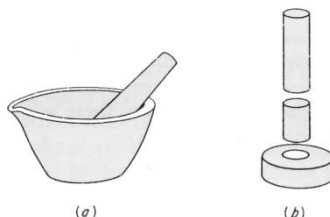
Gambar 60 (a) Ayakan (*Newark Wire-cloth Co.*).
 (b) Penggoyang ayakan mekanis (*Fisher Scientific Company*).

6. Permukaan Penggiling

Galat yang serius dapat terjadi selama penggilingan dan penghancuran sebagai akibat pemakaian mekanis dan pengikisan permukaan penggiling. Karena alasan ini, hanya bahan-bahan terkeras seperti baja yang diperkeras, agate, atau boron karbida yang digunakan sebagai permukaan penggiling. Bahkan dengan bahan-bahan ini pun, pencemaran contoh kadang-kadang dijumpai.

Alu dan lumpang (Gambar 61), alat penggilingan yang paling kuno, masih memiliki kegunaan yang luas dalam laboratorium analitis. Alat ini sekarang tersedia dalam berbagai ukuran dan bentuk dan biasanya terbuat dari

kaca, porselen, agate, *mullite*, dan bahan-bahan keras lainnya.



Gambar 61 Alu dan lumpang. (a) Lumpang porselen. (b) Alu agate.

Perhatian:

1. *Selalu bersihkan alu dan lumpang dengan baik sebelum maupun sesudah menggerus setiap contoh.*
2. *Jangan pernah menggerus dua bahan secara bersamaan kecuali jika secara khusus dikatakan untuk melakukan demikian.*

Ledakan-ledakan kecil dan sejumlah ledakan besar pernah terjadi, menyebabkan jari dan mata hilang atau terbakar, karena teknisi lalai terhadap kedua aturan sederhana ini.

7. Uji Nyala Api untuk Identifikasi Unsur

Teknisi sering melakukan uji pendahuluan pada suatu contoh untuk mengetahui keberadaan unsur-unsur umum tertentu. Uji ini dapat mencakup uji nyala api, yang mudah dilakukan sebagai berikut:

1. Buatlah sebuah kumparan kawat platinum atau Nichrome yang dililitkan pada batang kaca. Bersihkan dengan hati-hati dengan mencelupkannya ke dalam sedikit HCl pekat (dalam sebuah tabung reaksi), kemudian panaskan dalam nyala api biru dari pembakar jenis-Bunsen sampai berwarna merah ceri. Jika kumparan kawat tersebut bersih, nyala api tidak akan berubah warna; jika nyala api menunjukkan warna apapun, ulangi proses ini sampai Anda yakin bahwa kumparan bebas dari cecaran apapun. Seringlah mengganti asam.
2. Tuangkan sejumlah kecil serbuk contoh pada sebuah kaca arloji yang bersih.
3. Panaskan kumparan kawat yang *bersih* ini sampai merah ceri dan celupkan ke dalam contoh. Sebagian serbuk akan melekat pada kumparan itu. Ketuk batang kaca perlahan-lahan untuk melepaskan setiap kelebihan contoh.
4. Tempatkan kembali kumparan kawat plus contoh ke dalam nyala api dan panaskan sekali lagi sampai merah ceri. Seperti ditunjukkan dalam Tabel 11, unsur-unsur

tertentu akan memberikan warna yang khas pada nyala api.

5. Pastikan untuk membersihkan kumparan kawat dengan baik setiap mengganti contoh.

Tabel 11 Uji nyala api untuk unsur-unsur.

Warna nyala api	Unsur yang terindikasi
Biru	
Biru langit	Timbel, selenium, CuCl_2 (dan semua senyawaan tembaga yang lain apabila dibasahi dengan HCl); CuBr_2 menampakkan warna biru langit, kemudian diikuti oleh warna hijau.
Biru muda	Arsenik dan beberapa senyawanya; selenium.
Biru kehijauan	CuBr_2 ; arsenik; timbel; antimoni.
Hijau	
Hijau zamrud	Senyawaan tembaga selain halida (apabila tidak dibasahi oleh HCl); senyawaan talium.
Hijau-biru	Fosfat yang dibasahi dengan asam sulfat; B_2O_3 .
Hijau bersih	Senyawaan talium dan telurium.
Hijau-kuning	Barium; mungkin molibdenum; borat (dengan H_2SO_4).
Hijau pucat	Senyawaan antimoni dan amonium.
Hijau keputih-putihan	Zink.
Merah	
<i>Carmine</i>	Senyawaan litium (ditamengi oleh barium atau natrium), tidak tampak ketika dilihat melalui kaca hijau, terlihat violet melalui kaca kobalt.
<i>Scarlet</i>	Senyawaan kalsium (ditamengi oleh barium), tampak kehijauan ketika dilihat melalui kaca kobalt and hijau melalui kaca hijau.
<i>Crimson</i>	Senyawaan strontium (ditamengi oleh barium), terlihat violet melalui kaca kobalt, kekuningan melalui kaca hijau.
Violet	Senyawaan kalium selain silikat, fosfat, dan borat; rubidium dan sesium serupa. Warna ditamengi oleh litium dan/atau natrium, tampak merah-ungu melalui kaca kobalt dan kaca hijau-kebiruan.
Kuning	Natrium, walaupun dalam jumlah yang sangat sedikit; tidak tampak jika dilihat melalui kaca kobalt.

G. Meringkan Kristal yang Terkumpul

1. Kristal yang Disaring Secara Gravitasi

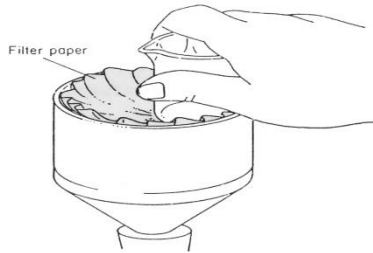
Kristal hasil penyaringan-gravitasi yang terkumpul pada kertas saring dapat dikeringkan dengan metode berikut ini.

Perhatian: Pastikan untuk memberi label yang baik pada semuanya.

1. Lepaskan kertas saring dari corong. Buka kertas saring tersebut dan ratakan di atas sebuah kaca arloji yang ukurannya cocok atau sebuah pinggan penguapan yang dangkal. Tutuplah kaca arloji atau pinggan tersebut dengan sepotong besar kertas saring yang bersih dan kering (amankan agar tidak tertiuip angin) dan biarkan kristal kering-udara.

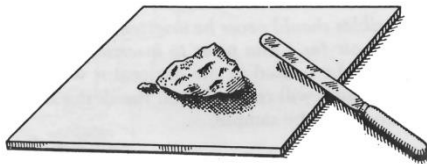
Perhatian: Zat yang higroskopik tidak dapat dikering-udarkan dengan cara ini.

2. Tekan keluar kelebihan air dari kristal tersebut dengan meletakkan kertas saring di atas kristal yang basah dan memberikan tekanan dengan benda yang tepat (Gambar 62).



Gambar 62 Menekan keluar kelebihan air dari kristal yang basah merupakan suatu metode yang dapat digunakan pada kristal yang disaring secara gravitasi maupun vakum, sebagaimana yang ditunjukkan di sini.

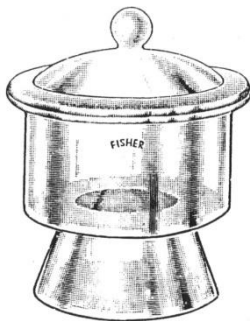
3. Gunakan spatula untuk bekerja dengan massa yang *pasty* di atas sebuah lempengan berpori (Gambar 63); kemudian biarkan mengering.



Gambar 63 Lempengan berpori menyerap kelebihan air.

4. Gunakan lampu inframerah portabel untuk menghangatkan contoh dan meningkatkan laju penyaringan. Pastikan suhu tidak melebihi titik leleh contoh.

- Gunakan desikator yang diisi dengan desikan (Gambar 64).



Gambar 64 Desikator.

2. Desikator

Desikator ialah sebuah wadah kaca yang diisi dengan suatu zat yang menyerap air (*desikan*); alat kaca ini digunakan untuk memberikan atmosfer yang kering bagi benda dan zat. Desikator digunakan untuk mencapai dan mempertahankan udara berkelembapan rendah untuk penyimpanan contoh, endapan, krus, botol timbang, dan peralatan lainnya. Gunakan desikator sebagai berikut:

- Lepaskan tutup desikator dengan menggesernya ke samping seperti pada Gambar 65.



Gambar 65 Melepaskan tutup desikator.

2. Letakkan benda yang akan dikeringkan pada lempengan *platform* porselen.
3. Lumasi kembali lingkaran kaca-asah dengan jeli minyak-bumi (*petroleum jelly*) atau gemuk silikon jika diperlukan.
4. Geser kembali tutup ke posisinya.

Perhatian: Krus panas tidak boleh langsung dimasukkan ke dalam desikator. Biarkan mendingin dulu di udara selama 1 menit. Jika tidak, udara di dalam desikator akan dipanaskan ketika desikator ditutup. Saat mendingin, akan terbentuk vakum sebagian, dan desakan seketika udara dapat menumpahkan contoh ketika desikator dibuka.

Catatan: Desikator vakum dilengkapi dengan lengan samping, sedemikian rupa sehingga mereka dapat dihubungkan dengan vakum dan isinya akan terkena vakum dan bukan udara yang dikeringkan.

Desikator jenis-vakum harus digunakan untuk mengeringkan kristal yang basah oleh pelarut organik. Desikator vakum tidak boleh digunakan untuk zat yang mudah menyublim.

Desikator harus dijaga kebersihannya dan muatan desikannya harus sering diperbarui kembali agar tetap efektif. Hal ini dilakukan sebagai berikut:

1. Lepaskan tutup dan lempengan penyangga porselen.
2. Tumpahkan desikan bekas ke dalam wadah yang sesuai.
3. Cuci dan keringkan desikator.
4. Isi kembali dengan desikan baru (Gambar 66).



Gambar 66 Mengisi desikator dengan desikan segar.

5. Gemuki kembali tutup kaca-asah.
6. Tempatkan kembali penyangga porselen.
7. Geser tutup ke posisinya pada desikator.

3. Kristal yang Disaring Dengan Vakum

Kristal yang disaring-vakum dapat dikeringkan dengan salah satu dari dua cara berikut:

1. Lepaskan kerak penyaringan dan gunakan prosedur yang disebutkan pada pengeringan kristal yang terkumpul secara gravitasi.
2. Setelah semua kristal terkumpul pada corong Büchner, corong ditutup dengan longgar dengan sebuah piringan penguapan atau potongan kertas saring yang lebih besar (amankan dari tiupan angin.) Sistem vakum kemudian dipertahankan untuk menarik udara melalui kristal yang basah, yang akan mengering dalam waktu singkat.

Catatan: Lebih sedikit waktu yang akan diperlukan untuk mengeringkan kristal jika, sambil melanjutkan sistem vakum, penutup dilepaskan secara berkala dan kerak dicampurkan (hati-hati!) dan diratakan dengan spatula sebelum tutup tersebut diamankan kembali.

4. Mengeringkan Kristal dalam Tabung Sentrifus

Ketika sejumlah sangat kecil kristal dikumpulkan dengan sentrifugasi, mereka dapat dikeringkan dengan mengenakan vakum dalam tabung sentrifus sambil

menghangatkan dengan hati-hati tabung itu (Gambar 67). Prosedur ini mencegah kehilangan apapun dari sejumlah kecil kristal yang terkumpul, sebagaimana yang akan terjadi jika Anda mencoba memindahkan kristal keluar dari tabung dengan sebuah *policeman* karet.

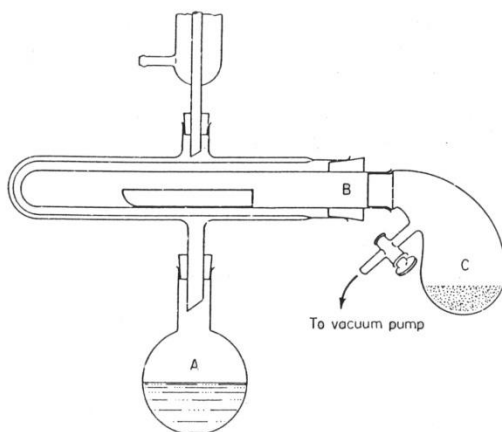


Gambar 67 Mengeringkan kristal dalam sebuah tabung sentrifus.

5. Pistol Pengering Abderhalden

Beberapa zat menahan air dan pelarut lainnya sedemikian kuat sehingga mengeringkan mereka dalam desikator biasa pada suhu kamar tidak akan menghilangkan pelarut tersebut. Dalam hal ini, *pistol pengering* (Gambar 68) bekerja dengan sangat baik. Zat yang akan dikeringkan ditempatkan dalam sebuah perahu yang dimasukkan ke dalam pistol, yang kemudian dihubungkan dengan suatu

sumber vakum. Dalam volume yang terkandung juga terdapat sebuah kantong untuk bahan penjerap yang efektif, seperti P_4O_{10} untuk air, KOH padat atau pelet NaOH untuk gas asam, atau lapisan tipis lilin parafin untuk penyingkiran pelarut organik. Suhu pengeringan zat ditentukan dari titik didih cairan yang merefluks.



Gambar 68 Radas (“pistol”) pengering-vakum Abderhalden. A, cairan yang dipanaskan dan merefluks; B, bilik pengeringan-vakum; C, desikan.

H. Meringkakan Pelarut Organik

Air dapat dihilangkan dari cairan dan larutan organik dengan mencampurkan cairan tersebut dengan bahan pengering yang sesuai. Air dapat larut sampai jumlah

tertentu dalam semua cairan organik, dan setiap pelarut organik yang telah digunakan dalam ekstraksi bersama air, yang tak-saling-campur dengan pelarut itu, akan mengandung air. Setiap pelarut organik akan melarutkan persentase air yang khas bagi dirinya sendiri. Misalnya, etil eter akan mengandung sekitar 1,5% air. Untuk “mengeringkan” atau mendehidrasi pelarut organik, kita gunakan *bahan pengering*.

Catatan: Pemilihan bahan pengering harus dilakukan dengan hati-hati. Bahan pengering yang dipilih tidak boleh bereaksi dengan senyawa atau menyebabkan senyawa menjalani reaksi apapun, selain menghilangkan air. Bahan pengering yang paling baik adalah yang bereaksi paling cepat dan tidak-dapat-balik dengan air dan tidak bereaksi dengan ataupun memengaruhi dengan cara apapun pelarut atau zat terlarut yang larut di dalamnya.

Prinsip. Bahan pengering padat ditambahkan pada pelarut organik yang basah. Bahan ini menghilangkan air, dan kemudian padatan yang terhidrasi dipisahkan dari pelarut organik dengan dekantasi dan penyaringan.

Prosedur:

1. Tuangkan cairan organik ke dalam labu yang dapat ditutup. Tambahkan sedikit demi sedikit bahan pengering, dengan mengocok labu dengan kuat setelah setiap penambahan. Tambahkan bahan pengering sebanyak yang diperlukan.
2. Biarkan semalam atau selama waktu yang ditentukan sebelumnya.
3. Saring hidrat padat dari cairan tersebut dengan corong dan kertas saring.

Catatan: Ulangi jika perlu.

1. Efisiensi Pengeringan

Efisiensi pengeringan ditingkatkan jika pelarut organik dipapar berulang kali pada porsi-porsi segar dari bahan pengering, persis seperti menjadi lebih baiknya efisiensi ekstraksi dengan pemaparan berulang-ulang zat terlarut pada pelarut ekstraksi segar. Efisiensi pengeringan paling rendah ketika larutan yang basah dipapar pada seluruh bahan pengering secara bersamaan.

Beberapa bahan pendehidrasi sangat kuat dan berbahaya, terutama jika kadar air dari pelarut organik tinggi. Bahan-bahan ini hanya boleh digunakan setelah pelarut organik yang basah dikeringkan terlebih dulu secara

kasar dengan bahan yang lebih lemah. Jika Anda ragu akan kelayakan menggunakan suatu bahan pendehidrasi khusus, selalu berkonsultasi dengan Asisten Anda atau dengan ahli dalam bidang ini. (Lihat Tabel 12 dan 13.)

2. Klasifikasi Bahan Pengering

- a) Bahan-bahan yang membentuk senyawa dengan air hidrasi (hidrat dapat dikembalikan ke bentuk anhidrat dengan pemanasan yang sesuai untuk menghilangkan air): Na_2CO_3 , Na_2SO_4 , CaCl_2 anhidrat, ZnCl_2 , NaOH , CaSO_4 , H_2SO_4 (95%), silika gel, CaO .

Catatan: Kelumit asam yang tersisa dalam produk reaksi cairan-organik basah turut terbawa bersama air ketika digunakan bahan pengering *basa*: Na_2CO_3 , NaOH , $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Tabel 12 Intensitas bahan pengering

Intensitas tinggi	Intensitas sedang	Intensitas rendah
$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2^*$	KOH	Na_2CO_3
Ayakan molekular	NaOH	Na_2SO_4
Logam natrium (Na)	K_2CO_3	MgSO_4
P_4O_{10}	CaSO_4	
H_2SO_4 (pekat)	CaO	
	CaCl_2	

* $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ ialah bahan pengering paling

efektif yang tersedia, tetapi berisiko menimbulkan ledakan dengan senyawa organik asam atau yang mudah dioksidasi.

Tabel 13 Sifat-sifat bahan pengering

Senyawa	Keasaman	Komentar
Kalsium sulfat	Netral	Umum digunakan; tersedia secara komersial sebagai Drierite®; sangat cepat.
Kalsium klorida	Netral	Bereaksi dengan senyawaan N dan O; cepat; digunakan untuk hidrokarbon dan R-X.
Magnesium sulfat	Netral	Umum digunakan; cepat (hindari senyawa yang peka terhadap asam). Umum digunakan; lembut; kapasitas tinggi; pengering kasar untuk larutan dingin.
Natrium sulfat	Netral	Digunakan dengan ester, nitril, keton, alkohol (tidak untuk digunakan dengan senyawa asam).
Kalium karbonat	Basa	Digunakan dengan ester, nitril, keton, alkohol (tidak untuk digunakan dengan senyawa asam).
Natrium karbonat	Basa	Digunakan hanya dengan senyawa lembam; sangat cepat; kuat; baik untuk amina.
Natrium hidroksida	Basa	Digunakan hanya dengan senyawa lembam; sangat cepat; kuat; baik untuk amina.
Kalium hidroksida	Basa	Digunakan untuk alkohol dan amina; lambat; efisien; tidak untuk digunakan dengan senyawa asam.
Kalsium oksida	Basa	Digunakan hanya dengan senyawa lembam (eter, hidrokarbon, halida); cepat; efisien.
Tetrafosforus deoksida	Asam	Umum digunakan; intensitas tinggi, dikeringkan dulu dengan bahan yang biasa.
Ayakan molekular 3Å, 4Å	Netral	Sangat efisien; digunakan untuk hidrokarbon jenuh, hidrokarbon aromatik, dan halida; bereaksi dengan alkena dan senyawa basa.
Asam sulfat	Asam	

b) Bahan-bahan yang membentuk senyawa baru melalui reaksi kimia dengan air: logam natrium, CaC₂, P₄O₁₀.

Perhatian: Bahan pendehidrasi ini sangat reaktif dan paling efisien. Gunakan dengan hati-hati. Mereka bereaksi dengan air menghasilkan berturut-turut NaOH, CaOH, dan H₃PO₄.

- (1) *Jangan menggunakan* mereka apabila bahan pengering itu sendiri atau produk yang dibentuknya akan bereaksi dengan senyawa atau menyebabkan senyawa itu sendiri mengalami reaksi atau penataan ulang.
- (2) *Gunakan untuk mengeringkan* hidrokarbon jenuh, hidrokarbon aromatik, eter.
- (3) Senyawa yang akan dikeringkan tidak boleh memiliki gugus fungsi, seperti $-OH$ dan $-COOH$, yang akan bereaksi dengan bahan pengering.
- (4) *Jangan mengeringkan alkohol* dengan logam natrium. *Jangan mengeringkan asam* dengan $NaOH$ atau bahan pengering basa lainnya. *Jangan mengeringkan amina* (atau senyawa basa) dengan bahan pengering asam. *Jangan menggunakan* $CaCl_2$ untuk mengeringkan alkohol, fenol, amina, asam amino, amida, keton, atau aldehida dan ester tertentu.

3. Menentukan Apakah Pelarut Organik “Kering”

Bahan pengering akan menggumpal, melengket ke dasar labu ketika suatu larutan “basah”. Mereka bahkan

akan larut dalam larutan yang sangat basah jika jumlah bahan pengering yang ditambahkan tidak mencukupi. Larutan pelarut yang basah tampak keruh; larutan yang kering jernih. Jika larutan “kering”, bahan pengering padat akan terus bergerak dan mudah bergeser pada dasar labu.



ALAT-ALAT KACA DI LABORATORIUM

Pendahuluan

Selama bertahun-tahun, pabrikan telah membuat peralatan laboratorium dari kaca dengan sambungan kaca-asah (*ground-glass joints*) yang memiliki dimensi standar dan dirancang agar pas satu sama lain dengan sempurna. Rangkaian kaca-asah ini mampu (1) memberikan penutupan yang sempurna untuk tekanan vakum dan sedang, (2) menghilangkan sama sekali pencemaran oleh sumbat, (3) memperlebar batas suhu penggunaan alat ke atas, serta (4) memberikan rangkaian yang lebih rapi dan lebih profesional. Karena itu, fitur ini mengeliminasi penggunaan sumbat karet, plastik, dan perop sebagai sambungan antara potongan-potongan peralatan yang berbeda.

Ukuran antar-sambungan (*interjoint*) dinyatakan dengan 2 angka. Angka pertama menunjukkan diameter perkiraan (dalam mm) dari tabung yang lebih besar, sedangkan angka kedua menunjukkan panjang permukaan-asah. Sambungan $19/38$ berdiameter sekitar 19 mm dan panjangnya kira-kira 38 mm (lihat Tabel 14). Penyuai (*adapter*) yang membesar atau mengecil memungkinkan pilihan desain dan ukuran sambungan yang tidak terbatas. Alat kaca antar-sambungan ditandai sebagai sambungan jantan atau betina, sambungan langsung, sambungan bola, atau kombinasi apapun yang diinginkan (lihat Tabel 15).

Tabel 14

Sambungan No.	Diameter luar tabung (mm)	Sambungan No.	Diameter luar tabung (mm)	Sambungan No.	Diameter luar tabung (mm)	Sambungan No.	Diameter luar tabung (mm)
5/20	5	14/35	12	34/45	32	55/50	52
7/25	6	19/38	17	40/50	37	60/50	57
10/30	8	24/40	22	45/50	42	71/60	68
12/30	10	29/42	27	50/50	47	103/60	100

Tabel 15

Bola/sendi No.	Bola/sendi No.	Bola/sendi No.	Bola/sendi No.
7/1	12/3	28/12	40/25
12/1	12/5	28/15	50/30
12/1,5	18/7	35/20	65/40
12/2	18/9	35/25	75/50
			102/75

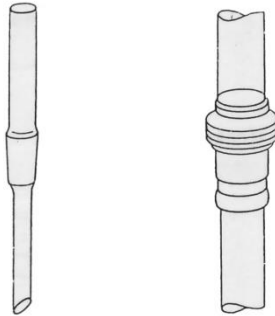
Beberapa keuntungan alat kaca sambungan-asah adalah sebagai berikut:

1. Karena tidak digunakan sumbat atau sambungan gabus, karet, atau plastik, pencemaran atau perubahan warna bahan kimia, seperti akibat gabus yang hancur, karet yang mengembang, atau plastik yang memasuki reaksi, dihindari.
2. Unit-unit dapat dirangkai dan dipisahkan berkali-kali dengan cepat untuk melakukan berbagai pekerjaan. Ini berbeda dari sumbat gabus, misalnya, yang harus dipilih, dibor, atau dipaskan dulu; karena itu, lebih menghemat waktu.
3. Bagian yang pecah segera dapat digantikan oleh duplikatnya yang standar dan sangat sama.
4. Tidak perlu digunakan tabung sempit seperti pada sumbat gabus dan karet, sehingga memungkinkan *full-width tubing*.

1. Peralatan Kaca-Asah

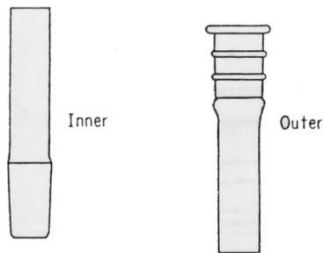
a) Sambungan dan Jepitan (Clamps)

Lihat Gambar 69 sampai 76.



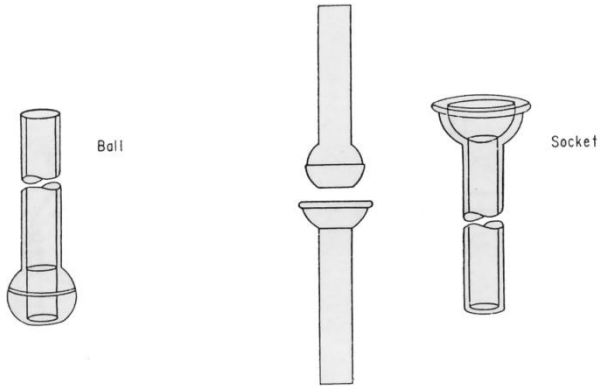
Gambar 69 Sambungan kaca-asah dengan berdekatan.

Gambar 70 Jepitan baja nirkarat untuk *drip tube* yang ditempelkan sambungan kaca-asah hanya pada ujung yang lebih kecil disekrup bersama-sama agar dari zone asah.

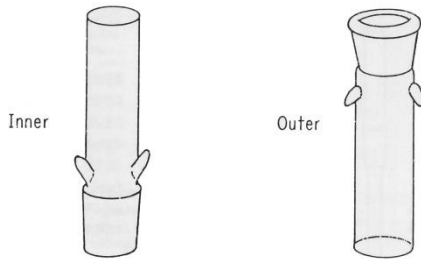


Gambar 71 Sambungan kaca-asah jantan,

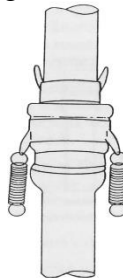
Gambar 72 Sambungan kaca-asah betina,



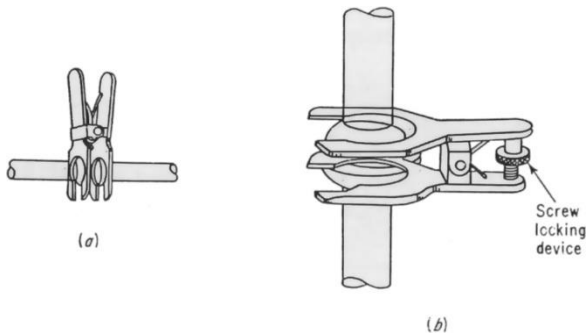
Gambar 73 Sambungan kaca-asah bola-dan-sendi.



Gambar 74 Sambungan kaca-asah dengan kait-kait.



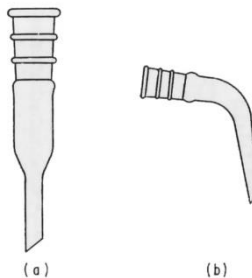
Gambar 75 Kait tegangan (*tension hooks*) untuk memegang sambungan kaca-asah bersama-sama dengan kokoh (*tabs*, kait, dan pegas baja nirkarat).



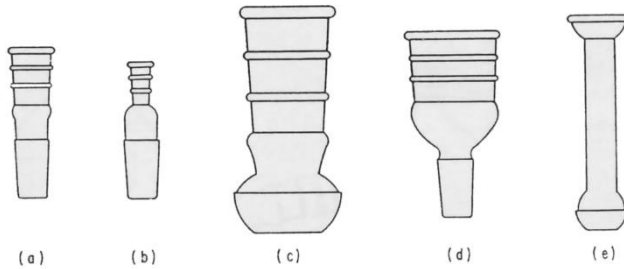
Gambar 76 Jepitan untuk sambungan bola-dan-sendiri. (a) Dirapatkan-oleh-pegas untuk ukuran yang lebih kecil. (b) Alat pengunci-sekrup untuk ukuran yang lebih besar. Angka ukuran menunjukkan diameter (dalam mm) dari bola yang sesuai dengan jepitan itu. (Angka ukuran: 7, 12, 12A, 18, 18A, 28, 35, 40, 50, 65, 75, 100).

b) Komponen

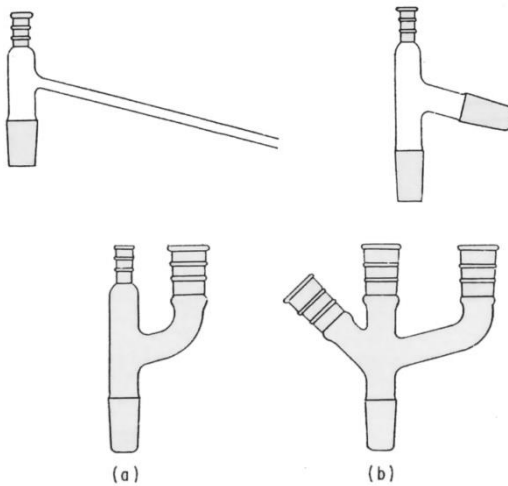
Lihat Gambar 77 sampai 91.



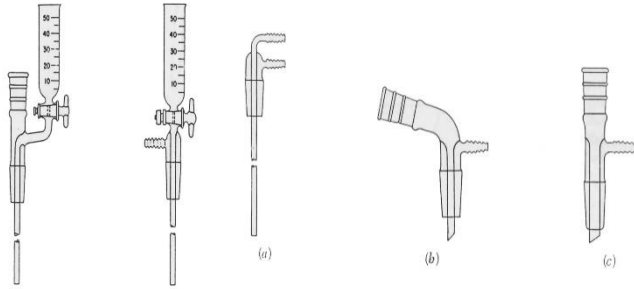
Gambar 77 Penyuai *drip*: (a) Lurus. (b) Bersudut.



Gambar 78 Penyuai yang khas: (a) Lurus. (b) Mengecil. (c) Gabungan – lurus ke bola. (d) Membesar. (e) Bola-dan-sendi.



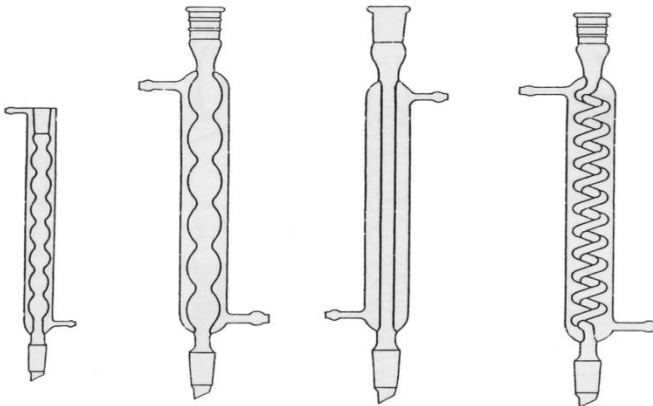
Gambar 79 Penyuai dengan kepala untuk **Gambar 80** Penyuai paralel. (a) Tiga-jalur penyulingan yang sederhana. (b) Empat-jalur.



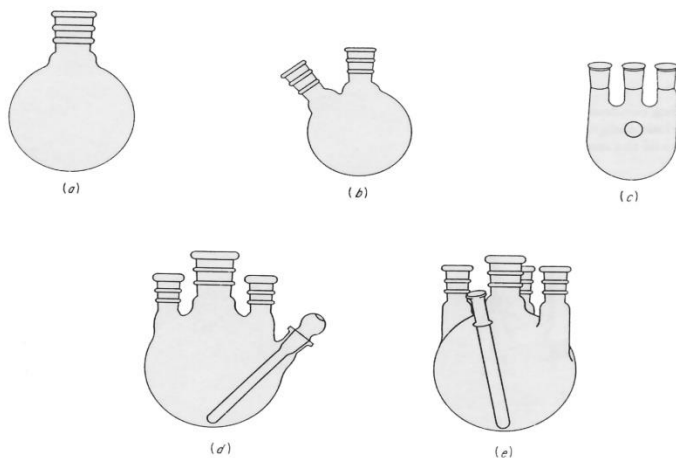
Gambar 81 Penyuai dengan tabung
Gambar 82 (a) Penyuai tabung-*inlet*-gas. pengisian yang berskala. (b) Penyuai sambungan-vakum bersudut. (c) Penyuai sambungan-vakum lurus.



Gambar 83 Kolom kromatografik kosong.



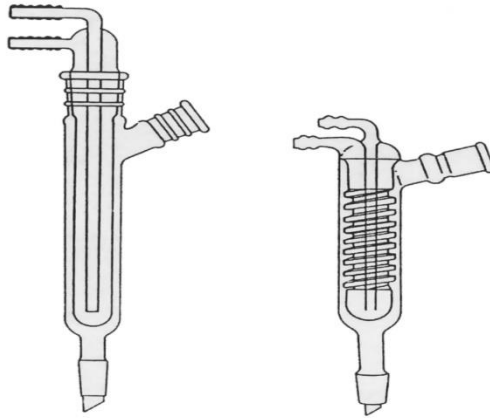
Gambar 84 Berbagai desain kondensor.



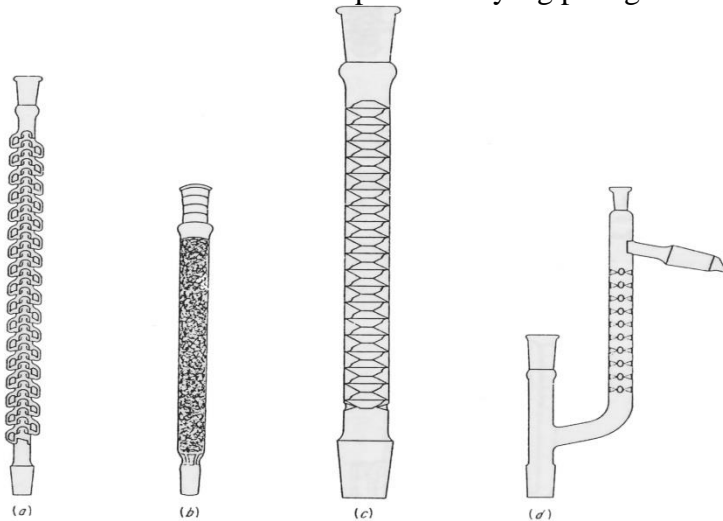
Gambar 85 Labu reaksi berdasar-bulat dengan mulut yang berbeda-beda. (a) Leher-tunggal standar. (b) Leher-dua bersudut. (c) Leher-tiga sejajar. (d) Leher-tiga dan sumur termometer. (e) Leher-empat dan sumur termometer.



Gambar 86 Labu reaksi dengan tekukan (*indentation*) untuk meningkatkan turbulensi saat mencampurkan larutan.

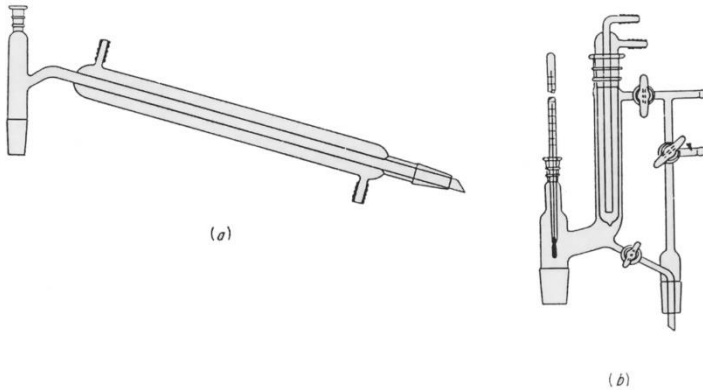


Gambar 87 Kondensor reflux terdapat dalam berbagai desain. Ini merupakan dua yang paling umum.

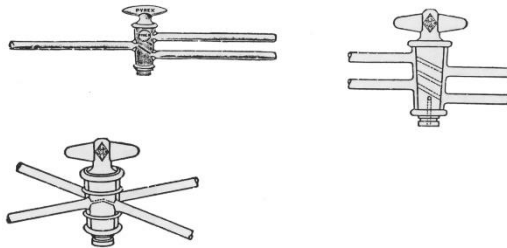


Gambar 88 Kolom penyulingan-bertingkat dengan penyulingan biasa atau vakum. (a) *Bubble cap*. (b) Spons kawat baja nirkarat. (c)

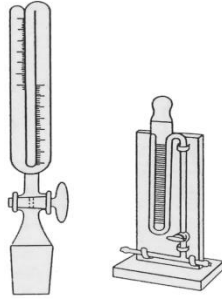
Pengemasan layar Stedman. (d) Vigreux atau Claisen.



Gambar 89 Kepala untuk penyulingan. (a) Jenis Liebig atmosferik. (b) Jenis vakum atau atmosferik dengan banyak cerat yang memungkinkan isi distilat pada penerima dipindahkan tanpa menghentikan vakum. Nisbah refluks diatur oleh cerat itu.



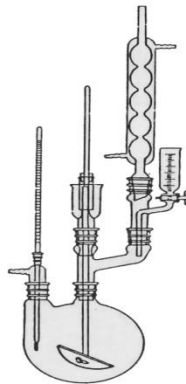
Gambar 90 Cerat. (a) Tiga-jalur; memungkinkan cairan untuk disalurkan sesuai keinginan atau sama sekali dihentikan alirannya. (b) *Oblique-bore* empat-jalur dengan lubang udara ke dasar *plug*. (c) *V-bore* empat-jalur.



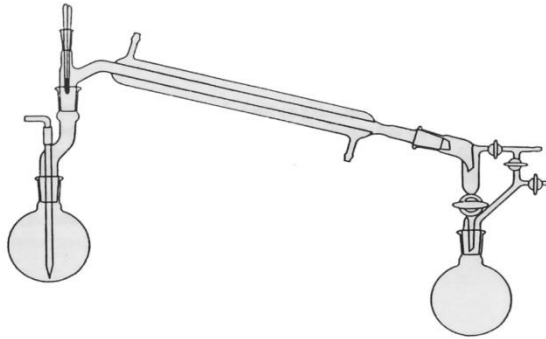
Gambar 91 Meteran vakum jenis-manometer yang digunakan untuk menunjukkan tekanan dalam suatu sistem tertutup.

c) Rangkaian

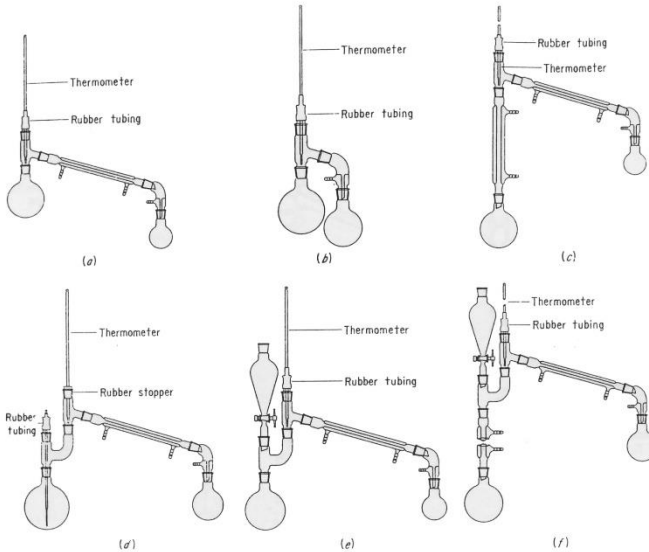
Lihat Gambar 92 sampai 94.

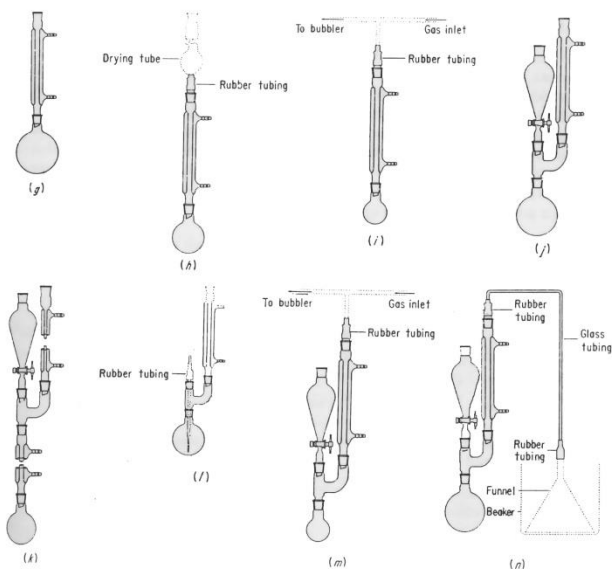


Gambar 92 Radas reaksi refluks dengan pengaduk, tabung *inlet*-gas, termometer, dan corong untuk penambahan.



Gambar 93 Radas penyulingan sederhana untuk digunakan pada tekanan udara atau vakum. Distilat dapat dipisahkan menjadi fraksi-fraksi tanpa mengganggu penyulingan vakum.





Gambar 94 Saran “*how to*” untuk menggunakan rangkaian sambungan-kaca-asah: (a) Penyulingan sederhana, tekanan udara atau vakum. (b) Penyulingan padatan atau cairan yang kental atau bertitik didih-tinggi. (c) Penyulingan bertingkat, tekanan udara atau vakum (kolom sebaiknya dikemas dengan spons baja nirkarat). (d) Penyulingan uap, atau penyulingan vakum dengan *bubbler* kapiler gas. (e) Pemekatan pelarut atau ekstrak, tekanan udara atau vakum. (f) Pemekatan pelarut atau ekstrak, dengan penyulingan bertingkat, tekanan udara atau vakum (kolom sebaiknya dikemas dengan spons baja nirkarat). (g) Refluks sederhana. (h) Refluks sederhana, udara kering. (i)

Refluks, atmosfer lembam. (j) Penambahan dan refluks untuk cairan bertitik didih tinggi. (k) Penambahan dan refluks untuk cairan bertitik didih rendah. (l) *Inlet* dan refluks gas. (m) Penambahan dan refluks, atmosfer lembam. (n) Penambahan dan refluks dengan pemerangkapan gas yang dilepaskan. Saran untuk keamanan: (1) Ingatlah untuk memeriksa kembali rangkaian, terutama ketika menggunakan sistem tertutup. (2) Sediakan ventilasi yang memadai, khususnya ketika bekerja dengan pelarut atau bahan yang dapat menghasilkan uap toksik. (3) Pada umumnya, bahan yang digunakan mudah terbakar dan harus ditangani dengan hati-hati. (4) Dalam menangani alat kaca, ikuti petunjuk keamanan yang diberikan. (5) Pelajari lokasi peralatan keselamatan dan terbiasalah untuk menggunakannya dalam keadaan darurat.

2. Perawatan Permukaan Kaca-Asah

a) Pelumasan

Meskipun sambungan kaca-asah biasanya terhubung dengan baik tanpa penggunaan pelumas, umumnya disarankan untuk melumasi sambungan agar tidak saling menempel dan karena itu, mencegah pecah. Pada beberapa kondisi reaksi, mungkin tidak perlu digunakan pelumas, tetapi pada sebagian besar

kondisi, pelumas sebaiknya digunakan. Pelumasan memudahkan pemisahan alat bersambungan-asah dan mencegah kebocoran. Sambungan kaca-asah harus dijaga tetap bersih dan harus dibersihkan sebelum pelumasan. Debu, kotoran, dan bahan partikulat dapat menggores permukaan dan menyebabkan kebocoran.

Pemilihan pelumas. Pelumas harus tahan terhadap suhu tinggi, vakum tinggi, dan reaksi kimia. Pemilihan pelumas bergantung pada kondisi kerja yang digunakan. Beberapa pelumas yang dapat digunakan antara lain

1. *Pelumas silikon* untuk suhu tinggi dan vakum tinggi. Ia mudah larut dalam pelarut berklorin.
2. *Gliserin* untuk refluks atau ekstraksi dalam waktu lama. Bahan pelumas ini larut dalam air, tetapi tidak larut dalam bahan organik.
3. *Pelumas hidrokarbon* untuk penggunaan yang umum di laboratorium. Ia dapat larut dalam sebagian besar pelarut organik di laboratorium.

Melumasi Sambungan Kaca-Asah:

1. Lumasi *hanya* bagian atas dari sambungan sebelah dalam dengan sedikit pelumas.

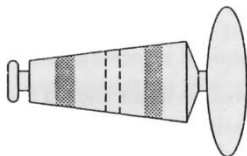
2. Hindari melumasi bagian apapun dari sambungan yang dapat bersentuhan dengan uap atau cairan dan menyebabkan pencemaran oleh pelumas.
3. Pemilihan pelumas bergantung pada bahan yang digunakan dalam alat kaca, dan pengaruh yang dimiliki oleh kondisi reaksi dan bahan tersebut pada pelumas.
4. Sambungan yang dilumasi dengan baik tampak jernih, tanpa saluran-saluran kecil yang sempit (*striations*).
5. Pelumasan diperlukan ketika sambungan harus kedap-udara dan jika alat kaca berisi larutan yang sangat basa.

Melumasi Cerat. Cerat harus dilumasi dengan baik dengan pelumas cerat yang cocok. Pelumas yang terlalu banyak dapat menyumbat lubang atau ujung buret.

Perhatian: Gunakan pelumas cerat yang dianjurkan. Pelumas silikon tidak boleh digunakan. Permukaan asah *harus bersih*.

Prosedur:

1. Sebarkan 2 pita-melingkar pelumas mengelilingi cerat (Gambar 95).



Gambar 95 Melumasi cerat.

2. Masukkan cerat ke dalam buret dan putar beberapa kali. Pelumas akan menyebar dan sambungan akan betul-betul transparan.

3. Penyimpanan Alat Kaca

a) Dalam Laci

Alat kaca dapat disimpan dalam laci luncur. Untuk mencegah pecahnya kaca, perhatikanlah hal-hal berikut:

1. Jika banyak benda kaca dengan aneka bentuk (*shapes* dan *forms*) terkumpul dalam laci luncur, pecah mungkin terjadi.
2. Jika laci terlalu pendek, alat kaca dapat pecah ketika laci ditutup.

3. Jika laci macet, hentakan seketika dapat menyebabkan benda-benda kaca berbenturan satu sama lain dengan kerasnya.
4. Labu bulat, *bulb*, dsb., dapat bergulir di dalam laci. Mereka sebaiknya dibungkus dengan bantalan dan diamankan dengan bahan pengisi.
5. Berhati-hatilah ketika memindahkan atau menempatkan benda kaca dari atau ke dalam laci.

b) Di Atas Rak dan di Dalam Kabinet

Ketika menyimpan alat kaca di atas rak dan di dalam kabinet

1. Harus terdapat ruang yang cukup.
2. Tidak ada bagian dari benda yang boleh menyembul melebihi tepi rak.
3. Barang-barang harus ditempatkan sedemikian rupa agar tidak menggelinding keluar atau bergulir mengenai barang yang lain.
4. Labu berdasar-bulat sebaiknya didudukkan pada cincin gabus.
5. Barang-barang yang berat, besar, atau tidak praktis sebaiknya disimpan pada tingkat dasar.

c) Penyiapan untuk Penyimpanan Jangka-Panjang

Jika alat kaca laboratorium tidak akan digunakan untuk jangka waktu yang lama, lepaskan cerat buret, sambungan kaca-asah, dan sumbat labu untuk menghindari pelekatan. Bersihkan pelumas dari sambungan. Longgarkan sedikit tutup dan cerat Teflon[®] untuk memperpanjang umur bahan *sealant*.

Agar mudah disimpan dan digunakan kembali, sisipkan secarik kertas tipis di antara permukaan-permukaan kaca-asah. Jika tidak, sambungan asah dapat saling menempel dan mungkin sangat sulit dipisahkan.

4. Merangkai Alat Kaca Sambungan-Asah

1. Rencanakan rangkaian Anda sedemikian rupa sehingga tempat kerja Anda tidak berantakan, dan semua komponen mudah diakses.
2. Gunakan sesedikit mungkin jepitan untuk menyangga radas dengan kokoh.
 - (a) Ketelitian sambungan kaca-asah memberi sedikit kelonggaran untuk ketidaksejajaran.
 - (b) Sambungan itu sendiri memberikan daya sangga dan ketegaran (*rigidity*) mekanis.

3. Sangga semua labu dengan cincin (Gambar 96) untuk kestabilan, sekalipun jepitan dapat menyangga leher labu itu.

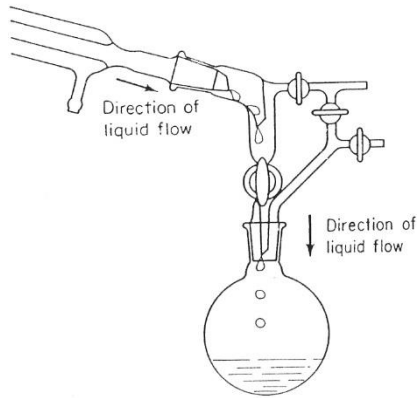


Gambar 96 Cincin penyangga; gunakan dengan penahan jepitan yang cocok untuk menopang bejana berdasar-bulat, corong, dan radas lainnya pada dudukan atau bingkai penyangga. Tersedia dalam berbagai ukuran dan panjang batang.

4. *Selalu* rangkai radas dari bawah ke atas.

Catatan:

Rangkai alat kaca sedemikian rupa sehingga setiap aliran cairan selalu melalui sambungan sebelah dalam (jantan). Ia tidak boleh mengalir ke dalam sambungan (Gambar 97). Peringatan-dini ini menjaga permukaan sambungan tetap bebas dari cairan dan mencegah kemungkinan pencemaran oleh pelumas.



Gambar 97 Arah aliran cairan dalam rangkaian dengan sambungan yang dihubungkan dengan ujung *drip*.

- (a) Pasang semua jepitan secara longgar pada awalnya, kecuali jepitan yang di bawah. *Gunakan jepitan yang tepat dengan ukuran yang sesuai* (Gambar 98 dan 99).
- (b) Berangsur-angsur kencangkan jepitan-jepitan tersebut ketika radas menuju rangkaian utuh, untuk mengakomodasi radas itu.
- (c) *Pastikan penjarannya tepat*, lalu akhirnya kencangkan semua jepitan.

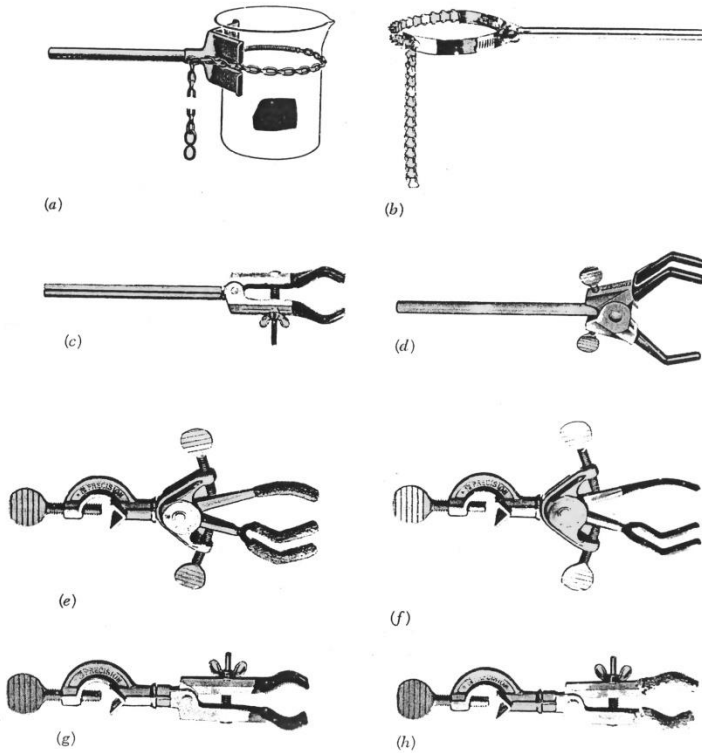
Perhatian: Selalu gunakan dudukan cincin yang stabil, yang *tidak goyang*, atau gunakan sebuah

jejaring bingkai yang kaku sebagai penyangga.
(Lihat Gambar 100.)

- (d) Jangan meletakkan radas Anda membentuk suatu sudut. Amalan laboratorium profesional menuntut agar benda yang diposisikan vertikal betul-betul tepat vertikal.
- (e) *Jangan pernah memaksakan penjajaran* radas kaca-asah. Hal ini menyebabkan pecah, kebocoran, dan fungsi yang tidak semestinya dari radas itu.

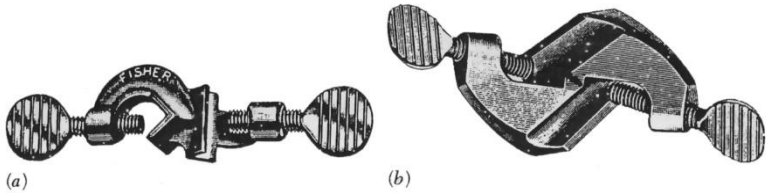
a) Keselamatan

1. *Selalu periksa kembali sistem Anda*, terutama ketika Anda bekerja pada tekanan yang rendah atau dengan bahan yang amat sangat berbahaya.



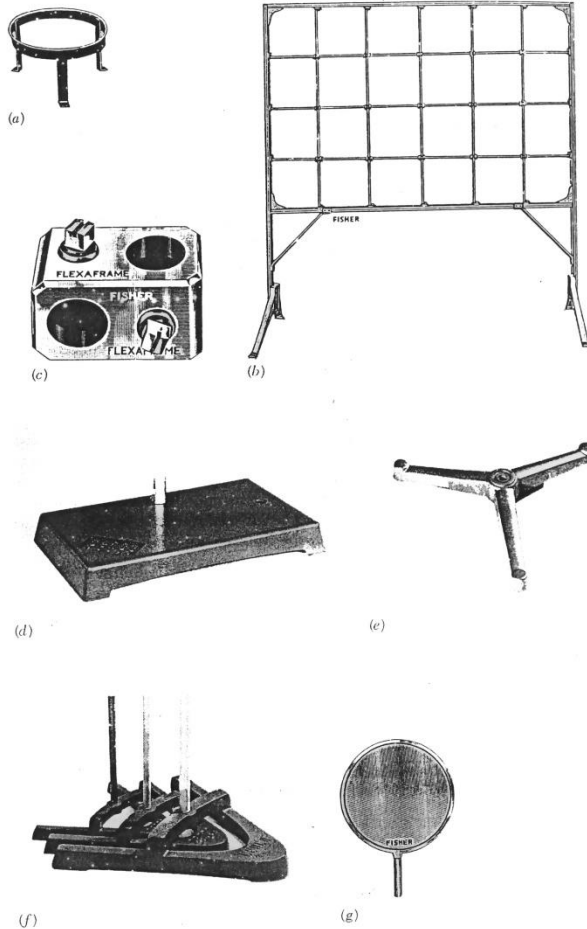
Gambar 98 Jepitan. (a) Jepitan gelas piala; ukuran rantai dapat disetel dengan tegangan pegas. (b) Jepitan jenis-sekrup dengan tegangan yang dapat disesuaikan. (c) Jepitan utilitas dengan pegangan yang panjang. (d) Jepitan tiga gigi, dua-rahang, berlapis-vinil dengan pegangan yang panjang untuk memegang peralatan. (e) Jepitan tiga-gigi, dua-rahang, berlapis-asbes. (f) Jepitan tiga-gigi, dua-rahang, berlapis-vinil. (g) Jepitan berposisi-tetap dengan

rahang berlapis-vinil. (h) Jepitan utilitas berposisi-tetap dengan rahang berlapis-asbes.



Gambar 99 Penahan jepitan melabuhkan batang ke batang yang lain dengan aman, menopang rangkaian, dan menahan jepitan untuk menopang rangkaian. Tersedia dalam arah sejajar (a) atau tegak-lurus (b).

2. *Selalu periksa sistem ventilasi Anda, terutama ketika Anda bekerja dengan gas beracun. Gunakan lemari asam jika perlu.*
3. *Jangan pernah menggunakan alat kaca yang retak atau pecah. Anda dapat kehilangan bahan Anda atau mungkin Anda terluka karena terkena bahan itu.*



Gambar 100 Penyangga. (a) Dasar penyangga yang bulat, diletakkan pada permukaan-daerah-kerja, untuk menopang wadah berdasar-bulat; tersedia dalam suatu rentang ukuran. (b) Bingkai lentur yang dapat dirangkai dari batang-batang yang beragam panjangnya

untuk memenuhi syarat sebagai penyangga radas. Memberikan dasar yang tunak tanpa menggunakan banyak dudukan penyangga. (c) Jepitan batang bersudut siku-siku. (d) Dasar penyangga batang-tunggal persegi panjang. Cukup kokoh pada tempat yang datar. (e, f) Kaki tiga memberikan penyangga yang kokoh bagi radas; mungkin memiliki dua batang vertikal. (g) Lempengan penyangga yang dijepitkan pada dasar penyangga atau bingkai penyangga dengan jepitan yang sesuai digunakan untuk menahan wadah berdasar-datar.

5. Bahan Baku Alat Kaca

Kaca bukanlah padatan kristalin sejati. Ia tidak memiliki titik leleh yang tajam dan dapat dibedakan. Ia lebih menyerupai suatu larutan padat atau cairan yang luar biasa kental, yang berangsur-angsur melunak ketika dipanaskan. Sifat kaca inilah yang membuat pengolahan-kaca mungkin dilakukan.

Alat kaca dari kapur-soda yang lunak tidak tahan-panas sebab titik lelehnya rendah (600–800 °C) dan memiliki koefisien pemuaian yang besar. Jika dikenai perubahan suhu yang ekstrem secara mendadak, alat ini akan pecah atau retak. Namun, ia dapat digunakan dengan

memuaskan untuk peralatan seperti labu volumetrik untuk menyimpan larutan, batang pengaduk, radas pengangkut-cairan dan -gas, serta wadah untuk reaksi dan pencampuran pada suhu-normal. Ia tidak dapat dipanaskan dengan nyala api terbuka atau dengan pemanas listrik. Ia dapat dikerjakan dengan pembakar Bunsen atau Tirrill dan diserang oleh basa.

Alat kaca laboratorium dari borosilikat yang keras, meleleh pada suhu tinggi (750–1100 °C), dan tahan-panas (misalnya, kaca merek Pyrex) harus digunakan kapanpun perubahan suhu secara mendadak dapat terjadi, misalnya untuk gelas piala yang mungkin didinginkan seketika, labu reaksi, serta kolom dan kondensor penyulingan. Ia harus digunakan setiap kali alat kaca dikenai nyala api langsung atau elemen pemanasan listrik. Ia dapat dikerjakan hanya dengan obor oksigen dan tahan terhadap serangan oleh basa. Lihat Tabel 16 untuk sifat-sifat kaca. Ketika memilih alat kaca, pilih jenis yang sesuai dengan kebutuhan Anda.

Tabel 16 Sifat-sifat kaca

Sifat	Jenis kaca	
	Pyrex ^a	Kimble Flint ^b
Koefisien pemuaian (0–300 °C)	$3,25 \times 10^{-8}/^{\circ}\text{C}$	$9,3 \times 10^{-8}/^{\circ}\text{C}$
Titik pelunakan (<i>softening</i>)	820 °C	700 °C
Titik pengerasan (<i>annealing</i>)	565 °C	526 °C
Titik regangan (<i>strain</i>)	515 °C	486 °C
Rapatan	2,23 g/cm ³	2,53 g/cm ³
Indeks bias	1,474 ^c	1,52

^a Corning 7740 Glass (Pyrex) ialah kaca borosilikat dengan kadar-basa-rendah yang bebas dari unsur-unsur kelompok magnesium-kapur-zink, logam berat, arsenik, dan antimoni. Ia memiliki keawetan kimia yang luar biasa. Kelarutan dapat diabaikan pada sebagian besar kondisi.

^b Kaca Kimble Standard Flint (R-6) ialah kaca kapur-soda superior yang dikembangkan terutama untuk bejana yang akan digunakan pada atau di dekat suhu ruang. Pada daerah suhu ini, reaksi dapat diabaikan antara kaca dan cairan yang dikandungnya.

^c Garis-D natrium.

6. Menangani Sumbat dan Cerat

a) Melonggarkan Sumbat dan Cerat yang ‘Macet’

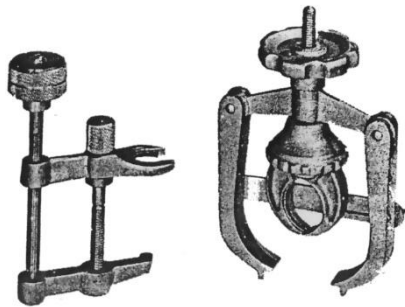
Alat kaca dan botol pereaksi di laboratorium memiliki sambungan kaca-ke-kaca yang kadang-

kadang ‘macet’. Untuk melonggarkan cerat, sumbat, atau sambungan kaca-ke-kaca apapun yang ‘macet’, Anda dapat menggunakan teknik-teknik berikut.

Perhatian: Ingatlah, *kaca itu rapuh*, dan akan pecah oleh hentakan termal atau mekanis yang hebat. *Berhati-hatilah dan tangani dengan lembut.* Jangan memberikan gaya yang terlalu kuat atau perlakuan yang kasar.

1. *Pengetukan perlahan-lahan.* Ketuk perlahan-lahan cerat atau sumbat yang macet dengan gagang *kayu* dari spatula. Ketuk sedemikian rupa sehingga arah gaya akan menyebabkan sumbat terlepas. Jika Anda mengetuk *terlalu keras*, sumbat akan pecah. Ketika mengetuk, pegang bendanya dengan tangan kiri dan ketuk perlahan dengan gagang kayu dari spatula yang dipegang di tangan kanan. (Lakukan sebaliknya jika Anda kidal.) Selalu bekerja langsung di atas permukaan meja yang dilapisi oleh bahan berbantalan halus untuk mencegah pecahnya sumbat yang jatuh.

2. *Pemanasan*. Coba rendam sambungan yang macet dalam air panas. Jika tidak berhasil, hangatkan *housing* cerat atau *housing* sumbat dengan lembut dalam nyala api yang berasap (*smoky flame*) dari suatu pembakar-gas seperti pembakar Bunsen. Panas menyebabkan *housing* memuai. Putar secara konstan agar pemanasan merata. Ketika panas, ketuk perlahan dengan gagang spatula. Ulangi beberapa kali, agar *housing* memuai dan berkontraksi untuk melepaskan tutup yang macet.
3. *Perendaman*. Rendam rangkaian yang macet dalam gliserin encer yang panas dan air atau pelarut berklorin (CCl_4) dan lemak.
4. *Jepitan pemisah-cerat*. Pasangkan jepitan ini (Gambar 101) pada cerat dan *housing* yang macet dan putar perlahan-lahan; *the knurled nut* memberikan tekanan untuk memisahkan komponen-komponen itu.



Gambar 101 Jepitan untuk melepaskan cerat dan sumbat yang macet.

Perhatian: Berhati-hatilah dan gunakan jepitan pemisah-cerat dengan prosedur 1–3 atau kombinasinya.

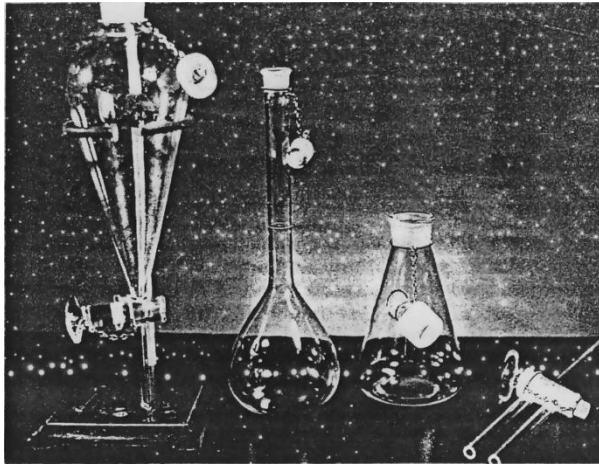
5. *Metode air soda.* Sambungan kaca-asah yang macet kadang-kadang dibebaskan dengan merendamnya dalam wadah air soda yang baru dibuka. Penetrasi cairan tampak dari terlihatnya cairan berwarna di antara sambungan-sambungan itu. Biarkan terendam cukup lama agar terjadi penetrasi maksimum. Kemudian keluarkan, bilas kuat dengan air keran, dan keringkan – biarkan permukaan dalamnya basah. Hangatkan dengan lembut sambungan sebelah luar di atas nyala Bunsen yang berasap sambil

terus-menerus diputar. Setelah timbunan karbon melapisi seluruh sambungan luar, keluarkan dari nyala api dan cobalah memutar komponen agar memisah (gunakan sarung tangan asbes untuk perlindungan terhadap kaca yang panas). *Jangan memaksakan.* Ulangi jika perlu.

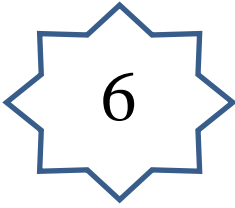
Perhatian: Jangan pernah menyimpan pereaksi basa dalam buret, botol, dan labu yang bertutup-kaca-asah. Tutup kaca-asah atau cerat dapat menempel.

b) Peranti Pengaman-Cerat

Jika cerat hilang, pecah, atau hancur berkeping-keping, alat kaca mungkin tidak dapat digunakan lagi. Untuk menghindari kecelakaan seperti itu, selalu amankan cerat bersama dengan piranti pengaman seperti yang ditunjukkan pada Gambar 102.



Gambar 102 Peranti untuk mengamankan tutup kaca dan sumbat.



Ekstraksi Zat Terlarut Menggunakan Pelarut Tak-Saling-Campur

Prinsip

Suatu zat terlarut mungkin dapat larut dalam banyak pelarut yang tidak saling bercampur (*immiscible*). Ketika larutan dari zat terlarut itu dalam salah satu dari dua pelarut yang tak-saling-campur dikocok kuat dengan pelarut yang lain, zat terlarut akan terbagi di antara kedua pelarut itu dengan cara sedemikian rupa sehingga nisbah konsentrasi (dalam mol per liter) zat terlarut konstan. Nisbah ini disebut *koefisien distribusi*, dan nilainya tidak bergantung pada volume kedua pelarut dan konsentrasi total zat terlarut.

Jenis ekstraksi ini memindahkan suatu zat terlarut dari satu pelarut ke pelarut yang lain. Teknik ini dapat digunakan untuk memisahkan produk reaksi dari reaktan dan untuk memisahkan zat yang diinginkan dari zat-zat yang lain dalam larutan. Corong pisah digunakan untuk keperluan ini. *Pelarut-pelarut tak-saling-campur*, yaitu yang tidak dapat bercampur satu sama lain untuk mencapai kehomogenan dan akan saling memisahkan diri menjadi fase-fase terpisah, *harus digunakan. Pelarut saling-campur*

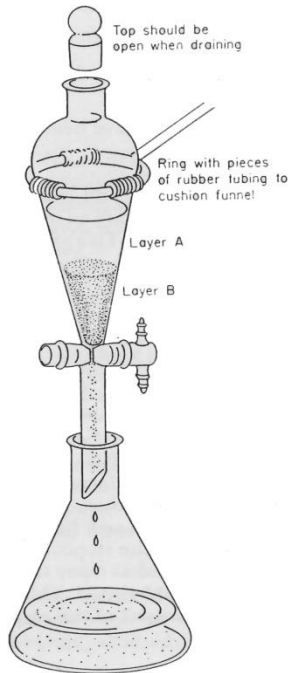
(miscible), yakni yang dapat dicampurkan dalam segala nisbah tanpa memisah menjadi dua fase, *tidak dapat digunakan*.

Catatan: Ekstraksi beberapa kali dengan porsi-porsi pelarut ekstraksi yang lebih sedikit lebih efektif ketimbang satu kali ekstraksi dengan volume yang besar.

Pilihan pelarut ekstraksi menentukan apakah zat terlarut tetap di dalam corong pisah atau terbawa di dalam pelarut yang dikeluarkan. *Pelarut yang memiliki rapatan lebih besar akan berada di lapisan bawah*. Karena itu, pelarut ekstraksi yang kurang rapat tetap di dalam corong pisah, dan yang lebih rapat ditarik keluar.

1. Prosedur yang Menggunakan Pelarut Ekstraksi dengan Rapatan yang Lebih Tinggi

Gunakan corong pisah dengan dudukan cincin atau penyangga lainnya. (Lihat Gambar 103.)



Gambar 103 Prosedur ekstraksi yang memisahkan cairan-cairan tak-saling-campur dengan bantuan corong pisah.

1. Gunakan corong pisah yang bersih; lumasi cerat (*barrel* dan *plug*)-nya dengan pelumas yang sesuai. (Rujuklah prosedur pelumasan cerat pada bab *Alat-alat Kaca di Laboratorium*)
2. Tuangkan larutan yang akan diekstraksi ke dalam corong, yang harus cukup besar untuk menampung

sekurang-kurangnya dua kali volume total larutan dan pelarut ekstraksi.

3. Tuangkan pelarut ekstraksi, lalu corong ditutup.
4. Kocok corong *dengan lembut*.
5. Balikkan corong dan buka ceratnya perlahan-lahan untuk melepaskan tekanan yang terbentuk.
6. Tutuplah cerat sementara corong masih terbalik, dan kocok kembali.
7. Ulangi tahap 5 dan 6.
8. Tempatkan corong dalam suatu penyangga kedudukan-cincin dan biarkan kedua lapisan cairan memisah. Lepaskan tutup corong.
9. Buka cerat perlahan-lahan dan keluarkan lapisan bawah.
10. Ulangi pekerjaan, diawali dari tahap 3, dengan pelarut ekstraksi yang baru, sesering yang diinginkan.
11. Gabungkan lapisan-lapisan bawah yang telah dikeluarkan.

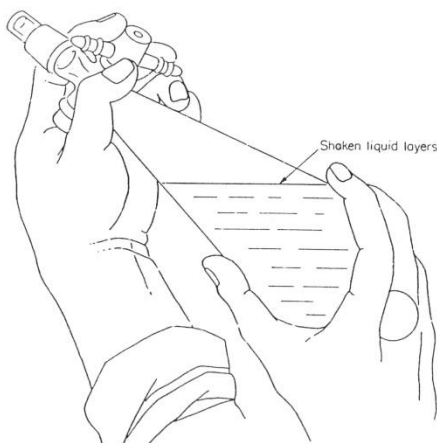
2. Perhatian dan Teknik

1. Corong pisah sangat mudah pecah dan mahal (terutama jika berskala). Jika akan disangga pada suatu kedudukan cincin besi, lapiasi cincin itu dengan bantalan dari tabung

karet yang dipotong membujur. Hal ini mencegah pecahnya corong akibat menyenggol cincin atau penyangga cincin ketika dikeluarkan atau dimasukkan.

2. Selalu pastikan bahwa cerat ada dalam posisi tertutup ketika corong dikembalikan ke posisi vertikal yang normal dan bahwa ia didudukkan dengan aman, tidak mengambang dengan longgar.
3. Jagalah agar tutup selalu didudukkan dengan aman pada corong. Ketika corong dikocok dengan kuat untuk mencampurkan kedua pelarut yang tak-saling campur, tekanan di dalam corong meningkat akibat pengaruh saling menambahkan dari tekanan uap parsial masing-masing. Jika digunakan NaHCO_3 dan terdapat asam, tekanan juga dapat ditingkatkan oleh pelepasan gas CO_2 yang dihasilkan. Tekanan yang tinggi ini diturunkan ke tekanan udara dengan memegang corong dalam posisi terbalik dengan dua tangan; tangan yang satu menahan tutup dengan aman, dan tangan yang lain membuka cerat (Gambar 104). Prosedur pelepasan udara ini diulangi sebanyak yang diperlukan, sampai tidak ada lagi pembentukan tekanan yang terdeteksi. Keadaan ini

ditandai oleh hilangnya bunyi “*whoosh*” dari uap yang meloloskan diri.



Gambar 104 Bagaimana memegang, menggoyang, dan mengalirkan udara dari sebuah corong pisah.

4. Kelumit bahan taklarut sering terkumpul pada antarmuka dari dua cairan yang taklarut. Sangat sulit untuk memisahkan lapisan-lapisan yang ada tanpa membawa serta sejumlah bahan ini. Namun, ia mudah disingkirkan dengan penyaringan setelah selesainya ekstraksi, atau bahkan pada tahapan selanjutnya, sambil mencuci atau mengeringkan ekstrak.

3. Prosedur Ekstraksi di Laboratorium

Prosedur ekstraksi digunakan untuk memisahkan, memurnikan, dan menganalisis zat; tiga metode utama diberikan di bawah ini.

a) Menggunakan Air

Air merupakan pelarut polar, dan zat-zat yang polar larut di dalamnya, misalnya garam-garam anorganik, garam dari asam-asam organik, asam dan basa kuat, senyawa berbobot molekul rendah, asam karboksilat, alkohol, senyawa polihidroksi, dan amina. Air akan mengekstraksi senyawa-senyawa ini dari pelarut organik tak-saling-campur apapun yang mengandung mereka.

b) Menggunakan Larutan Asam Berair Encer

Asam klorida encer (HCl 5–10%) akan mengekstraksi zat-zat basa seperti amina organik, senyawa heterosiklik bernitrogen, alkaloid, dsb. Senyawa basa ini diubah menjadi garam hidrokloridanya, yang larut dalam larutan berair dan karena itu, terekstraksi dari pelarut organik yang tak-saling-campur. Setelah ekstraksi dengan asam diselesaikan, pelarut organik diekstraksi dengan air

untuk menghilangkan asam apapun yang mungkin tersisa di dalam pelarut organik.

c) Menggunakan Larutan Basa Berair Encer

NaOH encer atau NaHCO_3 5% akan mengekstraksi zat terlarut yang asam dari suatu pelarut organik yang tak-saling-campur dengan mengubah zat terlarut tersebut menjadi garam natrium-nya, yang larut dalam air. Setelah ekstraksi dengan basa diselesaikan, pelarut organik diekstraksi dengan air untuk menyingkirkan basa apapun yang mungkin tertinggal dalam pelarut organik.

d) Ekstraksi Selektif

Prosedur ekstraksi dapat digunakan untuk memisahkan fenol dari asam karboksilat karena, meskipun fenol asam, asam karboksilat sekitar 10^5 kali lebih asam daripada fenol. Fenol tidak diubah menjadi garamnya oleh NaHCO_3 , sedangkan asam karboksilat diubah. Karena itu, ekstraksi dengan larutan NaHCO_3 akan mengekstraksi asam karboksilat sebagai garam. Ekstraksi dengan NaOH akan mengubah fenol maupun asam karboksilat menjadi garam natriumnya, dan NaOH akan mengekstraksi keduanya ke dalam fase

berair. NaOH merupakan basa yang cukup kuat untuk mendeptonasikan fenol, sedangkan NaHCO₃ terlalu lemah.

4. Pertimbangan dalam Memilih Pelarut

- (a) Suatu zat cenderung melarutkan zat yang sejenis.
- (b) Pelarut organik cenderung melarutkan zat terlarut organik (lihat Tabel 17).

Tabel 17 Pelarut organik yang umum.

Lebih ringan dari air	Lebih berat dari air
Dietil eter	Kloroform
Benzena	Etilena diklorida
Eter minyak bumi	Metilena klorida
Ligroin	Tetraklorometana
Heksana	

- (a) Air cenderung melarutkan senyawa anorganik serta garam dari asam dan basa organik.
- (b) Asam-asam organik, yang larut dalam pelarut organik, dapat diekstraksi ke dalam larutan air dengan menggunakan basa (NaOH, Na₂CO₃, atau NaHCO₃).

Lihat Tabel 18 untuk informasi mengenai berbagai pelarut.

Tabel 18 Sifat-sifat berbagai pelarut yang digunakan untuk ekstraksi larutan berair.

Senyawa	Sifat-sifat
Dietil eter	Umumnya pelarut yang baik; menyerap 1,5% air; memiliki kecenderungan yang kuat untuk membentuk peroksida.
Metilena klorida	Dapat membentuk emulsi; mudah dikeringkan.
Eter minyak bumi (pentana, heksana, dsb.)	Mudah dikeringkan; pelarut yang buruk untuk senyawa polar.
Benzena	Cenderung membentuk emulsi.
Etil asetat	Baik untuk senyawa polar; menyerap sejumlah besar air.
2-Butanol	Baik untuk senyawa yang sangat polar; mudah mengering.
Tetraklorometana	Baik untuk senyawa nonpolar; mudah dikeringkan.
Kloroform	Mudah dikeringkan; cenderung membentuk emulsi.
Diisopropil eter	Cenderung membentuk peroksida.

a) Dietil Eter

Dietil eter ialah pelarut organik yang lazim digunakan karena

1. Mudah disingkirkan dari zat terlarut karena sangat atsiri.
2. Murah.
3. Merupakan pelarut yang daya larutnya luar biasa tinggi.

Namun, pelarut ini memiliki kekurangan seperti

1. Bahaya kebakaran.
2. Toksik.
3. Sangat larut dalam air.
4. Kemampuan untuk dipulihkan kembali yang buruk, karena keatsiriannya yang tinggi.

5. Bahaya ledakan karena terbentuknya peroksida.

5. Peroksida dalam Eter

Keamanan dalam menggunakan dietil eter dapat ditingkatkan dengan mendeteksi dan menghilangkan setiap peroksida yang terbentuk.

a) Deteksi Peroksida dalam Eter

Eter cenderung membentuk peroksida selama disimpan, dan peroksida ini dapat menyebabkan ledakan yang hebat dan menghancurkan. *Selalu* uji keberadaan peroksida dalam eter sebelum menyuling mereka, baik saat memekatkan larutan atau memurnikan eter. Salah satu yang mana saja dari tiga uji berikut ini dapat digunakan:

Uji 1. Ferotiosianat yang tidak berwarna berubah menjadi feritiosianat yang merah.

1. Siapkan pereaksi.

(a) Larutkan 9 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ dalam 50 mL HCl 18%.

(b) Tambahkan sedikit zink granular.

(c) Tambahkan 5 g natrium tiosianat. Ketika warna merah menghilang, tambahkan lagi 12 g natrium tiosianat.

- (d) Dekantasi supernatan yang jernih, dari sisa zink, ke dalam botol penyimpanan yang baru.
2. Tambahkan eter yang akan diujikan tetes demi tetes ke dalam pereaksi pada tabung reaksi. Larutan akan menjadi merah jika terdapat peroksida. Uji ini peka sampai 0,001%.

Uji 2. Metode 1: Iodida yang tidak berwarna berubah menjadi iodin yang kuning (cokelat).

1. Siapkan larutan KI berair 10%.
2. Tambahkan 1 mL larutan KI pada contoh eter yang akan diujikan. Biarkan campuran selama 1 menit.
3. Munculnya warna kuning menandakan peroksida.

Metode 2:

1. Siapkan larutan KI 10% dalam asam asetat glasial (100 mg KI/mL).
2. Tambahkan 1 mL cairan yang akan diujikan ke dalam 1 mL larutan.
3. Warna kuning menunjukkan konsentrasi peroksida yang rendah; warna cokelat menandai konsentrasi peroksida yang tinggi.

Uji 3.

1. Siapkan suatu larutan uji yang mengandung proporsi zat-zat berikut (larutan 0,1%): 1 mg $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$, 1 mL H_2O , dan 1 tetes H_2SO_4 encer.
2. Tambahkan beberapa tetes larutan yang mengandung peroksida pada larutan uji. Terbentuknya warna biru yang menandai keberadaan ion perkromat pada lapisan organik merupakan uji positif bagi peroksida.

b) Penyingkiran Peroksida dari Eter

Terdapat beberapa metode sederhana yang dapat digunakan:

1. Lewatkan eter melalui sebuah kolom yang mengandung alumina teraktivasi.
2. Simpan eter di atas alumina teraktivasi.

Perhatian:

Jangan sampai alumina mengering. Elusi atau cuci alumina dengan FeSO_4 berair 5%.

3. Kocok eter dengan larutan FeSO_4 pekat (100 g $\text{FeSO}_4 + 42 \text{ mL HCl pekat} + 85 \text{ mL H}_2\text{O}$).

Catatan: Beberapa eter menghasilkan aldehida ketika diperlakukan demikian. Singkirkan

mereka dengan pencucian dengan KMnO_4 1%, dilanjutkan dengan ekstraksi dengan NaOH berair 5% untuk menghilangkan asam apapun yang terbentuk; lanjutkan sekali lagi dengan pencucian air.

4. Cuci eter dengan larutan natrium metabisulfit: natrium pirosulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$). Zat ini bereaksi secara stoikiometrik dengan eter.
5. Cuci eter dengan trietilenetetramina dingin (buat campuran 25% berdasarkan massa eter).
6. Dalam hal eter larut-air, refluks dengan CuCl 0,5% (berdasarkan massa) dan lanjutkan dengan penyulingan eter itu.

6. Pemulihan Zat Terlarut yang Diinginkan dari Pelarut Ekstraksi

Setelah ekstraksi, pelarut ekstraksi dan zat terlarut yang sekarang dikandungnya diproses untuk memulihkan *zat terlarut* yang diinginkan dan, jika mudah dilakukan, untuk memperoleh kembali pelarut ekstraksi tersebut karena alasan ekonomi.

a) Emulsi

Sering kali, ketika larutan berair diekstraksi dengan pelarut organik, atau larutan organik diekstraksi dengan larutan berair, terbentuk emulsi selain kedua fase yang terpisah dan dapat dibedakan. *Emulsi* merupakan suspensi koloidal pelarut organik di dalam pelarut berair atau suspensi pelarut berair di dalam pelarut organik sebagai tetesan-tetesan kecil (*minute droplets*). Keadaan ini terjadi ketika zat terlarut dapat berperan sebagai detergen atau sabun atau ketika terdapat zat terlarut yang kental dan bergom. Emulsi juga dapat terjadi jika corong pisah yang mengandung kedua pelarut itu dikocok dengan luar biasa hebatnya. Begitu terbentuk emulsi, mungkin diperlukan waktu yang sangat lama sebelum komponen-komponen tersebut memisah.

b) Memecahkan Emulsi

Pembentukan emulsi dapat diminimalkan dengan memutar corong pisah dengan lembut dan bukan mengocoknya dengan hebat; atau corong dapat dibalikkan dengan hati-hati beberapa kali untuk mencapai ekstraksi.

Emulsi yang disebabkan oleh perbedaan rapatan yang terlalu kecil antara lapisan air dan organik dapat dipecahkan dengan penambahan pelarut organik rapatan-tinggi seperti tetraklorometana (karbon tetraklorida). Pentana dapat ditambahkan untuk menurunkan rapatan lapisan organik, jika diinginkan demikian, terutama ketika lapisan berair memiliki rapatan yang tinggi karena garam-garam yang terlarut. Larutan garam NaCl atau Na₂SO₄ jenuh akan meningkatkan rapatan lapisan berair. “*Salting out*” juga membantu memisahkan lapisan-lapisan itu. Dalam ekstraksi sederhana, koefisien distribusi pelarut pengekstraksi dapat ditingkatkan dengan penambahan suatu garam anorganik (NaCl atau Na₂SO₄) yang dapat larut ke dalam lapisan air. Garam larut dalam lapisan air dan menurunkan kelarutan cairan organik di dalamnya. Campuran cairan yang tak-saling-campur dalam corong pisah dapat membentuk *larutan homogen* pada pengocokan dan tidak dapat memisah menjadi dua lapisan yang terpisah dan dapat dibedakan. Kondisi ini dapat disebabkan oleh adanya suatu pelarut *mutual*, seperti alkohol atau dioksana. Dalam hal ini, tambahkan

kristal NaCl atau Na₂SO₄ atau sejumlah kecil larutan jenuh dari garam-garam ini, dan kocok kembali. Biasanya, dua lapisan akan mulai memisah.

Salah satu atau beberapa di antara teknik-teknik berikut mungkin juga berguna untuk memecahkan emulsi:

- (1) Tambahkan beberapa tetes penghilang-busa silikon.
- (2) Tambahkan beberapa tetes asam encer (jika diperbolehkan).
- (3) Tariklah suatu aliran udara di atas permukaan dengan sebuah tabung yang dihubungkan dengan pompa air.
- (4) Tempatkan emulsi dalam tabung sentrifus yang cocok dan sentrifugasi sampai emulsinya pecah.
- (5) Saring secara gravitasi atau dengan corong Büchner (menggunakan aspirator atau pompa, untuk vakum yang lebih kuat).
- (6) Tambahkan beberapa tetes larutan detergen.
- (7) Biarkan emulsi selama beberapa waktu.
- (8) Tempatkan emulsi di dalam lemari es.

DAFTAR PUSTAKA

- Arifin, B. 2008. Pengenalan alat labotarorium Dasar. Departemen Kimia IPB. Bogor.
- Brady, J. 1999. General Chemistry, principles & structure. Terjemahan Bina rupa aksara. Jakarta.
- Girindra, A. 1993. Biokimia I. PT gramedia pustaka utama. Jakarta.
- Mikrajudin Abdullah.2016. Fisika Dasar 1.
- Esler,William & Mary K. 1993. Teaching elementary science. Belmont California. Wadsworth Publshing company.
- Nono Sutarno dkk. 2006. Materi dan pembelajaran IPA SD. Universitas Terbuka Press.
- Herlen W. 1992. The Teaching of Science: studies in primary education.London: David fulton publisher.
- Gega, Peter C. 1994. How to teach elementary science. New York: Macmillan Publishing company.
- Takashi Ito. 2011. Kimia Dasar. Online publishing.