

PENUNTUN PRAKTIKUM KIMIA ANALITIK

Staf Bagian Kimia Analitik



**BAGIAN KIMIA ANALITIK
DEPARTEMEN KIMIA FMIPA IPB
2015**

i PRAKATA

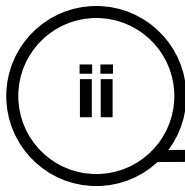
Penuntun praktikum ini disusun sebagai pedoman untuk pelaksanaan kegiatan praktikum mata ajaran Kimia Analitik Layanan (Kim 230) yang diberikan untuk mahasiswa Mayor Ilmu dan Teknologi Pangan (ITP), Mayor Biologi, dan Mayor Biokimia di Institut Pertanian Bogor. Kegiatan praktikum dimulai dengan pengenalan kembali alat laboratorium yang dimaksudkan untuk melatih kembali keterampilan penggunaan alat-alat laboratorium. Materi lain yang disertakan dalam penuntun praktikum ini adalah materi analisis kualitatif, analisis kuantitatif, dan metode pemisahan.

Ucapan terima kasih diucapkan kepada Dosen dan Pegawai Bagian Kimia Analitik yang telah membantu penyusunan penuntun praktikum ini. Ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya juga diucapkan kepada pihak-pihak yang telah membantu tersusunnya penuntun praktikum ini tanpa dapat disebutkan satu persatu.

Disadari sepenuhnya penuntun praktikum ini belum sempurna, oleh karena itu saran dan masukan sangat diharapkan untuk perbaikan diwaktu mendatang. Semoga penuntun praktikum ini bermanfaat untuk yang memerlukan dan untuk perkembangan Keilmuan Kimia Analitik.

Bogor, Februari 2015

Penyusun



JADWAL PRAKTIKUM

Kelompok	Praktikum ke-/Percobaan													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
A	P	1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	UK	UK	UP
B	P	1	1	3	4	5	2	7	8	9	6	UK	UK	UP
C	P	1	1	4	5	2	3	8	9	6	7	UK	UK	UP
D	P	1	1	5	2	3	4	9	6	7	8	UK	UK	UP

Keterangan :

P. Penjelasan praktikum kimia analitik layanan

1. Pelatihan penggunaan alat gelas dan titrasi
2. Analisis kualitatif terbatas: golongan klorida dan *spot test*
3. Gravimetri penetapan kadar air dan kadar abu jaringan tanaman; Kalibrasi alat ukur volume
4. Asidiakalimetri:
 - a. Standardisasi NaOH dan Standardisasi HCl
 - b. Menentukan kadar asam cuka murni dalam cuka biang
5. Oksidireduktometri:
 - a. Standardisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan standardisasi I_2
 - b. Penentuan vitamin dari buah dan dari tablet
6. Kelatometri
 - a. Standardisasi EDTA
 - b. Penentuan kesadahan total air keran
 - c. Penentuan Ca^{2+} pada buah belimbing
7. Spektrofotometri
8. Elektroforesis kertas
9. Kromatografi
 - a. Kromatografi kertas
 - b. Pemisahan campuran indikator
 - c. Pemisahan susunan logam pada mata uang

UK : Uji ketrampilan penggunaan alat

UP : Ujian Praktikum tulis



TATA TERTIB PRAKTIKUM

1. Lima menit sebelum praktikum dimulai, praktikan harus sudah siap dengan menggunakan jas lab di depan ruang praktikum.
2. Bahan praktikum yang akan dikerjakan harus sudah dikuasai, disiapkan rencana kerja (sebuah buku tulis) dan daftar pembagian waktu kerja.
3. Praktikan yang tidak menyiapkan rencana kerja, tidak diperkenankan mengikuti praktikum.
4. Data pengamatan dan catatan lain mengenai jalannya praktikum, dicatat dalam buku catatan/rencana kerja.
5. Laporan dibuat dalam kertas laporan. Penyusunan laporan disediakan waktu seminggu. Laporan yang dikumpulkan terlambat selama satu hari dari waktu yang ditentukan akan mendapatkan pemotongan nilai sebesar 50%. Dan bila dikumpulkan diluar waktu tersebut akan mendapatkan nilai nol. Kecuali ada alasan legal dan jelas.
6. Laporan menunjukkan:
 - ✓ Tanggal praktikum dilaksanakan
 - ✓ Judul praktikum
 - ✓ Prinsip teori (latar belakang)
 - ✓ Prosedur Percobaan
 - ✓ Hasil pengamatan dan gambar seperlunya
 - ✓ Reaksi-reaksi dan perhitungan
 - ✓ Pembahasan dan kesimpulan
 - ✓ Daftar pustaka
 - ✓ Jawaban pertanyaan
7. Praktikan hanya boleh menggunakan ruang praktikum/ruang timbang pada waktu praktikumnya sendiri, kecuali mendapat ijin penanggung jawab praktikum (PJP), dengan membawa surat ijin dari PJP ybs.
8. Praktikan harus menyediakan alat-alat sendiri (lap, korek api, pipet tetes, dsb). Selama praktikum tidak diperkenankan pinjam-meminjam alat tersebut.
9. Alat-alat gelas yang disediakan di setiap meja praktikum menjadi tanggung jawab praktikan. Alat-lat yang tertukar, hilang atau pecah, sepenuhnya menjadi tanggung jawab praktikan.
10. Inventarisasi alat dilakukan pada awal dan akhir praktikum.
11. Harus diusahakan ketenangan dan kebersihan dalam ruang praktikum.
12. Praktikan tidak diperkenankan meninggalkan ruang praktikum sebelum waktu praktikum habis, tanpa seijin dan sebelum pemeriksaan alat-alat oleh asisten yang bertugas.
13. Praktikan yang tidak dapat mengikuti praktikum pada waktu yang ditentukan wajib mengganti praktikum sesegera mungkin.
14. Penggantian praktikum ditentukan oleh PJP. Dalam meminta pengganti praktikum pada PJP, praktikan wajib membawa surat keterangan dari ketua program studi/jurusan yang menyatakan ketidakhadiran pada waktu praktikum yang ditentukan. Tanpa surat keterangan tersebut praktikan tidak akan mendapat ijin dari PJP.

iv DAFTAR ISI

Prakata/	i
Rencana praktikum/	ii
Tata tertib praktikum/	iii
Pengenalan kembali alat laboratorium/	1
Analisis kualitatif terbatas: golongan klorida dan <i>spot test</i> /	3
Gravimetri: penetapan kadar air dan kadar abu jaringan tanaman/	8
Asidialkalimetri/	9
Oksidireduktometri/	13
Kelatometri/	16
Spektrofotometri/	19
Elektroforesis kertas/	21
Kromatografi/	23
Potensiometri/	26
Kalibrasi alat ukur volume/	30

1

PENGENALAN KEMBALI ALAT LABORATORIUM

PENDAHULUAN

Di dalam laboratorium kimia, akan didapati berbagai macam alat-alat laboratorium yang terbuat dari berbagai macam bahan dari gelas, plastik, kuarsa sampai berbagai macam logam. Fungsi alat-alat yang tersedia dalam laboratorium juga bermacam-macam, ada yang berfungsi sebagai wadah, alat pengukur volume, atau juga sebagai alat bantu untuk pengukuran lainnya. Berbagai macam bahan kimia juga akan didapati di dalam laboratorium. Bahan-bahan tersebut mempunyai berbagai macam fungsi dan cara penanganan yang berbeda. Hal ini diakibatkan karena berbagai macam bahan harus digunakan dalam laboratorium dan bahan-bahan tersebut mempunyai berbagai macam sifat yang berbeda satu dengan lainnya.

TUJUAN PERCOBAAN

Percobaan ini bertujuan untuk pengenalan alat dan teknik pengoperasiannya dalam proses analisis.

ALAT DAN BAHAN

Alat-alat yang dipakai adalah seperangkat alat gelas. Bahan-bahan yang digunakan adalah kristal asam oksalat, kristal boraks, NaOH kristal, Larutan HCl, indikator jingga metil (JM), merah metil (MM), fenolftalein (PP), dan bromtimol biru (BTB).

PROSEDUR PERCOBAAN

Inventarisasi Alat Laboratorium

Setiap sesi praktikum akan disediakan alat-alat dalam satu rak/keranjang dengan jumlah dan spesifikasi tertentu. Alat-alat harus diperiksa dengan teliti, jenis, jumlah, dan merek atau spesifikasi alat. Bila pada waktu pemeriksaan terdapat alat yang sudah pecah/retak, harus segera dilaporkan kepada asisten untuk diganti dengan peralatan yang sejenis. Pemeriksaan dilaksanakan dua kali, diawal dan diakhir dari tiap-tiap sesi praktikum. Inventarisasi alat praktikum akan dilakukan untuk praktikum-paraktikum seterusnya.

Latihan Penggunaan Alat

Menimbang

Kristal asam oksalat dan boraks ditimbang menggunakan neraca analitik dengan bobot tertentu setara dengan 10 mmol.

Labu Takar dan Pipet

Kristal hasil penimbangan diatas dilarutkan ke dalam labu takar 100 ml secara tepat (pelarut: air). Dibuat juga larutan HCl 0.1M dan NaOH 0.1M 100 ml (tepat) dari larutan HCl & padatan NaOH yang tersedia.

Latihan Titrasi

Standardisasi titran. Larutan baku primer asam oksalat atau boraks dipipet 10 ml dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 125 ml, ditambahkan indikator yang sesuai, dititrasi dengan titran (dipilih yang tepat dari larutan HCl atau NaOH) sampai terjadi perubahan

warna, volume titran yang terpakai dicatat, dan warna larutan pada saat tersebut. Standardisasi dilakukan triplo kemudian dihitung konsentrasi dari titran.

Penentuan konsentrasi HCl atau NaOH. Titran yang digunakan adalah larutan yang sama dengan titran yang distandardisasi pada prosedur standardisasi titran di atas. Larutan HCl atau NaOH dipipet 10 ml dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 125 ml. Indikator fenolftalein, jingga metil, atau bromtimol biru ditambahkan. Larutan kemudian dititrasi dengan titran sampai terjadi perubahan warna. Volume titran yang terpakai dan warna larutan dicatat pada saat perubahan warna tersebut. Titrasi dilakukan triplo untuk setiap jenis indikator yang digunakan. Konsentrasi HCl atau NaOH kemudian dihitung.

Latihan penggunaan alat-alat lain, hanya dilakukan bila proses standardisasi dan penentuan konsentrasi telah selesai dilakukan.

2

ANALISIS KUALITATIF TERBATAS: GOLONGAN KLORIDA DAN SPOT TEST

PENDAHULUAN

Pada analisis sistematis dari kation, maka logam-logam yang diselidiki ini dipisahkan menurut golongan-golongan. Logam-logam pada golongan:

- I. Pb, Hg⁺, Ag.
- II. As, Sn, Sb, Cu, Hg²⁺, Pb, Bi, Cd.
- III. Al, Cr, Zn, Fe, Mn, Co, Ni.
- IV. Ba, Sr, Ca.
- V. Mg, K, Na, NH₄.

Golongan I	disebut golongan asam klorida
Golongan II	disebut golongan hidrogen sulfida
Golongan III	disebut golongan ammonium sulfida
Golongan IV	disebut golongan ammonium karbonat
Golongan V	disebut golongan sisa

Melarutkan Zat Padat pada Analisis Kation

Zat padat yang dipakai antara 0.5-1 g. Kemudian dicoba dalam tabung pereaksi dilarutkan dalam: 1. air; atau 2. asam klorida encer; atau 3. asam klorida pekat; atau 4. asam nitrat encer; atau 5. asam nitrat pekat. Melarutkannya mula-mula dalam keadaan dingin kemudian jika tak dapat larut dipanasi. Jika dengan air dapat larut maka analisis dari kation dapat dimulai. Jika pada pemakaian asam klorida encer membentuk endapan, maka ini mengandung logam-logam dari golongan I. Untuk penyelidikan, zat asal dilarutkan dalam asam nitrat encer.

Pada pemakaian HCl pekat maka akhirnya asam ini dihilangkan. Jika memakai asam nitrat untuk melarutkan, maka larutan diuapkan hingga hampir kering kemudian diberi sedikit HCl dan diuapkan lagi, kemudian diberi air untuk diencerkan. Hal ini juga berlaku pada melarutkan dengan air saja. Jika telah diketemukan zat pelarutnya kemudian volume dari zat padat yang dilarutkan dijadikan ± 15 - 20 ml.

Pemisahan Golongan Klorida (Golongan I)

Dalam pemisahan dengan metoda H₂S, kation-kation dibagi menjadi 5 golongan berdasar reaksi-reaksinya. Golongan I terdiri dari ion-ion Ag⁺, Pb²⁺, dan Hg₂²⁺, yang dengan HCl semuanya akan membentuk endapan putih. Karena reaksi-reaksi spesifiknya, ketiga kation ini dapat dipisahkan satu sama lain.

Spot Test Beberapa Ion Umum

Reaksi-reaksi sensitif dan spot test pada senyawa organik dan anorganik (atom, atau kelompok atom-atom) dapat digunakan untuk menentukan bahan individu tertentu dan susunan dalam suatu campuran. Reaksi-reaksi spot test, bila spesifik, akan memberi efek yang khas terhadap zat tertentu atau pada contoh yang jumlahnya sangat sedikit. Pereaksi selektif dapat digunakan pada zat-zat yang macamnya terbatas, atau pada keadaan reaksi tertentu, dan sering dibutuhkan pemisahan pendahuluan sebelumnya.

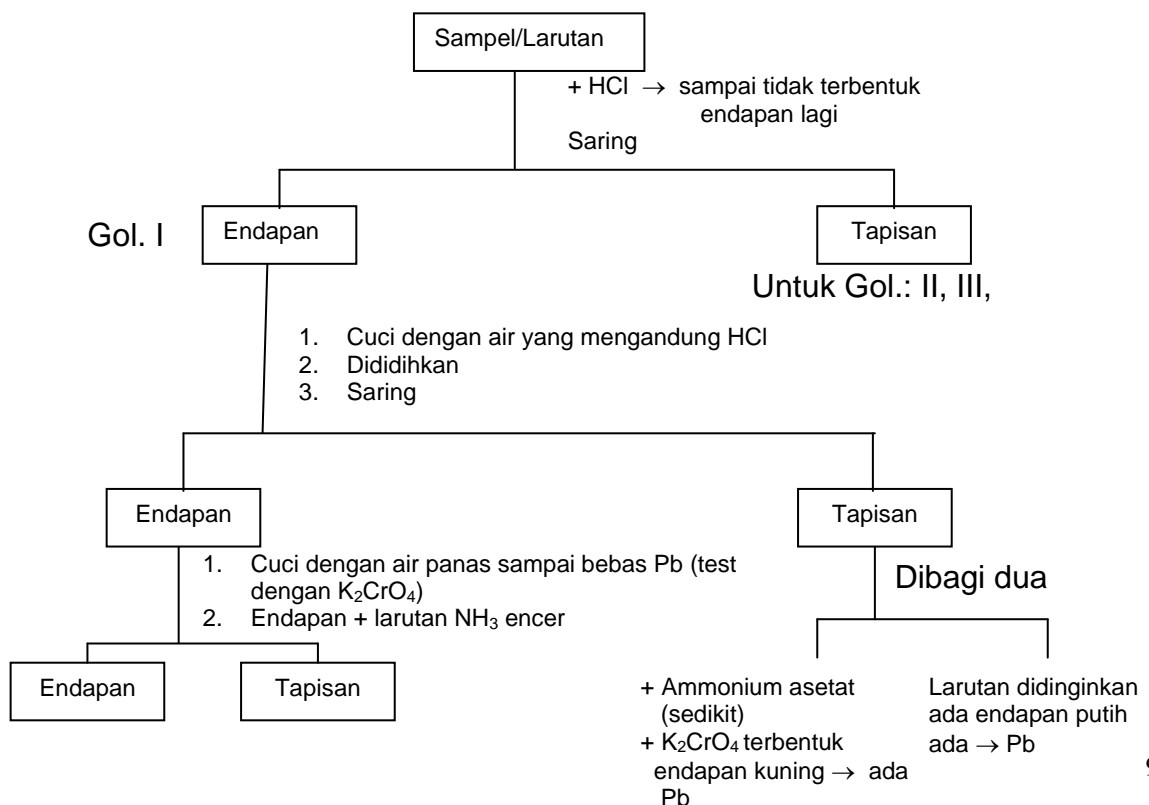
Prosedur kerjanya sangat sederhana, cepat dan sering memberikan manfaat yang besar. Kebanyakan analisis spot test dapat mencapai kepekaan 0.1-1.0 mikrogram (µg).

SKEMA PEMISAHAN

Larutan yang diselidiki + HCl

Endapan: AgCl, PbCl ₂ , Hg ₂ Cl ₂	Tapisan: Larutan dibuat 0.3N dipanasi 80°C dan diberi gas H ₂ S					
Gol. I	Endapan: HgS, PbS, Bi ₂ S ₃ , CuS, sampai alkalis As ₂ S ₃ , SnS ₂ Kemudian diberi KOH			Tapisan: Larutan diberi NH ₃		
Endapan:	Endapan:	Endapan:	Tapisan diberi gas H ₂ S			
HgS, PbS Bi ₂ S ₃ , CoS, CdS Golongan IIA	KAsO ₂ KAsS ₂ KSbS ₂ KSnO ₃ atau KSnS ₃ (KHgS ₂ sedikit) Gol. IIB	Fe(OH) ₃ Al(OH) ₃ Cr(OH) ₃ MnO ₂ (sedikit) Gol. IIIA	Endapan: CoS, NiS, MnS, ZnS	Tapisan diberi ammonium karbonat + KH ₄ Cl		
			Endapan: CoS, NiS, MnS, ZnS	Endapan: CaCO ₃ BaCO ₃ SrCO ₃ Gol. IV	Tapisan: Na K NH ₄ Mg Gol. V	

Mengendapkan logam-logam golongan II



	HNO ₃
Terbentuk endapan hitam → ada Hg	endapan putih → ada Ag

TUJUAN PERCOBAAN

Percobaan ini bertujuan untuk mengidentifikasi keberadaan ion dalam suatu bahan dengan metode H₂S dan spot test

ALAT DAN BAHAN

Alat yang dipakai adalah sentrifusa, tabung reaksi, gelas piala 250 ml, pembakar gas, tabung sentrifusa, gegap, kaki tiga, dan *spot plate*. Bahan yang digunakan yaitu ion Ag⁺, Pb²⁺, Hg₂²⁺, Co²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Ni²⁺, I⁻, MoO₄²⁻, WO₄²⁻, SCN⁻, Fe(CN)₆⁴⁻, aqua regia, HCl 1 N, HNO₃, H₂SO₄, K₂CrO₄ 5%, KI 1 N, NH₄OH 4 N, (NH₄)₂S 1 M, dan pereaksi untuk spot test.

PROSEDUR PERCOBAAN

Pb²⁺, Ag⁺, dan Hg₂²⁺

Larutan ANU ditambah HCl encer, maka jikalau ada kation-kation dari golongan klorida akan mengendap. Pb²⁺ membentuk endapan putih PbCl₂, Ag⁺ membentuk endapan putih AgCl dan Hg₂²⁺ membentuk endapan putih Hg₂Cl₂. Endapan klorida setelah dipisah dari cairan, diberi akuades dan dimasak. Pemasakan ini akan menyebabkan PbCl₂ larut, tetapi AgCl dan Hg₂Cl₂ tidak. Jadi dengan cara ini, dapat kita pisahkan endapan PbCl₂ dari AgCl dan Hg₂Cl₂. Jika masih ada, endapan yang tinggal dipisahkan dari cairan.

Pb²⁺

Cairan hanya berisi Pb²⁺ dan dapat diadakan reaksi untuk menunjukkan bahwa Pb²⁺ benar ada. Jika cairan ini didinginkan dan endapan timbul lagi menandakan ada Pb²⁺. Reaksi lain: Sebagian cairan diberi KI membentuk endapan kuning (1) dan kalau dipanaskan endapan akan larut menjadi larutan tidak berwarna, setelah dingin mengkristal sebagai keping-keping kuning. Dapat juga sebagian cairan diberi H₂SO₄ akan membentuk endapan putih (2) atau diberi K₂CrO₄ akan membentuk endapan kuning (3).

- (1) Pb²⁺ + KI → PbI_{2(s)} ↙ (endapan kuning)
- (2) Pb²⁺ + H₂SO₄ → PbSO_{4(s)} ↙ (endapan putih)
- (3) Pb²⁺ + K₂CrO₄ → PbCrO_{4(s)} ↙ (endapan kuning)

Ag⁺ dan Hg₂²⁺

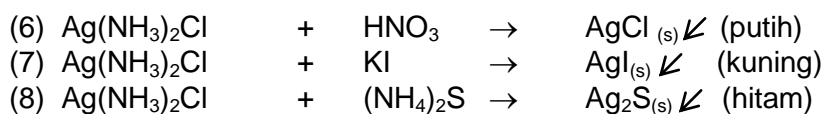
Sebagian endapan diberi NH₄OH; jikalau ada AgCl akan larut (4), sedang Hg₂Cl₂ akan diubah menjadi endapan lain (hitam/kelabu) (5).

Jadi Ag⁺ telah terpisah dari Hg₂²⁺.

- (4) AgCl_(s)(putih) + NH₄OH → Ag(NH₃)₂Cl + H₂O
- (5) Hg₂Cl_{2(s)}(putih) + NH₄OH → HgNH₂Cl_(s) ↙ (kelabu/hitam) + NH₄Cl + H₂O + Hg

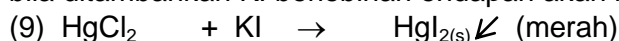
Ag⁺

Endapan (5) dipisahkan dan cairan diberi beberapa tetes HNO_3 untuk membuktikan bahwa Ag^+ benar ada, yaitu terbentuk kembali endapan putih (6). Dapat juga jika cairan ini diberi KI akan membentuk endapan kuning (7) atau diberi $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ membentuk endapan hitam



Hg^{2+}

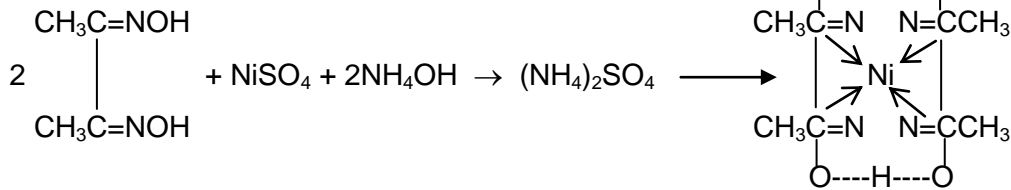
Endapan (5) dilarutkan dalam sedikit aqua regia menjadi HgCl_2 sambil dipanaskan sampai HNO_3 habis. Cairan ini diberi beberapa tetes KI membentuk endapan merah (9) dan bila ditambahkan KI berlebihan endapan akan larut kembali, membuktikan adanya Hg



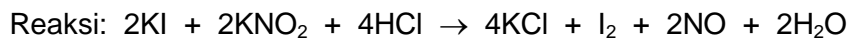
Spot Test

Ion yang diperiksa	Prosedur	Catatan
Co^{2+}	<p>Pada lempeng tetes teteskanlah:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Setetes larutan yang diperiksa ➤ Setetes larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 1M ➤ Setetes larutan NH_4SCN ➤ 5-10 tetes aseton <p>Reaksi: $\text{Co}^{2+} + 4\text{SCN}^- \rightarrow \text{Co}(\text{SCN})_4^{2-}$ (biru)</p>	<p>Kalau ada Co^{2+} terjadi warna biru. Test ini spesifik.</p>
Fe^{3+}	<p>Pada kertas saring ditaruh:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Setetes larutan yang diperiksa ➤ Setetes larutan NH_4SCN 1M ➤ Setetes larutan HCl 0.1M <p>Reaksi: $\text{Fe}^{3+} + 6\text{SCN}^- \rightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_6^{3-}$ (merah darah)</p>	<p>Spot berwarna merah jambu sampai merah darah menandakan Fe^{3+}. Test ini spesifik diantara ion-ion yang umum.</p>
Mn^{2+}	<p>Dalam tabung kecil taruhlah:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Setetes larutan yang diperiksa ➤ Setetes larutan KIO_4 jenuh ➤ Panaskan <p>Reaksi: $2\text{MnSO}_4 + 5\text{KIO}_4 + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{HMnO}_4$ (pink) + $5\text{KIO}_3 + 2\text{H}_2\text{SO}_4$</p>	<p>Jika ada Mn^{2+}, setelah beberapa detik terbentuk warna merah jambu. Test ini spesifik.</p>
Ni^{2+}	<p>Pada kertas saring taruhlah:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Setetes larutan yang diperiksa ➤ Setetes dimetilglioksim (larutan 1% dalam etanol) ➤ Kenakan uap NH_3 (pegang di atas botol amoniak pekat yang terbuka) 	<p>Sebuah noda berwarna merah terjadi jika terdapat Ni^{2+}. Ion-ion Co^{2+}, Mn^{2+}, Fe^{2+}, dan Cu^{2+} menganggu. Setetes H_2O_2 disusul setetes asam sitrat atau tartrat biasanya mencegah gangguan.</p>

Reaksi:

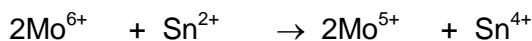


I^-	<p>Pada <i>spot plate</i> taruhlah:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Setetes larutan yang diperiksa ➤ Setetes larutan kanji (baru dan dingin) ➤ Setetes KNO_2 1N ➤ Setetes HCl 0.1N 	<p>Spesifik untuk iodida-iodida yang dapat larut. Kalau ada I^- larutan tepung (kanji) berwarna biru.</p>
--------------	---	---



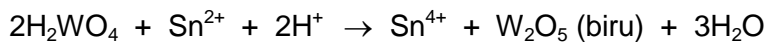
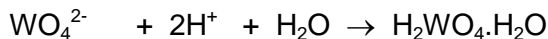
MoO_4^{2-}	<p>Pada kertas saring tambahkan:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Setetes larutan yang diperiksa ➤ Setetes larutan NH_4SCN 1N ➤ Setetes SnCl_2 (10% dalam HCl pekat, larutan harus baru) 	<p>Molibdat menyebabkan warna merah dipinggir noda; Fe juga, tetapi hilang jika dibubuhi SnCl_2</p>
---------------------	--	---

Reaksi:



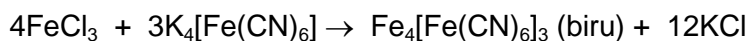
WO_4^{2-}	<p>Pada kertas saring tambahkan:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Setetes larutan yang diperiksa ➤ Setetes larutan NH_4SCN 1N ➤ Setetes SnCl_2 (10% dalam HCl pekat, larutan harus baru) ➤ Setetes HCl <p>Test ini spesifik dan sekaligus dipergunakan untuk mencari kedua ion dalam setetes cairan.</p>	<p>Wolframat memberi warna hijau kebiru-biruan yang tetap di pusat noda setelah diberi tetes HCl</p>
--------------------	---	--

Reaksi:



SCN^- dan $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$	<p>Di kertas saring taruhlah:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Setetes larutan yang diperiksa ➤ Setetes larutan Fe^{3+} <p>Test ini dapat dianggap spesifik</p>	<p>Warna merah menunjukkan SCN^-; warna atau endapan biru menunjukkan $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$; jika dua-duanya ada, setetes air memisahkannya; terjadi noda biru berlingkaran merah diluarnya.</p>
--	---	---

Reaksi:



3

GRAVIMETRI: PENETAPAN KADAR AIR DAN KADAR ABU JARINGAN TANAMAN

PENDAHULUAN

Kadar air suatu bahan dapat ditetapkan dengan cara gravimetri evolusi tidak langsung. Kadar air adalah besarnya kandungan air di dalam suatu bahan persatuan berat tertentu, dinyatakan dalam persen. Kadar air diperoleh dari selisih bobot bahan sebelum dan sesudah dikeringkan pada temperatur dan waktu tertentu. Kadar abu suatu bahan ditetapkan pula secara gravimetri. Bobot abu diperoleh sebagai perbedaan bobot cawan berisi abu dan cawan kosong. Kadar abu suatu bahan persatuan berat tertentu dinyatakan dalam persen.

TUJUAN PERCOBAAN

Percobaan ini bertujuan untuk menetapkan kadar air dan kadar abu suatu bahan

BAHAN DAN ALAT

Bahan-bahan yang digunakan adalah bahan makanan ternak/jaringan tanaman. Alat-alat yang dipakai adalah botol timbang, neraca analitik, eksikator, oven (*thermostat*), cawan porselin, pembakar gas, dan tanur listrik.

PROSEDUR PERCOBAAN

Penetapan Kadar Air

Botol timbang dikeringkan pada temperatur 105°C selama 30 menit. Setelah didinginkan dalam eksikator, kemudian ditimbang. Kira-kira 3 g (catat sampai empat desimal dalam gram) bahan, masukkan dalam botol timbang, kemudian dikeringkan pada temperatur 105°C hingga kering/bebas air (ditandai dengan bobot bahan tetap setelah pemanasan). Setelah didinginkan dalam eksikator ditimbang. Pekerjaan dilakukan rangkap 2 (duplo).

Tugas: Carilah persen kadar air dari contoh bahan makanan ternak tersebut.

Perhatian:

Jika memakai botol timbang plastik, hindarkan pemanasan melebihi 120°C dan api.

Penetapan Kadar Abu

Cawan porselin dikeringkan pada temperatur 600°C selama 30 menit, dinginkan dalam eksikator kemudian ditimbang. Kira-kira 2 g contoh dimasukkan ke dalam cawan porselin (timbanglah dengan teliti). Cawan dan isinya dipanaskan dengan nyala bunsen sampai tidak berasap lagi. Kemudian dimasukkan ke dalam tanur listrik dengan temperatur 600°C sampai contoh menjadi abu sama sekali (kira-kira 30 menit). Setelah didinginkan dalam eksikator, ditimbang. Pekerjaan dilakukan rangkap dua.

Tugas: Carilah kadar abu dari contoh bahan makanan ternak tersebut, dinyatakan berdasar bobot basah dan bobot kering.

$$\text{Kadar air} = \frac{a - b}{a} \times 100\%$$

a = bobot bahan sebelum diker ingkan

b = bobot bahan setelah diker ingkan

$$\text{Kadar abu} = \frac{a}{b} \times 100\%$$

a = bobot abu

b = bobot contoh

4

ASIDI-ALKALIMETRI

PENDAHULUAN

Dasar dari titrasi netralisasi ini adalah pembentukan elektrolit lemah, yaitu: air atau asam lemah atau basa lemah. Titrasi ini penting karena dapat dipergunakan untuk analisis asam/basa yang belum diketahui jumlahnya, dan untuk maksud ini harus disediakan larutan baku. Diperlukan larutan baku basa untuk penentuan suatu asam dan larutan baku asam untuk penentuan suatu basa. Cara ini dapat pula digunakan untuk penentuan zat yang bukan asam/basa tetapi dapat dibuat menjadi bersifat asam/basa.

TUJUAN PERCOBAAN

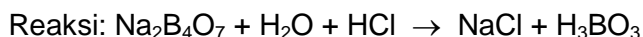
Percobaan ini bertujuan untuk melatih mahasiswa melakukan analisis asidi-alkalimetri sederhana dan penentuan kadar Nitrogen (Kjeldahl).

PERCOBAAN

Asidimetri

Asidimetri merupakan teknik titrasi dengan asam sebagai titran. Dalam praktikum ini asam yang digunakan adalah HCl. Sebelum digunakan sebagai titran HCl harus terlebih dahulu distandardisasi dengan suatu larutan baku primer.

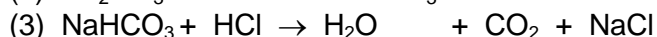
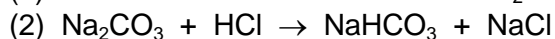
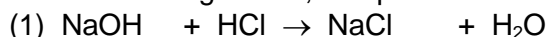
Standardisasi HCl dengan Larutan Baku Boraks



Hasil reaksi ialah asam lemah (H_3BO_3), jadi indikatornya harus mempunyai trayek pH kurang dari 7, dalam hal ini dipakai merah metil.

Penentuan Susunan Campuran NaOH-Na₂CO₃, NaOH-NaHCO₃

Jika dititrasi dengan HCl, campuran bereaksi sebagai berikut:



Reaksi (1) telah selesai pada waktu reaksi (2) terjadi. Titik akhir untuk reaksi (2) ditunjukkan dengan fenolftalein (warna merah hilang) sebab pH larutan NaHCO_3 terletak sekitar pH 8 (dekat trayek pH fenolftalein). Jadi pada saat itu HCl yang terpakai menunjukkan jumlah yang perlu untuk reaksi (1) & (2). Jika kemudian campuran yang telah dititrasi tadi diberi jingga metil, lalu dititrasi lagi, maka tambahan HCl yang terpakai untuk mencapai perubahan warna lagi menunjukkan jumlah yang perlu untuk reaksi (3), sebab pH larutan H_2CO_3 terletak sekitar pH 4-5 (dekat trayek pH jingga metil).

Alat dan Bahan

Alat-alat yang dipakai adalah labu erlenmeyer 125 ml, buret 50 ml, pipet volumetrik 10 ml, labu takar 100 ml, pipet tetes, gelas pengaduk, gelas piala, corong, dan neraca analitik. Bahan-bahan yang digunakan adalah boraks, HCl, indikator fenolftalein, dan jingga metil.

Prosedur

Standardisasi HCl dengan larutan baku boraks. Sebanyak 10 ml larutan baku primer boraks dititrasi dengan HCl. Indikator yang digunakan adalah merah metil 3 tetes. Titik akhir tercapai bila warna berubah dari kuning ke merah. Titrasi dilakukan 3 kali (triplo).

Tugas: Hitunglah normalitas HCl

Penentuan susunan campuran NaOH-Na₂CO₃. Sebanyak 10 ml campuran NaOH-Na₂CO₃ dititrasi dengan HCl (indikator fenolftalein) sampai warna tepat hilang. Catatlah pemakaian HCl. Campuran ditambah jingga metil dan titrasi dilanjutkan sampai warna jingga. Catatlah tambahan HCl yang diperlukan. Titrasi dilakukan 3 kali.

Tugas: Hitunglah gram basa dan gram garam perliter campuran

Alkalimetri

Titrasi-titrasi dengan basa sebagai titran, dalam praktikum ini basa yang dipergunakan adalah NaOH.

Standardisasi Larutan NaOH dengan Larutan Baku (COOH)₂·2H₂O

NaOH bukan bahan baku primer, karena bersifat higroskopis dan mudah bereaksi dengan CO₂ dari udara, maka larutan NaOH harus distandardisasi (yaitu kenormalannya ditentukan secara tepat) dengan titrasi bahan lain yang sudah diketahui kenormalannya dengan teliti. Dalam hal ini dipergunakan larutan baku primer (COOH)₂·2H₂O.

Menentukan Kadar Asam Cuka Murni Dalam Cuka Biang

Cuka biang ialah larutan yang pekat dari cuka, bercampur dengan zat-zat lain. Untuk penentuan ini, cuka biang tidak dapat langsung dititrasi, tetapi diencerkan dahulu sampai konsentrasi cuka itu cukup rendah. Titrasi dilakukan dengan larutan NaOH telah distandardisasi.

Alat dan Bahan

Alat-alat yang dipakai adalah labu erlenmeyer 125 ml, buret 50 ml, pipet volumetrik 10 ml, labu takar 100 ml, pipet tetes, gelas pengaduk, gelas piala, corong, dan neraca analitik. Bahan-bahan yang digunakan adalah (COOH)₂, NaOH, indikator fenolftalein, dan jingga metil.

Prosedur

Standardisasi larutan NaOH dengan larutan baku (COOH)₂·2H₂O. Sebanyak 10 ml larutan (COOH)₂ 0.1000 N baku dipipet ke dalam erlenmeyer, ditambah tiga tetes fenolftalein, lalu dititrasi dengan NaOH yang harus distandardisasi. Titik akhir tercapai (titrasi dihentikan), pada saat larutan mulai berubah dari tidak berwarna menjadi sedikit merah (tepat mulai berwarna). Titrasi dilakukan triplo.

Perhatian: Cara bekerja harus teliti dan tepat. Rumus dan konsentrasi yang tepat dari larutan bakunya harus dicatat, juga letak miniskus yang tepat sebelum dan sesudah titik akhir titrasi.

Tugas: Hitunglah volume NaOH yang terpakai dan normalitas NaOH (4 desimal)

Penentuan kadar asam cuka murni dalam cuka biang. Untuk percobaan ini, 2 orang bekerja sama. Sebanyak 1 ml cuka biang dipipet ke dalam labu takar 100 ml dan diencerkan sampai tanda tera dengan air destilata yang baru dididihkan dan telah didinginkan kembali

(hati-hati memipetnya). Larutan dikocok baik-baik. Sebanyak 10 ml dipipet ke dalam erlenmeyer, diberi 3 tetes fenolftalein dan dititrasi. Titik akhir tercapai seperti percobaan standardisasi NaOH. Titrasi diulangi dua kali. Kedua partner hanya membuat satu pengenceran, tetapi masing-masing harus mentitrasi sendiri sebanyak yang ditentukan.

Tugas : Hitunglah kadar cuka biang, dinyatakan dalam N dan persen volume.

Penentuan Kadar Larutan NH₄Cl, Kadar Nitrogen dan Protein dalam Umbi Kentang dengan Cara Kjeldahl

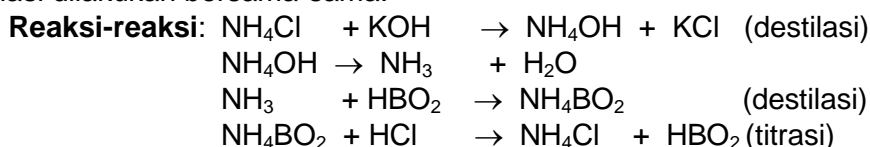
Cara Kjeldahl digunakan untuk penentuan kadar N dari persenyawaan anorganik dan organik. Cara ini terbagi dalam tiga urutan kerja. Urutan tersebut adalah **Digestion**, Bahan organik diuraikan; dalam prosesnya N diubah menjadi garam-garam amonium (garam NH₄). **Destilasi**, Garam NH₄ direaksikan dengan NaOH (KOH), terjadi NH₄OH, lalu didestilasi. NH₄OH terurai menjadi air dan NH₃ yang keluar dan larut dalam destilat (cairan hasil penyulingan). **Titration**, NH₃ (yang sekarang larut dalam destilat) ditangkap dalam larutan baku asam, misalnya HCl yang jumlahnya diketahui dengan tepat. Sebagian dari asam mengikat NH₃, sisanya ditentukan jumlahnya dengan titrasi oleh basa. Jumlah NH₃ dapat dihitung dan dengan demikian banyaknya N dalam bahan organik tersebut.

Dalam praktikum ini, kita selain belajar menentukan N dari bahan organik, juga belajar mendestilasi dan menentukan kadar suatu larutan NH₄Cl. Digestion kita tiadakan dan terus mulai pada destilasi. Disamping itu kita juga mengubah bagian titrasi menurut modifikasi Winkler (1913), yaitu untuk menangkap NH₃ tidak dipergunakan HCl, tetapi asam borat 4%. Perbedaannya dengan metode Kjeldahl yang asli ialah:

1. Jumlah asam borat tidak perlu diketahui dengan teliti, tetapi asal berlebih; sebab:
2. Kita tidak akan mencari/mentitrasi sisa dari asam, tetapi jumlah ammonium borat yang terbentuk; dan oleh sebab itu,
3. Titrasi tidak oleh basa melainkan oleh asam keras;
4. Jumlah NH₃ diketahui secara langsung dari jumlah titran

Prosedur

Penentuan kadar larutan NH₄Cl. Sebanyak 10 ml larutan NH₄Cl, 200ml air destilata dan batu didih dimasukkan dalam labu A. Erlenmeyer D diisi 25 ml asam borat 4%, 5 tetes merah metil atau hijau bromkresol dan diatur sehingga ujung pipa penyalur destilat masuk ke dalam asam (jika perlu dapat ditambah air sedikit atau diganjol). Penyalur uap B dan labu A diatur supaya letaknya baik. Jika sudah siap, baru ditambahkan 5 ml NaOH 4 N (KOH 4N) pada larutan A. Sumbat S dipasang dengan rapat dan api dipasang (mula-mula api kecil, lambat laun dibesarkan). Air pendingin harus mengalir dengan cukup. Destilasi dilakukan sampai NH₃ dalam A habis, yaitu kalau kira-kira cairan dalam A tinggal lebih kurang separoh dari semula. Menghentikan penyulingan, turunkan erlenmeyer D, sehingga ujung pipa keluar dari destilat, tetapi biarkan destilasi berjalan terus ± 5 menit sambil menyemprot/mencuci bagian luar dari ujung pipa itu dengan air destilata. Barulah api dimatikan. Lalu A dibiarkan sampai dingin, baru dilepaskan. Isi erlenmeyer dititrasi dengan larutan baku HCl sampai terjadi perubahan warna. Jika alat destilasi cukup, penentuan dilakukan dua kali (duplo). Destilasi dilakukan bersama-sama.



Tugas: Hitunglah gram NH₄Cl perliter larutannya.

Penentuan kadar N dan protein umbi kentang. Dimasukan 0.1g tepung umbi 40 mesh ke dalam labu Kjeldahl 100ml. Ditambahkan campuran Se, 3ml H₂SO₄ pekat dan 3 tetes parafin. Labu digoyangkan agar contoh terkena asam dengan merata. Labu dipanaskan dengan nyala kecil sampai cairan berwarna coklat (± 30 menit). Api diperbesar hingga cairan berwarna hijau jernih. Api jangan terlalu besar agar NH₄⁺ tidak terurai. Labu diangkat dan setelah dingin ditambahkan 50 ml air destilata. Isi labu dituangkan ke dalam

labu penyuling, kemudian ditambahkan 10ml NaOH 30%. Amoniak yang terbentuk ditampung dalam erlenmeyer 150 ml yang telah diisi dengan 10ml H₃BO₃ 4%. Penyulingan dilakukan sampai jumlah cairan dalam erlenmeyer menjadi 50ml. Cairan dalam erlenmeyer dititrasi dengan HCl 0.002 N dengan indikator jingga metil. Dilakukan pula titrasi blanko. Selisih antara volume titran untuk contoh (Vc) dengan volume titran untuk blanko (Vb) menunjukkan Volume titran untuk N dalam contoh (a ml).

$$\begin{aligned} \text{Kadar N dalam contoh} &= \frac{(V_c - V_b) \times N_{\text{HCl}}}{100} \times 14 \times 100\% \\ \text{Kadar Protein} &= 6.25 \times \text{Kadar N} \end{aligned}$$

Catatan: Bila dinyatakan dalam berat segar umbi, kadar protein dikalikan dengan kadar bahan kering umbi.

Tugas: Hitung kadar N dan kadar protein dari contoh umbi Saudara.

5

OKSIDI-REDUKTOMETRI

PENDAHULUAN

Kedua macam titrasi ini berdasar reaksi oksidasi-reduksi (redoks), yang tampak dari perubahan valensi unsur yang dianalisis dan dari bahan bakunya. Kegunaannya sangat luas, terutama untuk analisis-logam dalam suatu persenyawaan.

TUJUAN PERCOBAAN

Percobaan ini bertujuan untuk melatih mahasiswa menganalisis ion-ion dengan cara redoks, yang merupakan latihan pendahuluan analisis redoks lainnya.

PERCOBAAN

Oksidimetri

Oksidimetri merupakan teknik titrasi yang menggunakan titran sebagai suatu oksidator. Permanganometri merupakan salah satu dari teknik ini.

Permanganometri

Dalam permanganometri digunakan KMnO_4 yang pada praktikum ini hanya dalam suasana asam sebagai titran. Tidak digunakan indikator, sebab titik akhir sudah dapat kelihatan dari perubahan warna yang disebabkan oleh setetes kelebihan titran. KMnO_4 bertindak sebagai oksidator, maka bahan yang dititrasi haruslah suatu bahan yang mereduksi (dapat dioksidasi) dan bahan dapat dianalisa secara titrasi dengan KMnO_4 , jika bahan itu dapat dioksidasi atau dapat diubah menjadi bentuk yang dapat dioksidasi. Dalam suasana asam KMnO_4 direduksi menjadi Mn^{2+} , asam yang dipergunakan H_2SO_4 . HCl tidak dapat dipakai, sebab Cl^- juga dapat dioksidasi oleh KMnO_4 , menjadi Cl_2 .

Penentuan Konsentrasi Larutan Ca^{2+}

Ca^{2+} tidak dapat dioksidasi, jadi diendapkan dulu sebagai Ca oksalat. Endapan ini disaring, dicuci, lalu dilarutkan dalam asam sulfat, membentuk asam oksalat. Asam oksalat jumlahnya ditentukan dengan mentitrasinya dengan KMnO_4 .

Standardisasi KMnO_4 dengan Larutan Baku Asam Oksalat $(\text{COOH})_2$

Asam oksalat dioksidasi menjadi CO_2 dan H_2O . Reaksi berjalan lambat, maka titrasi dilakukan pada temperatur $70-80^\circ\text{C}$. Penambahan KMnO_4 tidak boleh terlalu cepat, harus ditunggu sampai reaksi selesai sebelum menambahkan lebih banyak. Kesalahan dapat menyebabkan cairan menjadi keruh, karena KMnO_4 hanya direduksi menjadi MnO_2 , yang mengendap dan berwarna coklat. Kesalahan-kesalahan itu mungkin karena temperatur kurang tinggi, kurang asam, atau titrasi terlalu cepat.

Alat dan Bahan

Alat-alat yang dipakai adalah botol semprot, erlenmeyer 250 ml; 500 ml, buret 50 ml, kertas saring, corong dan penyangga, pembakar gas, gelas pengaduk, gelas arloji, penangas air, termometer, gelas piala 400 ml, pipet 25 ml, dan gelas ukur 100 ml. Bahan-bahan yang digunakan adalah AgNO_3 0.05 N, HCl 4 N; 6 N, H_2SO_4 2 N; 6 N, BaCl_2 6%, NH_4OH 6 N, $(\text{COONH}_4)_2$ 3%, CaCl_2 0.1 N, KMnO_4 0.1 N, $(\text{COOH})_2$ 0.1 N, dan indikator merah metil.

Prosedur

Standardisasi KMnO_4 . 25 ml larutan baku asam oksalat ditambah 25ml air, 10ml asam sulfat 10%, dipanaskan lalu dititrasi. Titik akhir tercapai, kalau warna tidak hilang lagi setelah ± 5 menit (warna muda sekali dan cairannya jernih). Titrasi dilakukan 3 kali (triplo).

Tugas: Carilah normalitas (N) larutan KMnO_4

Penentuan Ca^{2+} . Sebanyak 25 ml larutan CaCl_2 diberi 150 ml air, 5 ml HCl 6N, lalu dididihkan. Sambil tetap dipanaskan dan terus diaduk ditambahkan 25 ml $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 3% lalu tambahkan NH_4OH tetes demi tetes sampai mulai sedikit keruh. Ditambahkan beberapa tetes metil merah, kemudian ditambah lagi NH_4OH sampai larutan menjadi basa (bagaimana caranya?). *Agieng* selama 45-60 menit; lalu disaring dengan dekantasi dan dicuci sampai filtrat terakhir tidak berisi Cl^- (endapan tidak perlu dipindahkan ke kertas saring). Kertas dilepas, dimasukkan ke gelas piala yang berisi endapan itu diberi 25 ml H_2SO_4 2N, tambahkan air kurang lebih 25 ml dan dipanaskan sampai 70-80 °C (kertas saring dihancurkan), lalu dititrasi dengan KMnO_4 . Penetapan hanya dilakukan 1 kali (simplo).

Tugas: Hitunglah konsentrasi CaCl_2 dalam larutan asalnya.

Reduktometri

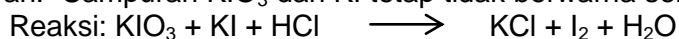
Reduktometri merupakan teknik titrasi yang menggunakan titran sebagai suatu reduktor. Iodometri merupakan salah satu dari teknik ini.

Iodometri

Titrasi tidak langsung. Titrasi iodometri merupakan titrasi yang didasarkan atas reduksi dari zat yang dianalisis oleh ion iodium sehingga timbul I_2 . Kemudian I_2 ini ditentukan jumlahnya dengan titrasi oleh Na tiosulfat. Amilum dipergunakan sebagai indikator. Perubahan warna pada titik akhir : dari biru tua menjadi tidak berwarna.

Standardisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan Larutan Baku KIO_3

Reaksi oksidasi oleh KIO_3 baru terjadi dalam suasana asam, yang nyata terlihat dari warna campuran. Campuran KIO_3 dan KI tetap tidak berwarna sebelum HCl ditambahkan.



Titrasi harus segera dilakukan untuk mencegah menguapnya I_2 . Indikator baru ditambahkan setelah warna menjadi muda; yaitu I_2 tinggal sedikit, agar I_2 tidak terlalu banyak diserap oleh amilum. I_2 yang diserap sukar direaksikan akibatnya jumlah titran yang dipakai tidak cocok dengan yang sebenarnya diperlukan dan perubahan warna pada titik akhir menjadi kurang/ tidak mendadak, sehingga sukar untuk mengetahui titik akhir yang tepat.

Penetapan Vitamin C dengan Cara Iodometri Langsung

Vitamin C (asam askorbat) banyak terdapat dalam buah-buahan. Selain itu juga terdapat tablet vitamin C dengan merk dan kadar yang beragam. Kandungan vitamin C dalam buah ataupun dalam tablet vitamin C dapat ditentukan dengan cara mentitrasi



langsung dengan I_2 . Metode tersebut memanfaatkan sifat vitamin C yang dapat dioksidasi oleh I_2 dengan reaksi sebagai berikut: $HC_6H_7O_6 + I_2 \rightarrow 2HI + C_6H_6O_6$

Alat dan Bahan

Alat-alat yang dipakai adalah pipet 10 ml, 25 ml, buret 50 ml, gelas ukur, erlenmeyer 250 ml, mortar, saringan, dan pisau. Bahan-bahan yang digunakan adalah amilum 1%, KI 1 N, KIO_3 0.1 N, $Cu(IO_3)_2$ jenuh, CH_3COOH 2 M, $Na_2S_2O_3$ 0.1 N, HCl 1 N, NH_4SCN 1 M, buah (jambu biji, jeruk, belimbing, rambutan, dsb.), tablet vitamin C (berbagai merk dagang), dan I_2 dalam KI 0.1 N.

Prosedur

Standardisasi $Na_2S_2O_3$. Sebanyak 10 ml larutan baku primer KIO_3 , ditambah 10 ml KI 1 N dan 10 ml HCl 1 N dan segera dititrasi dengan $Na_2S_2O_3$ sampai warna menjadi muda sekali; diberi 2 ml larutan amilum dan titrasi dilanjutkan sampai warna mendadak lenyap. Titrasi dilakukan triplo.

Penentuan vitamin C dari buah. Buah jeruk/rambutan dikupas, dibuang kulitnya, ditimbang 20 g daging buah jambu biji, jeruk, atau rambutan dan haluskan dalam blender ataupun mortar. Air destilata 100 ml ditambahkan dan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam erlenmeyer. Ditambahkan 1 ml amilum dan dititrasi dengan I_2 0,1 N. Penetapan dilakukan triplo.

Penentuan vitamin C dari tablet. Ditimbang 10 tablet kecil atau 1 tablet besar, dan kemudian dilumatkan dalam mortar sampai terbentuk serbuk halus. Ditimbang 0.2 g serbuk tablet dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 200 ml. Air destilata 100 ml ditambahkan dan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 1 ml amilum dan dititrasi dengan I_2 0.1 N. Penetapan dilakukan triplo.

Tugas: Kadar vitamin C dalam buah atau tablet ditentukan dan dibandingkan dengan yang tertulis pada etiketnya.

6 KELATOMETRI

PENDAHULUAN

Dasarnya adalah pembentukan ion kompleks antara bahan yang dianalisis & titran. Terdapat dua cara yang terkenal di dalam titrasi kompleksometri (kelatometri) yaitu: cara **Liebig** dan **Schwarzenbach**. Dalam praktikum ini khusus melakukan cara yang kedua. Pada cara Schwarzenbach, EDTA dipergunakan sebagai titran & dipergunakan untuk penentuan ion-ion logam.

EDTA (*Ethylene Diamine Tetraacetic Acid*) ialah suatu asam organik berbasa 4. Jika direaksikan dengan ion logam, maka terbentuk suatu persenyawaan kompleks yang merupakan lingkaran yang terjadi dari ion logam dan atom-atom dalam EDTA, dinamakan "kelat" (*Chelate*). Tiap ion logam mengkompleks satu molekul EDTA. Umumnya kompleks ini kuat sekali terutama jika ion logamnya bervalensi 2-3. Titran dapat larutan EDTA atau larutan suatu ion logam. Indikator umumnya suatu zat organik yang juga mengkelat ion logam; warnanya sebagai ion/molekul yang bebas berbeda daripada bila berbentuk kelat. Contohnya ialah **Eriochrome Black-T**. Zat organik ini ialah suatu asam berbasa 3, dan untuk singkatnya dinyatakan dengan H_3In ; warnanya ialah: sebagai ion H_2In^- (pada pH 6.3) warnanya merah; sebagai ion HIn^{2-} (pada pH antara 6.3 dan 11.5) warnanya biru; sebagai ion In^{3-} (pada pH 11,5) warnanya jingga; dan sebagai kompleks $MgIn^-$ (pada pH antara 6.3 dan 11.5) warnanya merah. Biasanya, EDTA dipakai dalam bentuk garam dinatrium-nya dan untuk singkatnya diberi tanda Na_2H_2Y . Reaksinya dengan logam: $Na_2H_2Y + M^{n+} \rightarrow MY^{n-4} + 2Na^+ + 2H^+$

Karena terjadi ion H, maka kesempurnaan reaksi titrasi ini juga tergantung pada pH larutan; umumnya lebih sempurna pada pH yang lebih tinggi dan hanya ion logam yang membentuk kelat yang sangat kuat dapat dititrasi dengan baik pada pH rendah. Keuntungan titrasi-titrasi EDTA ialah: dapat mentitrasi ion logam dalam konsentrasi yang rendah (0.01 atau 0.001 M) dan dapat dipergunakan untuk ion logam yang bermacam-macam sekali.

Standardisasi EDTA dengan $CaCO_3$, Indikator Eriochrome Black T

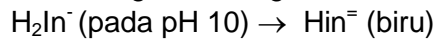
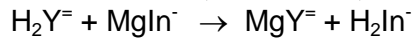
EDTA dapat dipakai sebagai bahan baku primer, kalau air untuk melarutkannya sama sekali tidak mengandung ion-ion logam polivalen, sekalipun dalam jumlah sangat kecil. Karena hal ini sulit dicapai, maka larutan EDTA umumnya perlu distandardisasi, yaitu dengan mentitrasinya memakai larutan baku primer dari $CaCO_3$.

Keterangan reaksi-reaksi:

1. Sebelum titrasi: Larutan Ca^{2+} ditambah beberapa tetes H_3In jadi berisi Ca^{2+} dan $CaIn^-$ (merah).
2. Selama titrasi-titrasi sebelum Ca^{2+} habis:
 $H_2Y^{4-} + Ca^{2+} \rightarrow CaY^{2-} + 2H^+$
 $MgY^{2-} + CaIn^- \rightarrow CaY^{2-} + MgIn^-$ (tetes merah)

Terdapat MgY^- , sebab larutan EDTA diberi sedikit Mg^{2+} untuk membuat titik akhir lebih tajam. MgY^- dan CaIn^- bereaksi, sebab CaY^- lebih kuat dari MgY^- , sedang MgIn^- lebih kuat dari CaIn^- .

3. Pada titik akhir, Ca^{2+} habis, maka tetes akhir EDTA bereaksi dengan MgIn^- :



Penentuan Kesadahan Total Air Keran

Kesadahan air disebabkan oleh garam-garam Ca dan Mg yang larut dalam air itu. Dengan EDTA, jumlah Ca^{2+} dan Mg^{2+} dapat ditentukan sekaligus dalam satu titrasi. Penentuan ini penting sekali bagi industri, sebab air sadah menimbulkan "batu ketel" yang merugikan dan menimbulkan bahaya ledakan. Kecuali Ca^{2+} dan Mg^{2+} , air keran juga berisi kation-kation lain juga bereaksi dengan EDTA, sehingga akan mengganggu titrasi kalau tidak disingkirkan lebih dahulu. Karena titrasi berlangsung pada pH tinggi, maka kebanyakan kation-kation tersebut mengendap dan dapat disaring, tetapi besi berbentuk koloid yang disaring setelah di tambah Na_2S . Sedang Co, Ni, dan beberapa kation lain tetap sebagai kompleks amin (terbentuk dengan NH_3 yang berasal dari buffer). Kompleks-kompleks amin ini dinonaktifkan (*masking*) dengan KCN jika perlu.

TUJUAN PERCOBAAN

Percobaan ini bertujuan untuk melatih mahasiswa melakukan analisis ion logam dengan titrasi kelatometri.

ALAT DAN BAHAN

Alat-alat yang dipakai adalah buret 50 ml, lempeng tetes, pipet 10; 20; 25; 100 ml, erlenmeyer 250 ml, pipet Mohr 5 ml, kertas fenol red. Bahan-bahan yang digunakan adalah buffer pH 10, Erio T, NH_4OH 4 M, CaCO_3 0.01 M, ZnSO_4 0.01 M, EDTA 0.01 M, contoh air keran, dan contoh Al^{3+} .

PROSEDUR PERCOBAAN

Standardisasi EDTA

Sebanyak 10 ml larutan CaCO_3 (jika asam dinetralkan dengan NaOH) ditambah 0.5 ml larutan penahan (pH 10), 2-3 tetes indikator Eriochrome Black T (disingkat Erio T), lalu dititrasi dengan EDTA sampai warna berubah dari merah ke biru (dekat titik akhir, titrasi harus benar-benar berhati-hati, tetes terakhir harus jelas menunjukkan lenyapnya "shade" ke merah-merahan yang terakhir. Jika dilakukan baik-baik, titik akhir tajam sekali dan dapat digunakan untuk mikrotitrasi yang memakai larutan EDTA encer sekali, misalnya 0.001M). Titrasi dilakukan 3 kali.

Tugas : Hitunglah konsentrasi EDTA dalam M (gr/liter); tiap molekul EDTA mengikat 1 ion Ca^{2+}

Penentuan Kesadahan Total Air Keran

Sebanyak 100 ml air keran diberi 2 ml buffer pH 10, 2-4 tetes Erio T dan dititrasi (kalau ada endapan-endapan, disaring). Perubahan warna seperti pada Percobaan standarisasi EDTA. Titrasi dilakukan rangkap 3 (triplo).

Tugas: Hitung kesadahan total air keran dalam ppm.

Keterangan: "Derajat kesadahan" air dinyatakan dengan ppm (parts per million) ialah banyaknya mg CaCO₃/liter air. Di sini kita anggap bahwa kesadahan hanya disebabkan oleh CaCO₃; dan dianggap bahwa EDTA yang terpakai seluruhnya mengkompleks Ca²⁺.

Penentuan Ca²⁺ Pada Buah Belimbing

Sebanyak 10 g belimbing dilumatkan dan diekstraksi dengan 90 ml air destilata, disaring, dan volume ekstrak ditepatkan menjadi 100 ml (dalam labu takar). Ekstrak siap untuk dianalisis.

Sebanyak 25 ml ekstrak ditambah 10 tetes NH₄OH 4M dan 2.5 ml buffer pH 10 dimasukkan ke dalam erlenmeyer 200 ml. Tambahkan indikator Erio T, kemudian dititrasi dengan EDTA 0.01 M sampai warna biru. volume titran dicatat. Penentuan dilakukan triplo.

Tugas: Tentukan kadar (%) Ca dalam contoh belimbing.

7 **SPEKTROFOTOMETRI**

PENDAHULUAN

Untuk penentuan konsentrasi suatu zat secara spektrofotometri, maka serapan analat maupun standar harus dibaca pada panjang gelombang tertentu. Panjang gelombang yang dipilih ialah panjang gelombang yang memberikan absorbans terbesar. Untuk menentukan pemilihan panjang gelombang, perlu diketahui spektrum absorpsi zat tersebut sehingga puncaknya dapat diketahui.

Asam amino adalah padatan berbentuk kristal dengan titik didih yang cukup tinggi, dan kebanyakan sangat larut dalam air. Pemanasan asam amino dalam pereaksi ninhidrin menghasilkan senyawa kompleks berwarna ungu. Intensitas warna ini berbanding langsung dengan konsentrasi asam amino bebas.

TUJUAN PERCOBAAN

Percobaan ini bertujuan untuk mengetahui spektrum serapan suatu zat dan menentukan kandungan asam amino bebas pada kentang atau ubi jalar dengan cara spektrofotometri.

ALAT DAN BAHAN

Alat-alat yang dipakai adalah spektrofotometer, kuvet, labu takar 50 ml, tabung reaksi, penangas air, sentrifusa, spektronik-20, gelas piala, dan buret 50 ml. Bahan-bahan yang digunakan adalah salah satu larutan standar pada penentuan kadar asam amino bebas, kentang/ubi jalar, piridin 10 %, ninhidrin 2 %, asam amino lisin (1 - 5 ppm), dan kapas

PROSEDUR PERCOBAAN

Pembuatan larutan standar dan blanko

Larutan standar disiapkan dengan menggunakan analat asam amino lisin, dengan konsentrasi 5 ppm sampai 25 ppm (dibuat dengan menggunakan labu takar 25 atau 50 ml dari larutan stok). 10 ml larutan standar diambil dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambah 1 ml piridin 10% dan 1 ml ninhidrin 2%. Tabung ditutup dengan kapas kemudian ditempatkan dalam penangas air mendidih selama 20 menit. Setelah dingin diencerkan menjadi 50 ml dalam labu takar dan ditera. Larutan blanko disiapkan dengan mengganti analat menggunakan air suling. (untuk efisiensi waktu proses pembuatan larutan dari contoh bahan juga sekaligus dilakukan pada waktu ini, sesuai prosedur untuk preparasi dari contoh bahan)

Pembuatan Spektrum Serapan Zat

Kuvet diisi dengan salah satu standar larutan yang digunakan pada penentuan kadar asam amino bebas. Larutan blanko disiapkan dengan mengganti analat dengan air suling pada penentuan kadar asam amino bebas. Absorbans larutan dibaca pada kisaran panjang gelombang 400 - 700 nm, dengan interval 5 nm (pada setiap pergantian panjang gelombang serapan dinolkan dengan larutan akuadestilata). Pada setiap interval panjang gelombang diukur larutan standar dan blanko (blanko digunakan untuk mengkoreksi absorbans larutan standar). Dibuat kurva hubungan panjang gelombang dengan absorbans standar terkoreksi. Panjang gelombang yang tepat (λ dengan serapan maksimum) untuk larutan tersebut kemudian ditentukan dan digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

Analisis asam amino pada contoh

Disuspensikan 1 g kentang dalam 40 ml air kemudian disentrifuse, supernatan ditampung dalam labu takar 100 ml. Proses di atas tersebut diulangi, kemudian tepatkan volume supernatan sampai tanda tera dengan air suling. Ekstrak asam amino 10 ml dipipet dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Ditambah 1 ml piridin 10% dan 1 ml ninhidrin 2%. Tabung ditutup dengan kapas kemudian ditempatkan dalam penangas air mendidih selama 20 menit. Setelah dingin diencerkan menjadi 50 ml dalam labu takar. absorbans larutan dibaca pada panjang gelombang dengan serapan maksimum hasil pembuatan spektrum serapan.

Dibuat kurva standar dan hitung konsentrasi dan kadar asam amino pada kentang/ubi jalar (nyatakan dalam % b/b).

Catatan:

Larutan blanko, standar dan analat disiapkan sekaligus dan pemanasan dilakukan bersama-sama.

8

ELEKTROFORESIS KERTAS

PENDAHULUAN

Elektroforesis berhubungan dengan gerakan suatu partikel di dalam medan magnet. Hubungan itu dapat diperoleh sebagai berikut: Partikel bergerak pada kecepatan yang konstan, karena adanya gaya listrik, $E \cdot q$, harus diimbangi dengan gaya friksional/gesekan (penahanan kekentalan), $f \cdot v$, yang diberikan dengan persamaan:

$$E \cdot q = f \cdot v$$

E = medan listrik (volt/cm)

q = muatan partikel (satuan elektrostatik)

f = koefisien gesekan (fungsi ukuran & bentuk partikel)

v = kecepatan partikel (cm/detik)

Di dalam percobaan elektroforesis, tegangan atau arus dianggap tetap. Kecepatan partikel

$$v = \frac{E \cdot q}{f}$$

Jika E tetap, kecepatan tergantung pada q dan f . Untuk bola, koefisien gesekan (f_o) diberikan oleh hukum Stoke ; $f_o = 6 \eta_o R_o$, dimana η_o = kekentalan pelarut dan R_o = jari-jari bola. Untuk partikel nonbola, koefisien gesekan (f) adalah:

$$f = 6\eta_o R A$$

Dimana: R = jari-jari bola, di dalam volumenya ekuivalen dengan volume partikel

A = suatu istilah yang kompleks, melibatkan perbandingan aksial dari revolusi ellip, di dalam volumenya ekuivalen dengan volume partikel.

Jika dua partikel yang memiliki massa dan bentuk yang sama, salah satu yang lebih besar muatannya (q) dari yang lain akan bergerak lebih cepat. Dan jika dua partikel memiliki massa dan muatan yang sama, yang lebih simetri akan bergerak lebih cepat dibanding dengan yang asimetri, dimana koefisien friksi asimetri lebih besar dibanding koefisien simetri.

Sejak terdapat banyak macam komplikasi teoritik yang dibuat untuk menginterpretasikan beberapa bentuk yang sulit, metode elektroforesis zonal lebih banyak digunakan. Dengan bentuk ini contoh dalam jumlah yang sedikit dihubungkan dengan medium seperti kertas, selulosa asetat, atau gel. Aplikasi dari pergerakan listrik yaitu komponen dari contoh berbentuk spot atau zona.

Bahan yang digunakan sebagai media elektroforesis pada percobaan pemisahan campuran asam amino yang belum diketahui yaitu kertas dan kertas selulosa asetat. Pada elektroforesis kertas, sering terjadi adsorpsi dari molekul dengan gugus hidroksi dari selulosa pada kertas.

Pergerakan elektroforesis mencakup efek kromatografi, dimana molekul akan bergerak turun sepanjang pergerakan. Efek-efek yang ada akan meningkatkan atau menurunkan pemisahan elektroforesis. Pada kertas selulosa asetat, kebanyakan gugus hidroksil dari selulosa pada selulosa asetat yang telah diasetilasi, maka penurunan daya

adsorpsi dari molekul akan mendukung gerak elektroforetik. Sebagai hasil, pemisahan elektroforesis akan lebih cepat dan hasilnya akan lebih baik dibanding elektroforesis kertas. Selulosa asetat memiliki keuntungan yang lebih banyak dibandingkan elektroforesis kertas. Pemisahan spot biasanya lebih kecil (tanpa ekor akibat adsorpsi) jadi contoh akan lebih terkonsentrasi dan lebih mudah dideteksi, ukuran sampel akan lebih kecil. Selulosa asetat adalah transparan dimana deteksi menggunakan metode spektrofotometri untuk memisahkan sampel adalah mungkin dilakukan. Yang terakhir, selulosa asetat lebih mudah dilarutkan dalam pelarut dengan jumlah sedikit dan memilikii keterulangan dari pemisahan sampel yang lebih baik.

TUJUAN PERCOBAAN

Percobaan ini bertujuan untuk menunjukkan bagaimana komponen dalam senyawaan campuran dapat dipisahkan dengan cara elektroforesis, menunjukkan bahwa beberapa indikator dan beberapa pigmen pada tinta adalah molekul yang dapat terionisasi, dan menunjukkan keuntungan elektroforesis menggunakan kertas selulosa asetat.

ALAT DAN BAHAN

Alat-alat yang dipakai adalah alat elektroforesis 250 V d.c (1 jam) atau 100 V d.c. (2-4 jam). Bahan-bahan yang digunakan adalah tinta, kertas, indikator, zat warna, kertas selulosa asetat, bufer amonia dan amonium asetat atau bufer asam asetat dan amonium asetat

PROSEDUR PERCOBAAN

Persiapan bahan

Bahan kimia yang digunakan adalah tinta warna hitam, biru, dan merah. Indikator yang digunakan adalah congo red, fenol red, brom fenol blue, dan campuran ketiganya. Zat warna digunakan adalah fluorecein, tartrazine, dan campuran keduanya.

Bufer dibuat dari volume yang sama 0.1 M amonia dan 0.04 M amonium asetat atau dibuat dari volume yang sama 0.1 M asam asetat dan 0.04 M amonium asetat

Pemisahan Pigmen Tinta, Zat Warna, dan Indikator

Kertas elektroforesis atau kertas selulosa asetat dipotong dengan ukuran 30 x 10 cm, 3 buah untuk tinta, indikator, dan zat warna. Kertas diberi garis sebagai tanda garis start. Spot dibuat dengan baik. Kertas kemudian dimasukkan ke dalam larutan bufer dan ditempatkan ke dalam alat elektroforesis, *dirunning* dengan potensial 250 V selama 1 jam. Pemisahan yang terjadi diamati dengan interval 5-10 menit. Pemisahan dan warna yang teramati dicatat. Setelah 1 jam, arus dimatikan dan kertas diangkat dari alat tersebut. Bukti kertas hasil pemisahan disimpan untuk dokumentasi dan dicetak untuk bahan laporan.

9

KROMATOGRAFI

PENDAHULUAN

Kromatografi pertama kali ditemukan oleh seorang ahli biologi berkebangsaan Rusia, Michael Tswett, pada tahun 1903. Ia memisahkan pigmen dari hijau daun dengan menggunakan suatu adsorban dan memperoleh sejumlah pita terdiri dari berbagai warna. Ada dua macam peristiwa kromatografi yaitu kromatografi *adsorpsi*, ditemukan dalam kromatografi kolom, dan kromatografi *partisi* ditemukan dalam kromatografi kertas dan kromatografi lapis tipis.

Prinsip dari kromatografi partisi adalah pemindahan senyawa berdasarkan perbedaan derajat kelarutan dalam dua macam pelarut yang tidak saling mencampur. Dalam hal ini kertas saring dan lapisan tipis berfungsi baik sebagai fase diam maupun fase gerak. Dalam tiap pemisahan kromatografi banyak dipergunakan dalam mempelajari asam-asam amino, karbohidrat, dan polifenol.

Kromatografi kertas merupakan suatu cara kromatografi partisi. Prinsipnya ialah pemisahan senyawa berdasarkan perbedaan derajat kelarutannya dalam 2 macam pelarut atau lebih yang tidak saling tercampur.

Kromatografi kertas dapat dilakukan dengan 2 cara, yaitu secara *ascending* dan *descending*. Dalam *ascending kromatografi* pelarut terdapat di bawah, dimana kertas tercelup dan kemudian bergerak ke atas pada kertas. Dalam *descending kromatografi* pelarut terdapat di atas, dimana kertas digantung dan kemudian bergerak ke bawah pada kertas.

PERCOBAAN

TLC (*Thin Layer Chromatography*) Klorofil Daun

Tujuan Percobaan

Percobaan ini bertujuan untuk melatih penggunaan analisis kualitatif dengan metode TLC.

Alat dan Bahan

Alat-alat yang dipakai adalah botol eluen, botol semprot, cawan petri, corong, corong pisah, gelas ukur 50 ml, kaca obyek, kertas saring, lempeng porselin, pipet kapiler, dan tabung reaksi. Bahan-bahan yang digunakan adalah aseton, CaCO_3 padat, iod kristal, Na_2SO_3 kering, dan petroleum eter.

Prosedur Percobaan

Pembuatan ekstrak daun. Daun diiris halus, diambil sebanyak 1 g, dimasukkan ke dalam mortar, ditambahkan sedikit pasir kuarsa, dan digerus selama 10 detik. Daun dipindahkan ke dalam tabung reaksi bertutup dan ditambahkan 4 ml aseton, ditutup, dan dikocok selama 10 detik. Campuran dibiarkan selama 10 menit. Ditambah 6-7 ml air dan dikocok. Petroleum eter 3 ml ditambahkan, dikocok, dan dipisahkan dengan sentrifus. Lapisan yang berwarna hijau dipipet ke dalam tabung reaksi dan dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrat selama 15 menit. Tuangkan larutan yang telah dikeringkan ke dalam piringan petri, uapkan sebentar supaya lebih pekat. Larutan yang telah pekat dituangkan

ke dalam tabung reaksi, ditutup rapat. Larutan tersebut siap untuk dianalisis dengan metode kromatografi.

Pembuatan lapisan-lapisan TLC. CaCO_3 ditimbang seberat 60 - 80 g, ditambahkan aseton dan PE sedikit demi sedikit sampai diperoleh bubuk yang baik. Botol ditutup rapat. Kaca obyektif 2 potong yang didempetkan dicelupkan sebentar ke dalam bubuk. Sesudah dicelupkan, kemudian diangkat dan keringkan. Bila lapisan tipis tidak merata atau terlalu tipis, dicelupkan sekali lagi. Tebal lapisan yang baik 0.1-0.2 mm. Setelah kering, bagian sisi dari kaca obyektif dibersihkan dengan kertas saring.

Pembuatan Kromatogram. Kromatogram dibuat dengan eluen (campuran aseton dan PE (1:9)). Sedikit ekstrak daun diteteskan dengan pipa kapiler di atas lapisan TLC pada jarak 1 cm dari tepi kaca bagian bawah. Pelarut dibiarkan mengering. Lapisan TLC dimasukkan ke dalam botol berisi eluen dengan bagian yang ditetesi berada di bawah. Perhatikan, bagian yang ditetesi zat jangan sampai tercelup ke dalam eluen. Setelah cairan eluen naik sampai hampir diujung atas lapisan TLC, maka lapisan TLC dikeringkan di udara. Komponen warna yang terpisah dicatat. Setelah kering, lapisan TLC ini dimasukkan ke dalam botol yang berisi hablur I_2 untuk membuat komponen pada lapisan TLC menjadi jelas. Komponen-komponen yang nampak, dapat ditandai dengan jarum dan nilai Retardation Factor (Rf) masing-masing dapat dihitung dengan rumus:

$$Rf = \frac{\text{jarak komponen dihitung dari tempat penetesan}}{\text{jarak batas eluen dihitung dari tempat penetesan}}$$

Kromatografi Kertas

Tujuan

Percobaan ini bertujuan untuk memisahkan ion-ion: Ni^{2+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} , Cu^{2+} dengan pelarut, aseton: HCl pekat: air (86:6:8). Pewarna yang digunakan adalah NH_4OH pekat, dimetil glioksim, $(\text{NH}_4)_2\text{S}$. Jarak *start-front* dibuat 10 cm. Waktu pemisahan dibuat maksimum 2 jam. Memisahkan ion-ion: Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} dengan pelarut, metanol: HNO_3 2M (76:24). Pewarna yang digunakan adalah KI, K_2CrO_4 . Jarak *start-front* dibuat 15 cm. Waktu pemisahan dibuat maksimum 5 jam.

Alat dan Bahan

Alat-alat yang dipakai adalah botol kromatografi, botol semprot, gelas kapiler, kertas kromatografi Whatman no.1, lempeng tetes, oven, pembakar gas dan kasa, pipet tetes, dan larutan seperti di atas. Bahan-bahan yang digunakan adalah larutan seperti diatas.

Prosedur

Kertas kromatografi yang digunakan adalah Whatman no.1 (12.5 x 25 cm) yang benar-benar kering. Pada jarak 2.5 cm dari salah satu tepi kertas dibuat garis dengan pensil (garis start), dan diatasnya dibuat garis front pada jarak seperti tertulis pada jarak *start-front*, menurut percobaan. Pada garis start dibuat tanda dengan pensil untuk tetesan bahan pada jarak 3 cm dari salah satu tepi, kemudian dengan interval 2,5 cm atau lebih. Bahan diteteskan pada tanda-tanda tersebut dengan pipa kapiler. Besar diameter tetesan maksimum 8-10 mm. Bila diperlukan bahan dalam jumlah cukup banyak, penetasan dilakukan berulang-ulang dan setiap tetesan dibiarkan kering sebelum ditambah tetesan berikutnya. Caranya adalah dengan memanaskan diatas api gas, diatas kasa. Setelah tetesan kering, kertas dibentuk menjadi silinder. Kedua tepinya diklip agar tepi kertas tidak saling menutup. Garis start ada dibagian bawah silinder. Masukkan pelarut ke dalam botol sehingga tinggi permukaannya 0,5 - 1 cm di bawah tinggi garis start dan ditutup rapat,

jenuhkan udara dalam botol dengan uap pelarut. Kertas dimasukkan ke dalam botol dengan garis start di bagian bawah. Usahakan jangan sampai kertas menyentuh dinding botol. Biarkan pelarut naik sampai garis front, atau dapat juga sebelumnya (jika waktu tidak memungkinkan) asal letak garis cairannya dicatat. Kertas diangkat dan dikeringkan (tidak perlu benar-benar kering). Untuk menampakkan warna spot, kertas disemprot dengan/dicelup dalam/diuapi dengan larutan pewarnanya. Dicatat warna dan jarak spotnya dari garis start. Hitung Rf untuk bahan masing-masing.

Pemisahan Campuran Indikator

Tujuan

Percobaan ini bertujuan untuk menunjukkan sifat khas dari suatu indikator dalam campurannya

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah larutan ANU, campuran n-butanol:asam asetat glasial:air (60:15:25) dan n-butanol:etanol:ammoniak 2 M (60:20:20)

Prosedur

Salah satu pelarut di atas diambil sebanyak 30 ml dalam gelas piala 600 ml. Kertas kromatografi dengan jarak *start-front* 11 cm dimasukkan ke dalamnya. Gelas piala ini dijenuhkan dengan pelarut tersebut dengan jalan menutupnya dengan plastik. Garis start dibuat pada jarak 2 cm dari tepi bawah kertas. Pekerjaan selanjutnya sama dengan percobaan sebelumnya. Buatlah spot standar dengan indikator-indikator yang ada.

Pemisahan Susunan Logam Pada Uang Logam

Tujuan

Percobaan ini bertujuan untuk menentukan susunan logam pada uang logam Rp 25, Rp 50, dan Rp 100.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah CuSO_4 0,1 M, HCl pekat, NiSO_4 , klip plastik, dan uang logam.

Prosedur

Uang logam tersebut dicuci dengan sabun dan disikat, kemudian dibilas dengan akuades. Pada uang tersebut berilah setetes HCl pekat dan tunggulah beberapa menit. Dari tetesan ini, buatlah spot, jarak *start-front*, dan jarak dari tepi kertas bawah pada kertas kromatografi seperti percobaan diatas. Kertas ini dilipat dengan klip plastik atau benang dan masukkan ke dalam gelas piala 600 ml yang berisi 30 ml pelarut. Pekerjaan selanjutnya seperti pada percobaan diatas. Untuk menentukan macam logamnya buatlah spot standar CuSO_4 , NiSO_4 , dan HCl pekat.

Perhatikan:

Untuk berhasilnya percobaan, jagalah kebersihan tangan, alat-alat, kertas, bahan-bahan dengan secermat-cermatnya.

10 POTENSIOMETRI

PENDAHULUAN

Potensiometri merupakan istilah untuk teknik-teknik analisis yang berdasar pada pengukuran potensial suatu sensor. Di dalam suatu sensor potensiometri, suatu permukaan membran atau sensor bekerja sebagai sel setengah reaksi, menghasilkan potensial yang sebanding dengan logaritma aktivitas (konsentrasi) analat. Elektroda indikator dihubungkan secara langsung (atau melalui jembatan garam) dengan elektroda referensi untuk membentuk suatu sel galvanik. Gaya gerak listrik (GGL) atau voltase sel dari sel galvanik yang dihasilkan diukur dengan cara yang mana tidak ada arus mengalir melalui sel. Untuk sel elektrokimia lengkap, voltase sel adalah:

$$E_{\text{sel}} = E_{\text{ind}} - E_{\text{ref}} + E_j \quad (1)$$

E_{sel} adalah voltase (GGL) sel, E_{ind} adalah potensial elektroda indikator, dan E_j adalah potensial muka cairan (*liquid junction*).

Potensial dari elektroda indikator ditunjukkan oleh persamaan berikut:

$$E_{\text{ind}} = \text{Konstanta} + 2.303RT/nF \log a \quad (2)$$

$2.303RT/nF$ = faktor Nernst, n = muatan ion yang diukur, dan a = aktivitas ion yang diukur.

Persamaan Nernst menunjukkan adanya ketergantungan E terhadap aktivitas ion. Maka berdasarkan persamaan tersebut dapat diturunkan hubungan antara E dengan konsentrasi ion H^+ atau pH. Hubungan antara nilai pH dengan GGL untuk suatu pH meter yang menggunakan elektroda gelas kombinasi mengikuti persamaan di bawah ini:

$$E = k - KT (\text{pH}) \quad (3)$$

Persamaan 3 adalah suatu persamaan regresi linear dengan slop $-KT$ dan intersep k .

Metode potensiometri terdiri dari dua tipe utama:

1. Potensiometri langsung. Pengukuran secara langsung konsentrasi atau aktivitas. Di dalam kasus ini aktivitas ion atau konsentrasi ion ditentukan dengan suatu kurva kalibrasi atau teknik penambahan standar.
2. Potensiometri tidak langsung atau titrasi potensiometri. Komponen yang dianalisis dititrasi dengan titran yang cocok dan elektroda indikator digunakan untuk memonitor perubahan potensial selama titrasi.

PERCOBAAN

Titration Asam Kuat dan Basa Kuat Monovalen

Alat dan Bahan

Alat-alat yang dipakai adalah potensiometer + elektroda kalomel + elektroda gelas, pengaduk magnet, gelas piala, buret 50 ml, dan pipet volumetrik 10 ml. Bahan-bahan yang digunakan adalah NaOH 0.1 N, HCl 0.1 N, dan boraks 0.1 N

Prosedur Percobaan

pH meter dikalibrasi menggunakan bufer dengan cara kalibrasi dua nilai pH. Nilai potensial dari bufer yang disediakan diukur.

Standardisasi NaOH. Asam oksalat 0.1000 N 10,00 ml diambil ke dalam gelas piala 200 ml. Larutan kemudian diencerkan sampai 100 ml dengan akuades. Elektroda gelas kombinasi dicelupkan dan *stirer* ditempatkan ke dalam larutan. GGL larutan kemudian dibaca. Titrasi dengan NaOH 0.1 M dengan penambahan 0.5 ml sampai 15 ml.

Penentuan konsentrasi HCl. HCl 0.1 N 10 ml diambil dan dimasukkan ke dalam gelas piala 400 ml, diencerkan dengan 100 ml air. Alat dipasang dan elektroda dihubungkan dengan potensiometer lalu alat dihubungkan dengan sumber arus. Titik nol ditetapkan dari potensiometer dan besar potensial larutan ditetapkan dengan memakai skala 0 - 100 mV. Larutan kemudian ditrasi dengan NaOH 0.1 N. Pada 1-5 ml volume titran tiap kali penambahan 1 ml, kemudian 0.5 ml. Bila mendekati titik ekuivalen penambahan 0.1 ml (antara 9 - 11 ml)

Evaluasi Hasil

Buat data sbb:

V (ml)	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$ (mV/ml)

Buat 2 macam grafik dengan:

- volume HCl terhadap E
- volume HCl terhadap $\Delta E/\Delta V$

Penentuan Konstanta Ionisasi Asam Lemah

Prinsip Penentuan

Konstanta ionisasi asam atau basa lemah dapat ditentukan dengan dasar kurva titrasi potensiometrinya. Di dalam larutan, suatu asam lemah HA akan terionisasi sesuai dengan persamaan berikut:



Konstanta ionisasinya adalah

$$K_a = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]}$$

Jika diubah menjadi bentuk logaritma maka

$$\log K_a = \log[H^+] + \log [A^-]/[HA] = \log [A^-]/[HA] - \text{pH}$$

$$\log[A^-]/[HA] = \log K_a + \text{pH} \quad (4)$$

Nilai K_a dapat dicari dengan membuat kurva hubungan $\log[A^-]/[HA]$ vs pH. Perbandingan $[A^-]/[HA]$ dapat disederhanakan dengan menggunakan derajat titrasi (x). x didefinisikan sebagai perbandingan antara jumlah titran yang ditambahkan sebelum titik ekuivalen (V) dan jumlah titran pada saat titik ekuivalen dicapai (V_e).

$$x = \frac{V}{V_e} \quad (5)$$

Penggabungan persamaan 4 dan 5 akan menghasilkan persamaan 6.

$$\text{Log } x/(1-x) = \text{log } K_a + \text{pH} \quad (6)$$

Alat dan Bahan

Alat-alat yang dipakai adalah pH meter, pipet volumetrik 10 ml, elektroda gelas kombinasi, gelas piala, buret, *magnetic stirrer*. Bahan-bahan yang digunakan adalah asam asetat 0.1 M, NaOH 0.1 M, asam oksalat 0.1000N, bufer standar 4, 7, 10 atau 9,2

Prosedur Percobaan

Kalibrasi pH meter menggunakan bufer dengan cara kalibrasi dua nilai pH. Ukur nilai potensial dari bufer yang disediakan.

Standarisasi NaOH. Diambil 10,00 ml asam oksalat 0.1000 N dan dimasukkan ke dalam gelas piala 200 ml. Larutan diencerkan sampai 100 ml dengan akuades. Elektroda gelas kombinasi dicelupkan dan *stirrer* ditempatkan ke dalam larutan. GGL larutan kemudian dibaca. Larutan dititrasi dengan NaOH 0.1 M dengan penambahan 0.5 ml sampai 15 ml.

Penentuan K_a asam asetat. Diambil 10,00 ml asam asetat 0.1 M dan dimasukkan ke dalam gelas piala 200 ml. Larutan diencerkan sampai 100 ml dengan akuades. Elektroda gelas kombinasi dicelupkan dan *stirrer* ditempatkan ke dalam larutan. GGL larutan kemudian dibaca. Larutan dititrasi dengan NaOH 0.1 M dengan penambahan 0.5 ml sampai 15 ml.

Evaluasi Hasil

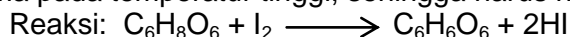
1. Buat persamaan 3 dari data GGL bufer.
2. Tentukan konsentrasi NaOH dari data standarisasi NaOH. Untuk mencari titik ekuivalen, gunakan kurva hubungan E dan ml titran dan kurva turunan pertama serta kedua.
3. Tentukan titik ekuivalen untuk percobaan Penentuan K_a asam asetat.
4. Hitung nilai K_a (Jika anda sudah menentukan K_a asam asetat dengan cara konduktometri bandingkan hasilnya)

Penentuan Kadar Vitamin C dalam Tablet Vitamin C

Prinsip Penentuan

Vitamin C (asam askorbat) adalah bahan organik yang murah, relatif sederhana, larut dalam air dan mempunyai rumus molekul $C_6H_8O_6$.

Asam askorbat merupakan asam organik lemah dan dapat ditentukan dengan metode potensiometri, melalui I_2 dalam KI. Asam ini mudah teroksidasi oleh udara terutama pada temperatur tinggi, sehingga harus hati-hati dalam pelaksanaannya.



Alat dan Bahan

Alat-alat yang dipakai adalah gelas piala 100 ml, buret mikro, potensiometer, gelas ukur 50 ml, pengaduk magnet, pipet volumetrik 10 ml, erlenmeyer 125 ml, neraca analitik. Bahan-bahan yang digunakan adalah tablet vitamin C, I_2 , amilum, $Na_2S_2O_3$, dan KIO_3

Prosedur Percobaan

Penentuan kadar vitamin C. Ditimbang dengan teliti kira-kira 0.25 g tablet vit.C yang telah dihaluskan. Serbuk dimasukkan ke dalam gelas piala 100 ml, ditambah dengan 30 ml air. Larutan dititrasi dengan I_2 dalam KI dengan potensiometer. Dibuat grafik antara ml titran dan mV. Standardisasi larutan I_2 dilakukan dengan tiosulfat.

Standardisasi tiosulfat oleh KIO_3 . Ditimbang sejumlah KIO_3 dan diencerkan dalam 25 ml air (setara dengan 0.02N), ditambah dengan 10 ml KI, 10 ml HCl, dan kemudian dititrasi dengan tiosulfat.

Catatan:

Bila perlu untuk mengetahui berakhirnya titrasi digunakan 1 ml indikator amilum

Titration Pengendapan Ion Sulfat

Prinsip Penentuan

Larutan sulfat dapat dititrasi secara potensiometri dengan menggunakan larutan Pb(II) nitrat standar, dengan adanya sistem redoks ferrosianida-ferisianida. Proses ini berlangsung dengan menggunakan elektroda Pt dan Ag. Guna mengurangi kelarutan Pb(II)sulfat yang terbentuk ditambahkan etanol ke dalam sistem. Selama terdapat ion sulfat, maka perbandingan fero terhadap ferisianida tetap dan potensial redoks sistem tetap. Bila seluruh ion sulfat telah terendapkan, maka tetesan larutan Pb(II)nitrat standar berikutnya akan mengendap sebagai endapan Pb(II)ferrosianida. Maka ferisianida yang tersisa akan memberikan perubahan potensial secara tajam.

Metode ini dapat dipergunakan untuk mengukur kadar sulfat, pada larutan yang tidak mengandung ion-ion seperti fosfat, kalsium, dsb. Karena ion-ion tersebut dapat mengganggu hasil pengukuran.

Alat dan Bahan

Alat-alat yang dipakai adalah gelas piala 100 ml, pengaduk magnet, potensiometer, buret, labu takar 100 ml, dan pipet mohr 10 ml. Bahan-bahan yang digunakan adalah Pb(II)nitrat 0.01M, $K_4Fe(CN)_6$ 0.005 M, $K_3Fe(CN)_6$ 0.1M, K_2SO_4 0.02 M dan 0.01M

Prosedur Percobaan

Persiapan peralatan. Pada gelas piala 100 ml yang ditempatkan di atas stirer magnetis, dimasukkan elektroda kawat Pt dan Ag, dijepit pada posisi tepi leher dari gelas piala. Tiang penyangga buret digeser ke tengah leher gelas tersebut. Pengaduk magnet dimasukkan ke dalamnya. Elektroda tersebut hubungkan ke alat potensiometer.

Tahap reaksi. Larutan K_2SO_4 10 ml yang akan ditentukan dipipet ke dalam gelas piala, kemudian ditambahkan sejumlah yang sama etanol (96%), 0.10 ml larutan ferrosianida, dan 1.0 ml larutan ferisianida. Pengaduk dijalankan, secara perlahan-lahan dialirkan larutan Pb(II)nitrat standar dari buret. Pada awal titrasi potensial dibaca setiap penambahan 1 ml standar. Pada keadaan menjelang titik ekuivalen, potensial dibaca setiap penambahan 0.1 ml standar. penambahan titran jangan melebihi 0.10 ml, apabila potensial belum sampai batas 1 menit. Titik akhir titrasi ditunjukkan dengan adanya perubahan potensial yang tajam. Apabila titik akhir titrasi telah dilampaui, penambahan titran dapat dilakukan antara 0.50 - 1.00 ml. Hasil pembacaan potensial terhadap volume larutan standar Pb(II)nitrat dialurkan dalam bentuk kurva titrasi dengan potensial sebagai ordinat (y) dan volume titran sebagai absis (x). Titik akhir dievaluasi dari hasil perpotongan dua garis lurus. Koreksi pembacaan dilakukan terhadap potensial blanko yaitu potensial pada larutan tanpa adanya penambahan sulfat (hanya pelarut yang

digunakan untuk melarutkan sulfat). Pengerjaan sama seperti di atas. Hitung konsentrasi larutan sulfat, dengan potensial yang telah dikoreksi terhadap potensial blanko dan dengan volume terkoreksi (faktor pengenceran). Elektroda-elektroda yang telah digunakan harus dibilas bersih-bersih setelah selesai dan kembali ditempatkan pada keadaan semestinya.

Keterangan:

kerjakan dulu pengukuran larutan blanko. kerjakan penentuan sulfat

11

KALIBRASI ALAT UKUR VOLUME

PENDAHULUAN

Alat pengukur volume sering perlu dikalibrasi sebelum dipergunakan. Hal ini disebabkan karena kemungkinan kesalahan/kekurang telitian dalam pembuatannya. Selain itu volume dipengaruhi temperatur sehingga nilainya akan berubah bila temperatur berubah.

ALAT DAN BAHAN

Alat-alat yang dipakai adalah labu erlenmeyer, pipet mohr 10 ml, 25 ml, pipet volumetrik 10 ml, 25 ml, buret 50 ml, neraca analitik, dan labu takar 50 ml

PROSEDUR PERCOBAAN

Pada prinsipnya kalibrasi dilakukan dengan cara menimbang sejumlah volume air tertentu yang dikeluarkan dari buret ataupun pipet. Berdasarkan bobot air & dibandingkan dengan bobot jenis air pada suhu pengukuran maka volume alat dikoreksi.

Kalibrasi Buret

Buret diisi dengan air destilata sampai meniskusnya mencapai 0.00 ataupun daerah berskala. Erlenmeyer kosong yang telah bersih dan kering ditimbang dengan tutupnya. 10.00 ml air dari buret dikeluarkan dan ditampung dalam erlenmeyer yang telah ditimbang, tutup kemudian ditimbang kembali. Tahapan tersebut diulang dengan jumlah air 0 - 20, 0-30, 0 - 40, 0 - 50 ml. Untuk tiap data, volume untuk 1 g air pada berbagai suhu diperhitungkan (Tabel 1). Lakukan penentuan duplo.

Kalibrasi Pipet Mohr

Perlakuan seperti buret, tetapi dengan volume air 0 -5, 0 - 10, 0 - 15, 0 - 20, 0 - 25.

Kalibrasi Pipet Volumetrik

Perlakuan seperti buret, tetapi dengan mengeluarkan seluruh cairan sekaligus.

Kalibrasi Labu Takar

Labu takar dibersihkan dan dikeringkan (30 menit, 100°C). Labu takr dikeluarkan dari oven, didiamkan sebentar di luar, dan dimasukkan ke dalam eksikator. Labu takar ditimbang dengan tepat. Labu takar diisi dengan air destilata sampai tanda tera, kemudian ditimbang. Perhitungan volume sebenarnya berdasarkan Tabel 1

Tabel 1. Volume 1 gram air pada berbagai temperatur.

Temperatur (°C)	Volume air (ml)	Temperatur (°C)	Volume air (ml)
11	1.0017	21	1.0030
12	1.0018	22	1.0032
13	1.0019	23	1.0034
14	1.0020	24	1.0036
15	1.0021	25	1.0038
16	1.0022	26	1.0041
17	1.0023	27	1.0043
18	1.0025	28	1.0046
19	1.0026	29	1.0048
20	1.0028	30	1.0051