PENUNTUN PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS

Smart, Creative and Entrepreneurial

PROGRAM STUDI

FARMASI

FAKULTAS ILMU-ILMU KESEHATAN
UNIVERSITAS ESA UNGGUL
JAKARTA
2017

KATA PENGANTAR

Buku penuntun praktikum ini adalah petunjuk tata laksana mata kuliah Praktikum Kimia Analisis yang semoga dapat memberikan manfaat bagi pembacanya.

Kami mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah ikut membantu dalam mewujudkan buku penuntun praktikum ini. Kami mengharapkan adanya kritik dan saran yang bersifat membangun untuk perbaikan buku ini di masa datang.

Jakarta, 1 Maret 2017

Tim Penyusun

TATA TERTIB PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS

1. Mahasiswa yang boleh mengikuti Praktikum Kimia Analisis adalah mahasiswa yang telah mengambil atau sedang menempuh mata kuliah Kimia Analisis serta telah mengisi KRS untuk mata praktikum Kimia Analisis.
2. Peserta praktikum Kimia Analisis wajib hadir 100%, jika tidak dapat hadir maka harus mengganti praktikum di hari lain, sesuai kesepakatan dengan dosen dan laboran di lab.
3. Setiap peserta harus hadir tepat waktu pada waktu yang telah ditentukan. Apabila peserta terlambat 15 menit dari waktu yang ditentukan, maka tidak diperkenankan mengikuti praktikum.
4. Jika Peserta praktikum berhalangan hadir, harus membuat surat ijin atau surat keterangan sakit dan harus menghubungi dosen penyusunan jadwal praktikum susula/pengganti.
5. Selama mengikuti praktikum, peserta harus memakai jas praktikum yang bersih dan dikancingkan dengan rapi dan memakai sepatu tertutup (dilarang mengenakan sandal atau sepatu sandal).
6. Demi keamanan maka bagi peserta praktikum wanita yang mengenakan kerudung/jilbab wajib memasukkan kerudung atau jilbabnya ke dalam jas praktikum dan bagi yang tidak mengenakan kerudung atau jilbab maka rambut harus diikat dan tidak dibiarkan terurai.
7. Setiap peserta wajib membuat laporan sementara dan mengumpulkan lapran akhir praktikum yang berisi data pengamatan selama percobaan dan ditandatangani oleh asisten praktikum. Laporan resmi praktikum dibuat sesuai dengan format yang sudah ditentukan dan ditandatangani asisten praktikum, serta melampirkan laporan sementara. Pengumpulan laporan resmi praktikum sesuai kesepakatan dengan asisten praktikum, maksimal 1 minggu setelah kegiatan praktikum.
8. Setiap peserta harus memeriksa alat praktikum sebelum dan sesudah praktikum kemudian mengembalikan alat yang telah dipakai dalam keadaan bersih dan kering. Botol bahan kimia yang telah selesai digunakan harus ditutup rapat dan dikembalikan ke tempat semula. Tutup botol harus sesuai (tidak boleh tertukar). Peserta praktikum yang memecahkan alat gelas **wajib** mengganti sesuai dengan speksifikasi alat yang dipecahkan.
9. Peserta praktikum dilarang membawa dan memakan makanan/minuman di dalam laboratorium/ruang praktikum.
10. Setiap peserta harus menjaga kebersihan Laboratorium, bekerja dengan tertib, tenang dan teratur. Selama praktikum, peserta harus bersikap sopan.

11. Setiap peserta harus melaksanakan semua mata praktikum dan mematuhi budaya Kesehatan dan Keselamatan Kerja (K3), seperti memakai Alat Pelindung Diri (jas praktikum, sepatu, sarung tangan, masker, gogle) dan membuang limbah praktikum sesuai dengan kategorinya.
12. Apabila peserta praktikum melanggar hal yang telah diatur pada butir diatas, maka peserta akan dikeluarkan dari laboratorium dan tidak diperkenankan melanjutkan praktikum pada hari itu.
13. Hal yang belum disebutkan di atas dan diperlukan untuk kelancaran praktikum akan diatur kemudian.

TATA TERTIB KESELAMATAN

Aturan Umum

1. Sebelum bekerja di laboratorium, persiapkan dengan betul-betul mengenai peraturan di laboratorium dan menguasai materi praktikum dengan sebaik-baiknya, mulai dari tujuan, konsep dasar, prosedur dan teknik-teknik pengerjaan yang akan dilakukan.
2. Jangan bekerja sendirian di laboratorium, minimal berdua, dan untuk praktikum kimia dasar harus disertai asisten atau instruktur laboratorium, sesuai dengan jadwal yang diberikan.
3. Di dalam ruangan laboratorium, tidak diperbolehkan : merokok, makan dan minum. Diharuskan memakai baju yang rapi (bukan kaos oblong), memakai jas laboratorium lengan panjang yang memenuhi syarat, memakai sepatu tertutup (bukan sandal). Hal ini demi keselamatan dan kesehatan kerja anda sendiri.

   Selalu dipelihara kebersihan meja kerja, bak cuci, dan sekitarnya. Buanglah sampah pada tempatnya.
4. Tidak diperkenankan membuang zat cair pekat, dituangkan ke bak cuci sambil diencerkan dengan air yang banyak sebelum dibuang melalui wastafel. Hati-hati dengan H_2SO4 pekat, ada caranya sendiri.
5. Zat padat dan logam-logam buang ke wadah yang tersedia (jangan dibuang ke wastafel)!
6. Larutan yang mengandung logam berat (seperti: Pb, Cd, Cu, Cr, Hg, Ag, As, Zn, Ni) harus dibuang ke wadah/botol tersendiri yang sudah disediakan. Jangan sekali-kali dibuang ke wastafel !
7. Apabila bekerja dengan gas-gas atau zat berasap/pekat, bekerjalah di dalam lemari asam (*fume hood*), jangan sampai terhirup gas-gas beracun. Jangan sekali-kali meninggalkan percobaan yang sedang berjalan, tunggu sampai prosesnya berhenti.
8. Laboratorium Kimia adalah tempat yang khusus serius untuk belajar dan bekerja. Dilarang ngobrol, bercanda atau main-main dengan teman. Janganlah membuang-buang waktu percuma.
9. Bekerjalah yang tekun, percaya diri dan jangan ragu-ragu. Catatlah setiap kejadian dan pengamatan percobaan dengan teliti dan cermat, sebab salah satu kegiatan terpenting dalam praktikum adalah pengamatan dan pengumpulan data. Jangan ragu untuk bertanya kepada asisten, dan jawablah setiap pertanyaan yang diajukan asisten dengan singkat dan jelas.

Menanggulangi kecelakaan/kebakaran

1. Kecelakaan adalah kejadian yang tidak diharapkan. Akan tetapi laboratorium adalah tempat yang banyak bahayanya, baik bahaya keracunan maupun kebakaran. Kalau terjadi kecelakaan atau kebakaran, yang pertama dan utama harus dilakukan adalah: **JANGAN PANIK!**
2. Apabila kulit anda terkena zat kimia, agar secepatnya dicuci dengan air mengalir/kran dan menggunakan sabun cuci. Jika yang kena adalah mata atau muka, semprot langsung dengan air kran di atas bak cuci (*Eye wash and body shower*) yang terdapat di dalam laboratorium. Jangan sekali-kali digosok dengan tangan, apa lagi sebelum cuci tangan. Secepatnya hubungi petugas/asisten untuk minta pengobatan darurat.
3. Apabila anggota badan yang terkena, apa lagi jumlahnya banyak, gunakan shower atau air kran yang besar, segera lepas baju laboratorium atau penutup lain di bagian yang kena zat. Segera lapor ke petugas untuk mendapat pengobatan selanjutnya.
4. Bila terjadi kebakaran di atas meja kerja, misalnya larutan dalam gelas kimia, pertama-tama jangan panik, jangan coba memadamkan sendiri apa lagi membanting gelas yang terbakar. Menjauhlah dari meja, segera laporkan ke petugas/asisten. Bila tidak ada yang menolong, tutup gelas yang terbakar dengan lap basah atau keset basah, biarkan mati sendiri atau disemprot dengan alat pemadam kebakaran yang ada.
5. Bila tangan atau kulit terbakar (jumlah kecil), taruh air es di sekitar yang terbakar, lalu obati dengan obat analgesik misalnya salep atau larutan rivanol. Mintalah pada petugas/asisten/laboran.

Zat Kimia & Pereaksi

1. Zat kimia dan pereaksi yang diperlukan untuk Praktikum Kimia Analisis ini pada umumnya sudah disediakan.
2. Apabila pemakaiannya diserahkan kepada masing-masing praktikan, maka zat-zat tersebut dan pereaksi-pereaksi, akan disimpan di atas meja khusus untuk ini. Biasanya di letakkan di meja-meja pinggir laboratorium dekat jendela.
3. Setiap praktikan **WAJIB** memelihara kebersihan meja zat ini, dan paling utama adalah menjaga pereaksi-pereaksi jangan sampai rusak atau terkontaminasi akibat kecerobohan pengambilan. Misalnya salah menggunakan pipet untuk mengambil zat. Setiap pereaksi dilengkapi dengan pipet sendiri-sendiri (pipet-pipet tidak boleh

ditukar), atau kalau botol reagen tidak ada pipetnya berarti pengambilan nya dengan cara dituangkan ke dalam gelas ukur.

4. Bila akan melakukan tes reaksi, bawalah tabung reaksi bersih di atas rak tabung reaksi ke meja pereaksi. Pencampuran dilakukan di sini juga, dengan catatan harus bekerja dengan tertib, cari tempat yang kosong, dan jangan mencampuradukan pipet tetes.
5. Setiap botol zat dan pereaksi, ada labelnya yang jelas berisi nama, rumus kimia dan konsentrasi atau identitas lain. Bacalah dengan teliti sebelum anda menggunakannya. Tidak diperbolehkan menukar tutup botol.
6. Zat kimia yang pekat misalnya HCl, H_2SO4, NaOH, harus disimpan di lemari asam. Juga apabila bekerja dengan zat-zat tersebut.

TATA CARA PENULISAN LAPORAN PRAKTIKUM

I. SISTEMATIKA PENULISAN LAPORAN

A. Halaman Sampul

Halaman sampul merupakan bagian pertama laporan praktikum yang dapat dilihat oleh pembaca. Halaman sampul berfungsi sebagai petunjuk awal bagi yang berminat membaca laporan praktikum. Halaman sampul memuat judul praktikum, nama penulis beserta nim, logo UEU, nama jurusan yang diikuti oleh nama universitas beserta tahun dibuatnya laporan praktikum tersebut. Oleh karena itu halaman sampul juga berfungsi sebagai identitas dan keseragaman bentuk penyusunan.

B. Sistematika

Sistematika penulisan laporan praktikum merupakan urutan-urutan bagaimana hasil dan pembahasan praktikum disajikan dalam bentuk laporan sehingga memudahkan para pembaca memahami isi laporan praktikum. Secara garis besar, laporan praktikum disusun dengan sistematika sebagai berikut:

- Bagian Awal (Preliminary)
- Bagian Inti (Pokok Kajian)
- Bagian Akhir (Referensi)

C. Bagian Awal

1. Halaman Judul Bagian Dalam

   Penulisan Judul bagian dalam pada dasarnya adalah sama dengan judul yang tertulis pada cover bagian depan.

2. Lembar Pengesahan

   Lembar pengesahan ini memuat pengesahan dari dosen pengampu yang dibubuhi tandatangan.

3. Kata Pengantar

   Kata pengantar memuat uraian yang mengantarkan pembaca ke inti pembahasan laporan praktikum. Pada bagian akhir kata pengantar disampaikan ucapan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penulisan laporan praktikum. Pada lembar Kata pengantar terdapat kolom tanda tangan penulis beserta bulan dan tahun laporan praktikum diselesaikan.

4. Daftar Isi, Tabel, Gambar dan Lampiran

Daftar isi berupa daftar yang memuat isi laporan praktikum secara keseluruhan,mulai dari kata pengantar, daftar isi itu sendiri, daftar tabel, daftar gambar, bagian intilaporan praktikum, bagian akhir laporan praktikum, dan lampiran.

Daftar tabel merupakan daftar yang berisi petunjuk tabel-tabel (jika ada) yang ada padabagian inti laporan praktikum. Daftar tabel harus ditulis secara jelas sehingga memudahkan pembaca mencari tabel yang diinginkan.

Daftar gambar merupakan daftar yang berisi petunjuk gambar-gambar (jika ada) yang ada pada bagian inti laporan praktikum.

Lampiran pada praktikum diletakkan pada bagian akhir laporan praktikum yang diberi juduldaftar lampiran dengan tujuan untuk memudahkan pembaca mencari data pendukung dalam laporan praktikum seperti lembar kerja praktikum dan lembar asistensi.

D. Bagian Inti

Bagian inti berisikan bab-bab per materi yang dipraktikumkan. Dalam tiap bab terdri atas beberapa sub bab antara lain:

1. Tujuan Paktikum

   Subbab ini mengetengahkan indikator-indikator apa yang hendak dibuktikan dalam praktikum, terutama indikator-indikator yang berkaitan dengan variabel-variabel yang akan dipraktikumkan. Tujuan merupakan arah pelaksanaan praktikum yang menguraikan apa yang akandicapai serta merumuskan tujuan umum praktikum yang konsisten dengan materi pokok.

2. Tinjauan Pustaka

   Sub bab ini menjelaskan definisi dari variabel-variabel yang menjadi materi praktikum, teori (atau teori-teori) yang relevan dengan materi yang akan dipraktikumkan.

   Tinjauan pustakan ini dapat pula berisi uraian tentang datasekunder yang diperoleh daripublikasi baku (misalnya, job title), publikasi ilmiah, atau hasil penelitian pihak lain yangdapat dijadikan pertimbangan dan kaidah-kaidah teoritis, serta asumsi-asumsi yangmemungkinkan terjadinya penalaran untuk menjawab masalah yang diteliti.

   Pada sub bab ini dimungkinkan mengajukan lebih dari satu teori atau datasekunder untuk membahas permasalahan yang menjadi topik praktikum, sepanjang teori- teori dan/atau data sekunder itu berkaitan dan tidak kontradiktif.

Catatan:

- Dalam rangka memperkaya ilmu dan teori-teori, sebagai referensi, praktikan wajib menggunakan paling sedikit 3 (tiga) buku yang relevan dengan materi yang dipraktikumkan.
- Dalam kenyataan sering terjadi manipulasi ataupun ketidak validan data yang bersumber dari internet, oleh karena itu praktikan tidak diperbolehkan mengambil dasar teori yang bersumber dari sembarang blog. Sumber dari web terpercaya, jurnal ilmiah, e-book, dan ensiklopedia elektronik boleh digunakan.

3. Tinjauan bahan

   Sub bab ini menjelaskan karakteristik dari bahan-bahan yang digunakan. Dapat bersumber dari MSDS bahan.

4. Alat dan Bahan

   Sub bab ini akan menjabarkan alat dan bahan apa saja yang digunakan saat praktikum.

5. Prosedur Percobaan

   Sub bab ini akan menjabarkan step-step pengerjaan praktikum yang melibatkan alat dan bahan yang digunakanberdasarkan materi yang dipraktikumkan.

6. Data Pengamatan

   Berisikan tabel dari lembar kerja praktikum yang berisikan hasil praktikum.

7. Grafik

   Tidak semua bab per materi dalam suatu laporan memiliki grafik, grafik biasanya ditampilkan untuk menunjukkan hubungan antara 2 variable atau lebih yang dicantumkan dalam lembar kerja praktikum.

8. Persamaan Reaksi

   Persamaan reaksi membahas reaksi-reaksi kimia yang terjadi secara berurutan berdasarkan prosedur percobaan.

9. Pembahasan

   Pada sub bab ini dijelaskan mengenai masalah yang dihadapi dan hasil yang diperolehsaat praktikum konsisten dengan tujuan praktikum yang telah diuraikan pada bab pendahuluan. Permasalahan akan diperolehdari ketidaksesuaian antara teori dengan hasil yang diperoleh. Analisis permasalahan ini harus dapat diuraikan dengan detail tanpa mengkaitkan permasalahan tersebut dengan human eror. Pembahasan juga menganalisis kesesuaian dari data yang diperoleh dengan teori yang dibuktikan. Pembahasan disusun berdasarkan prosedur bercobaan dan memiliki referensi yang dapat dipertanggungjawabkan.

10. Kesimpulan

Kesimpulan berisikan pernyataan terwujud atau tidaknya tujuan praktikum.

E. **Bagian Akhir**

Pada bagian akhir berisikan daftar pustaka dan lampiran-lampiran yang dibutuhkan untuk mendukung penulisan. Lampiran tersebut berisikan lembar asistensi, lembar kerja praktikum, kartu praktikum, daftar notasi dan apendiks.

Appendiks memuat perhitungan terhadap semua analisa kuantitativ yang dilakukan pada saat praktikum.Rumus yang digunakan harus memiliki referensi atau literatur.

PENILAIAN PRAKTIKUM

Penilaian yang dilakukan meliputi :

1. Kehadiran: setiap peserta praktikum wajib kehadiran 100% agar dapat mengikuti ujian, jika berhalangan maka harus mengganti di hari lain sesuai ketentuan yang ditetapkan oleh program Studi.
2. Tes awal (lisan dan tulis), tes akhir, dan tes dosen yang semuanya wajib diikuti, yaitu:
    1. Kehadiran 10%
    2. Responsi 10%
    3. Pembuatan Laporan 20%
    4. Ujian Praktikum UTS 30%
    5. Ujian Praktikum UAS 30%

PERCOBAAN I
PENGENALAN ALAT DAN PEMAHANAN TENTANG K3

I. TUJUAN :

- Mampu mengidentifikasi beberapa macam alat dan menggunakannya dengan benar
- Mengenalkan peralatan Kesehatan dan Keselamatan Kerja (K3) di laboratorium.
- Mampu menggunakan peralatan Kesehatan dan Keselamatan Kerja (K3) di laboratorium dengan benar

II. TEORI

Berikut akan dibicarakan mengenai beberapa alat yang akan digunakan dalam Praktikum Kimia Dasar :

1. **Pipet volum**. Pipet ini terbuat dari kaca dengan skala/volume tertentu, digunakan untuk mengambil larutan dengan volume tepat sesuai dengan label yang tertera pada bagian yang menggelembung (gondok) pada bagian tengah pipet. Gunakan propipet atau bulb untuk menyedot larutan. Pipet (pipette), untuk mengukur volume cairan yang kita ambil atau perlukan..

2. **Pipet ukur**. Pipet ini memiliki skala,digunakan untuk mengambil larutan dengan volume tertentu. Gunakan bulb atau karet penghisap untuk menyedot larutan, jangan dihisap dengan mulut. Pipet berukuran (graduated measuring) yang bisa mengatur jumlah volume (dengan teliti) cairan yang kita ambil, ketiga pipet tetes (medicine dropper/Pasteur pipette) yang bisa mengambil sejumlah kecil cairan.

Pipet seukuran atau disebut juga pipet gondok, ukuran nya tertera di permukaan gelas, digunakan untuk memindahkan **volume tertentu (dengan teliti)** cairan. Cara menggunakan pipet seukuran: celupkan bagian bawah pipet ke dalam cairan (sampai terendam), lalu cairan disedot dengan **aspirator karet (bulb)** (lihat gambar) sampai melebihi garis batas, ditahan jangan sampai terbuka lalu pindahkan ke tempat lain sambil ujung pipet menempel di gelas. Sisa di ujung pipet jangan dikeluarkan. **Catatan**: untuk latihan, penyedotan dilakukan dengan mulut – jangan sampai terminum – lalu waktu menahan cairan supaya digunakan telunjuk, bukan jempol.

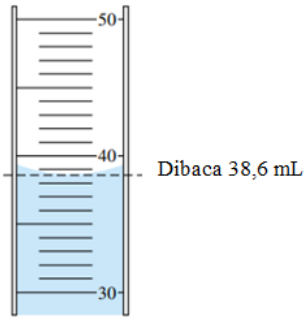
Pipet berukuran, digunakan untuk memindahkan **sejumlah tertentu** volume (dengan teliti) cairan. Sesuai dengan namanya, pipet ini mempunyai skala ukuran dimana skala 0 terdapat dibagian atas (bagian tangan). Cara kerjanya mirip dengan seukuran, bedanya pipet ini diisi sampai tepat di skala 0, lalu ditahan dengan telunjuk, dan apabila mau mengeluarkan cairan harus diatur kecepatannya agar volume yang dikeluarkan sesuai dengan yang diperlukan.

3. **Labu ukur (labu takar),** digunakan untuk menakar volume zat kimia dalam bentuk cair pada proses preparasi larutan. Alat ini tersedia berbagai macam ukuran.

4. **Gelas Ukur,** digunakan untuk mengukur volume zat kimia dalam bentuk cair. Alat ini mempunyai skala, tersedia bermacam-macam ukuran. Tidak boleh digunakan untuk mengukur larutan/pelarut dalam kondisi panas. Perhatikan meniscus pada saat pembacaan skala.

Cara membaca volume (gelas ukur)

Gelas ukur atau labu ukur adalah alat untuk mengukur jumlah cairan yang terdapat di dalamnya. Oleh karena itu skala 0 (dalam millilitre, mL) akan terletak di bagian bawah. Masukkan jumlah zat cair yang akan diukur volumenya, lalu tepat kan dengan pipet tetes sampai skala yang diinginkan. Yang penting di sini adalah cara membaca skala harus dibaca garis singgung skala dengan bagian bawah miniskus cairan. Miniskus adalah garis lengkung (untuk air akan cekung) permukaan cairan akibat adanya gaya adhesi atau kohesi zat cair dengan gelas. Dalam contoh gambar,



Gelas Ukur

5. **Gelas Beker,** Alat ini bukan alat pengukur (walaupun terdapat skala, namun ralatnya cukup besar). Digunakan untuk tempat larutan dan dapat juga untuk memanaskan larutan kimia. Untuk menguapkan solven/pelarut atau untuk memekatkan.

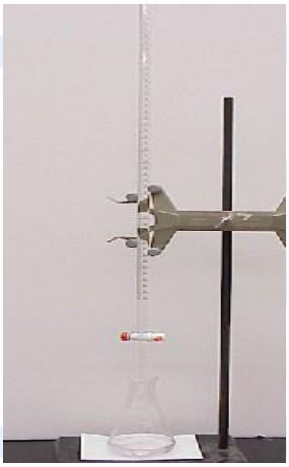
Masalahnya bagaimana memanaskan cairan agar aman? Suatu hal yang sejauh mungkin harus dihindari pada pemanasan cairan yaitu *bumping* (menggelegak tiba-tiba).

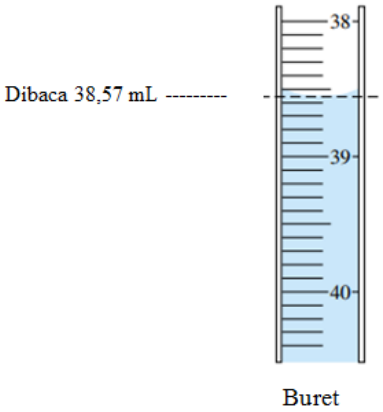
Memanaskan cairan dalam gelas kimia atau elenmeyer, harus menggunakan :(1) **Batang pengaduk** ;atau (2) **Batu didih**.

Untuk pemanasan menggunakan labu erlenmeyer, bisa dilakukan dengan cara memanaskan langsung di atas api (untuk pelarut yang tidak mudah terbakar), sambil cairannya digoyangkan/diputar, sekali-kali diangkat bila sudah terasa akan mendidih.

6. **Buret**. Alat ini terbuat dari kaca dengan skala dankran pada bagian bawah, digunakan untuk melakukan titrasi (sebagai tempat titran). Buret sama seperti pipet

berukuran, hanya karena buret mempunyai kran untuk mengatur keluarnya cairan, kita tidak perlu membaca setiap waktu ukuran nya. Alat ini digunakan untuk melakukan titrasi.





Cara menggunakan buret

Buret, adalah alat khusus di laboratorium kimia karena dari segi kegunaan merupakan gabungan dari seluruh pipet, malahan ada kelebihannya dibandingkan pipet berukuran karena pada waktu mengeluarkan tidak perlu diawasi skalanya. Alat ini digunakan untuk melakukan pekerjaan titrasi, yaitu cara penentuan konsentrasi suatu larutan dengan larutan lain yang sudah diketahui konsentrasinya, dengan metoda ekivalensi, misalnya asam-basa atau redoks. Untuk mengetahui telah tepat dicapainya titik ekivalensi, digunakan zat indikator, yang biasanya zat warna seperti phenolphthalein. Untuk pekerjaan titrasi ini diperlukan alat agar bisa mengukur secara teliti jumlah larutan yang telah dikeluarkan, tanpa harus dibaca setiap pengeluaran. Untuk itulah digunakan buret, karena alat ini mempunyai skala ukuran volume (mL) dan untuk pengeluarannya digunakan kran yang kecepatannya bisa diatur.

Cara menyiapkan buret: bagian dalam pipa buret harus bersih dan bebas lemak, untuk itu diperlukan pencucian khusus. Kran ditutup kemudian masukkan cairan /larutan dari atas melalui corong gelas. Perhatikan apakah kran bocor, kalau bocor, kran harus dibuka dan diolesi dengan sedikit vaselin. Isi sampai melebihi skala 0, lalu dengan membuka sedikit kran atur permukaan miniskus cairan menyinggung garis skala 0 mL (dibagian atas buret).

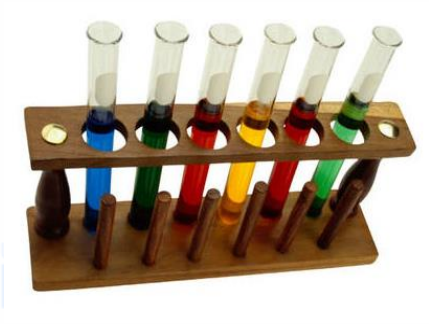
Cara menggunakan buret (dalam titrasi): siapkan labu tirasi yang sudah diisi sejumlah tertentu larutan yang akan ditentukan konsentrasinya, juga dua tiga tetes indikator, di bawah kran buret. Pegang kran buret dengan tangan kiri (bukan tangan

kanan) dimana telapak tangan menggenggam seluruh kran dan telunjuk-ibu jari bisa memutar kran dari bagian dalam. Labu titrasi dipegang lehernya dengan tangan kanan. Sambil menggoyangkan bagian bawah labu titrasi, kran buret dibuka perlahan sampai mendekati titik ekivalen. Jika sudah dekat titik ekivalensi, atur pengeluaran sedikit-sedikit sampai menjelang perubahan warna indikator, sebab setengah tetespun akan sangat berarti dalam menentukan titik akhir titrasi.

7. **Erlenmeyer,** Alat ini bukan alat pengukur, walaupun terdapat skala pada alat gelas tersebut (ralat cukup besar). Digunakan untuk tempat zat yang akan dititrasi. Kadang-kadang boleh juga digunakan untuk memanaskan larutan.

8. **Spektrofotometer dan Kuvet,**kuvet serupa dengan tabung reaksi, namun ukurannya lebih kecil. Digunakan sebagai tempat sample untuk analisis dengan spektrofotometer. Kuvet tidak boleh dipanaskan. Bahan dapat dari silika (quartz), polistirena atau polimetakrilat.

9. **Tabung reaksi**. Sebagai tempat untuk mereaksikan bahan kimia, dalam skala kecil dan dapat digunakan sebagai wadah untuk perkembangbiakkan mikroba.



Dalam mereaksikan bahan kimia dengan tabung reaksi kadang kita juga membutuhkan pemanasan sehingga harus dipahami cara yang aman untuk pemanasan menggunakan tabung reaksi.

a) Memanaskan cairan dalam tabung reaksi:

- Jangan mengarahkan mulut tabung reaksi kepada tetangga atau diri sendiri!
- Jepitlah tabung di dekat mulut nya!
- Miringkan ke arah yang aman, panas kan sambil sebentar-sebentar dikocok.
- Lakukan pengocokkan terus beberapa saat setelah api dijauhkan/tidak dipanaskan lagi.

10. **Corong ,** Biasanya terbuat dari gelas namun ada juga yang terbuat dari plastik. Digunakan untuk menolong pada saat memasukkan cairan ke dalam suatu wadah dengan mulut sempit, seperti : botol, labu ukur, buret dan sebagainya.

Cara Melakukan Penyaringan

Corong digunakan salah satunya adalah untuk proses penyaringan. Penyaringan adalah salah satu metode untuk pemisahan dan pemurnian suatu campuran. Cara penyaringan yang baik akan menghasilkan produk yang baik baik pula. Dalam berbagai percobaan Kimia, tahap pemisahan dan pemurnian merupakan salah satu tahap yang penting. Oleh karena itu, keterampilan melakukan penyaringan merupakan suatu hal yang harus dikuasai praktikan. Peralatan yang harus disiapkan diantaranya adalah corong penyaring dan kertas saring.Terdapat beberapa jenis corong penyaring, namun yang

biasa digunakan untuk penyaringan biasa adalah corong (funnel) dan corong Buchner (lihat gambar di samping). Ada pula jenis corong lain yang disebut corong pisah (separatory funnel), yang biasa digunakan untuk pemisahan dengan metode ekstraksi, bukan penyaringan biasa. Cara melipat kertas saring pun akan menentukan baik tidaknya proses penyaringan. Usahakan agar ukuran kertas saring tidak lebih besar daripada ukuran corongnya

11. **Timbangan analitik**, digunakan untuk menimbang massa suatu zat.

Neraca atau timbangan adalah alat untuk mengukur massa atau berat. Prinsip kerjanya adalah kesetimbangan diantara dua piringan. Jenis neraca pada umumnya ditentukan oleh sensitifitas dan ketelitian penimbangan, neraca teknis 0,01 s/d 0,001 gram, sedangkan neraca analitis < 0,0001 gram. Secara teknis, neraca sekarang dibagi dua macam yaitu: *triple-beam balance* (ayunan, gambar di samping atas dan samping bawah) dan *top-loader balance* (torsi), dan pembacaannya secara elektrik atau digital (gambar atas).

12. **Gelas arloji**, digunakan untuk tempat bahan padatan pada saat menimbang, mengeringkan bahan, dll.

13. **Pipet tetes**. Berupa pipa kecil terbuat dari plastik atau kaca dengan ujung bawahnya meruncing serta ujung atasnya ditutupi karet. Berguna untuk mengambil cairan dalam skala tetesan kecil. *Pipet tetes*, digunakan untuk memindahkan sejumlah tertentu dimana volumenya tidak diukur. Untuk pengambilan cairan digunakan karet. Perbedaan pipet tetes ditentukan oleh ujung pipet ada yang runcing atau panjang (kapiler) ada yang besar (biasa). Saat ini tersedia juga dipasaran pipet tetes plastik yang sudah tidak menggunakan karet.

14. **Pengaduk gelas,** digunakan untuk mengaduk larutan, campuran, atau mendekantir (memisahkan larutan dari padatan).

15. **Spatula**, digunakan untuk mengambil bahan.

16. **Neraca**, digunakan untuk menimbang bahan atau sampel

a. Neraca analitik modern yang dapat digunakan untuk menimbang hingga 0,0001 g
b. Neraca eletronik modern yang dapat digunakan untuk menimbang berat hingga 0,001 g

IV. PENGENALAN DAN PEMAHAMAN KESEHATAN DAN KESELAMATAN KERJA (K3) DI LABORATORIUM

Keterampilan bekerja di laboratorium maupun dunia kerja dapat diperoleh melalui kegiatan praktikum.Di samping itu ada kemungkinan bahaya yang terjadi di laboratorium seperti adanya bahan kimia yang karsinogenik, bahaya kebakaran, keracunan, sengatan listrik dalam penggunaan alat listrik (kompor, oven, dll).Di samping itu, orang yang bekerja di Laboratorium dihadapkan pada resiko yang cukup besar, yang disebabkan karena dalam setiap percobaan digunakan :

1. Bahan kimia yang mempunyai sifat mudah meledak, mudah terbakar, korosif, karsinogenik, dan beracun.
2. Alat gelas yang mudah pecah dan dapat mengenai tubuh.
3. Alat listrik seperti kompor listrik, yang dapat menyebabkan sengatan listrik.
4. Penangas air atau minyak bersuhu tinggi yang dapat terpecik.

Untuk mencegah terjadinya kecelakaan di laboratorium, hal yang harus dilakukan pada saat bekerja di Laboratoriumantara lain :

1. Tahap persiapan
   a. Mengetahui secara pasti (tepat dan akurat) cara kerja pelaksanaan praktikum serta hal yang harus dihindari selama praktikum, dengan membaca petunjuk praktikum.

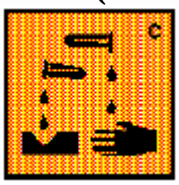
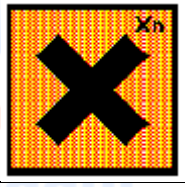
b. Mengetahui sifat bahan yang akan digunakan sehingga dapat terhindar dari kecelakaan kerja selama di Laboratorium. Sifat bahan dapat diketahui dari Material Safety Data Sheet (MSDS).
c. Mengetahui peralatan yang akan digunakan serta fungsi dan cara penggunaannya.
d. Mempersiapkan Alat Pelindung Diri seperti jas praktikum lengan panjang, kacamata goggle, sarung tangan karet, sepatu, masker, dll.

2. Tahap pelaksanaan
   a. Mengenakan Alat Pelindung Diri.
   b. Mengambil dan memeriksa alat dan bahan yang akan digunakan.
   c. Menggunakan bahan kimia seperlunya, jangan berlebihan karena dapat mencemari lingkungan.
   d. Menggunakan peralatan percobaan dengan benar.
   e. Membuang limbah percobaan pada tempat yang sesuai, disesuaikan dengan kategori limbahnya.
   f. Bekerja dengan tertib, tenang dan hati-hati, serta catat data yang diperlukan.
3. Tahap pasca pelaksanaan
   a. Cuci peralatan yang digunakan, kemudian dikeringkan dan kembalikan ke tempat semula.
   b. Matikan listrik, kran air, dan tutup bahan kimia dengan rapat (tutup jangan tertukar).
   c. Bersihkan tempat atau meja kerja praktikum.
   d. Cuci tangan dan lepaskan jas praktikum sebelum keluar dari laboratorium.

Selain pengetahuan mengenai penggunaan alat dan teknis pelaksanaan di laboratorium, pengetahuan resiko bahaya dan pengetahuan sifat bahan yang digunakan dalam percobaan.Sifat bahan secara rinci dan lengkap dapat dibaca pada Material Safety Data Sheet (MSDS) yang dapat didownload dari internet. Berikut ini sifat bahan berdasarkan kode gambar yang ada pada kemasan bahan kimia :

Simbol berbahaya

***Toxic* (sangat beracun)**	Huruf kode: T^+	Bahan ini dapat menyebabkan kematian atau sakit serius bila masuk ke dalam tubuh melalui pernapasan, pencernaan atau melalui kulit

***Corrosive*(korosif)** 	Huruf kode: C	Bahan ini dapat merusak jaringan hidup, menyebabkan iritasi kulit, dan gatal.
***Explosive* (bersifat mudah meledak)**	Huruf kode: E	Bahan ini mudah meledak dengan adanya panas, percikan bunga api, guncangan atau gesekan.
***Oxidizing* (pengoksidasi)**	Huruf kode: O	Bahan ini dapat menyebabkan kebakaran. Bahan ini menghasilkan panas jika kontak dengan bahan organik dan reduktor.
***flammable* (sangat mudah terbakar)**	Huruf kode: F	Bahan ini memiliki titik nyala rendah dan bahan yang bereaksi dengan air untuk menghasilkan gas yang mudah terbakar.
***Harmful* (berbahaya)** 	Huruf kode: Xn	Bahan ini menyebabkan luka bakar pada kulit, berlendir dan mengganggu pernapasan.

IV. TUGAS

1. Apa yang dimaksud dengan K3, jelaskan :
2. Setiap bahan berbahaya memiliki simbol, cari masing-masing 2 contohnya berdasarkan simbolnya!
3. Carilah MSDS pada masing-masing bahan kimia yang anda sebutkan pada no.1!

PERCOBAAN II
IDENTIFIKASI KATION

I. TUJUAN

Mahasiswa dapat memiliki kompetensi dengan indikator. Identifikasi kation dapat dilakukan dengan benar.

II. DASAR TEORI

Kation adalah ion yang bermuatan positif. Ada juga pengertian lain yaitu atom yang Bermutan positif jika kekurangan elektron.Untuk tujuan analisis kualitatif sistematik kation-kation diklasifikasikan dalam lima golongan berdasarkan sifat-sifat kation itu terhadap beberapa reagensia. Dengan memakai apa yang disebut reagensia golongan secara spesifik, dapat kita tetapkan ada tidaknya golongan-golongan kation, dan dapat juga memisahkan golongan-golongan ini dengan pemeriksaan lebih lanjut. Selain merupakan cara yang tradisional untuk menyajikan bahan, urut-urutan ini juga memudahkan dalam mempelajari reaksi-reaksi.

Reagensia golongan yang dipakai untuk klasifikasi kation yang paling umum adalah asam klorida, hidrogen sulfida, dan amonium karbonat.Klasifikasi ini didasarkan atas apakah suatu kation bereaksi dengan reagensiareagensia ini dengan membentuk endapan atau tidak. Jadi boleh kita katakan bahwa klasifikasi kation yang paling umum, didasarkan atas perbedaan kelarutan klorida, sulfida, dan karbonat dari kation tersebut(Vogel,1985:203). Dalam analisa kualitatif cara memisahkan ion logam tertentu harus mengikuti prosedur kerja yang khas. Zat yang diselidiki harus disiapkan atau diubah dalam bentuk suatu larutan.Untuk zat padat kita harus memilih pelarut yang cocok. Ion-ion pada golongan-golongan diendapkan satu per satu, endapan dipisahkan dari larutan dengan cara disaring atau diputar dengan centrifuga. Endapan dicuci untuk membebaskan dari larutan pokok atau filtrat dan tiap-tiap logam yang mungkin akan dipisahkan (Cokrosarjiwanto,1977:14).

Kation-kation diklasifikasikan dalam lima golongan :

1. Kation-kation golongan I adalah kation-kation yang akan mengendap bila ditambahkan dengan asam klorida (HCl). Yaitu Ag^{+}, Pb^{2+}, dan Hg^{2+} yang akan mengendap sebagai campuran AgCl, Hg2Cl2, danPbCl2. Pengendapan ion-ion golongan I harus pada temperatur kamar atau lebih rendah karena PbCl2 terlalu mudah larut dalam air panas. Juga

harus dijaga agar asam klorida tidak terlalu banyak ditambahkan. Dalam larutan HCl pekat, AgCl dan PbCl2 melarut, karena Ag^{+} dan Pb^{2+} membentuk kompleksi dapat larut(Keenan,1984:20).

2. Kation golongan II tidak bereaksi dengan asam klorida, tetapi membentuk endapan dengan hidrogen sulfide dalam suasana asam mineral encer. Ion-ion golongan ini adalah Merkurium (II), Tembaga, Bismut, Kadnium, Arsenik (II), Arsenik (V), Stibium (III), Stibium (V), Timah (II), Timah (III), dan Timah (IV). Keempat ion yang pertama merupakan sub golongan 2A dan keenam yang terakhir sub golongan2B. Sementara sulfida dari kation dalam golongan 2A tak dapat larut dalam amonium polisulfida. Sulfida da (II).
3. Kation golongan III tidak bereaksi dengan asam klorida encer ataupun dengan hidrogen sulfida dalam suasana asam mineral encer. Namun, kation ini membentuk endapan dengan amonium sulfida dalam suasana netral atau amoniak. Kationkation golongan ini adalah Cobalt (II), Nikel (II), Besi (II), Besi (III), Aluminium, Zink, dan Mangan (II).
4. Kation golongan IV tidak bereaksi dengan reagensia golongan I, II, dan III. Kationkation ini membentuk endapan dengan amonium karbonat dengan adanya amonium klorida, dalam suasana netral atau sedikit asam. Kationkation golongan ini adalah Kalsium, Strontium, dan Barium.
5. Kation-kation golongan V merupakan kation-kation yang umum tidak bereaksi dengan reagensia golongan sebulumnya. Yang termasuk anggota golongan ini adalah ion-ion Magnesium, Natrium, Kalium, Amonium, Litium, dan Hidrogen (Vogel,1985:203-204).

III. ALAT DAN BAHAN

a. Alat

1. Tabung reaksi
2. Pipet tetes
3. Plat tetes
4. Lampu spiritus

b. Bahan

1. Hg2+
2. Ca2+
3. Cu2+
4. Ba2+
5. Fe2+
6. Mg2+
7. Fe3+

8. NH_4^+
9. Zn^{2+}
10. Ag^+
11. Al^{3+}
12. Pb^{2+}

c. Bahan pereaksi kation

1. NaOH
2. K_2CrO_4
3. KI
4. K.ferosianida
5. NH_4OH
6. Kromat encer
7. KCNS- HCl
8. K.ferisianida
9. $HgCl_2$
10. Asam asetat
11. Nesler
12. Natrium Fosfat
13. KOH
14. Amonium oksalat - Asam sulfat encer
15. Kalium Kromat

IV. Prosedur Kerja

1. **Uji pendahuluan secara organoleptis**

a. Bentuk : Perhatikan bentuk dari sampel apakah berupa padatan atau larutan. Bila sampel

berupa padatan atau kristal perhatikan bentuknya secara mikroskopis.

b. Warna : perhatikan warna padatan atau larutan

Padatan:

Merah : Pb_3O_4, HgO, HgI_2, HgS, Sb_2S_3, CrO_3, $K_3(Fe(CN)_6)$

Merah jingga : $K_2Cr_2O_7$

Merah keunguan : CdS, As_2S_3, PbI_2, $K_4(Fe(CN)_6)$, K_2CrO_4, $FeCl_3$, $Fe(NO_3)_3$

Hijau : Cr_2O_3, Hg_2I_2, $Cr(OH)_3$, garam-garam fero (Fe^{2+}), garam-garam nikel (Ni^{2+}), $CuCO_3$, $CrCl_3.6H_2O$, $CuCl_2.6H_2O$

Biru : Garam-garam kobalt (CO^{2+}) anhidrat, garam-garam tembaga (Cu^{2+}) terhidrat.

Coklat : PbO_2, CdO, Fe_3O_4, Fe_2O_3, $Fe(OH)_3$

Hitam : PbS, CuS, CuO, HgS, FeS, MnO_2, CoS, NiS dan C (karbon)

Larutan:

Merah muda : CO^{2+}, Mn^{2+}

Merah jingga : $Cr_2O_7^{2-}$

Kuning : CrO_4^{2-}, $Fe(CN)_6^{3-}$, Fe^{3+},

Hijau : Ni^{2+}, Fe^{2+}, Cr^{3+}

Biru : Cu^{2+} (dari garam-garam terhidrat)

Ungu : MnO_4^-

c. Sifat : Perhatikan apakah sampel itu bersifat higroskopis atau tidak. Zat-zat yang bersifat

higroskopis antara lain $CaCl_2$, $MgCl_2$, NaOH.

Periksa reaksinya terhadap lakmus merah atau lakmus biru, apakah bersifat netral atau basa.

d. Bau : cium baunya (hati-hati bau menusuk). Zat-zat yang berbau khas, misalnya H_2S, CH_3COOH, NH_4OH, dan Cl_2.

e. Rasa : sebaiknya cara ini tidak dilakukan karena pada umumnya zat-zat kimia berbahaya

2. Identifikasi Kation

a) Cara pengendapan dan pemisahan

(1) Golongan 1

Kation golongan I (Pb^{2+}, Hg^+, Ag^+) membentuk endapan dengan HCl encer. Endapan tersebut adalah $PbCl_2$, $HgCl_2$, dan $AgCl_2$ yang semuanya berwarna putih. Untuk memastikan apakah endapan tersebut mengandung satu kation, dua kation atau tiga kation maka dilanjutkan dengan pemisahan dan identififikasi kation golongan I.

(a) Reaksi pengendapan

Pada reaksi pengendapan larutan contoh dengan menggunakan larutan HCl encer jika terbentuk endapan putih maka larutan contoh kemungkinan mengandung Ag^+, Pb^+ , atau Hg^+ atau mungking mengandung dua atau tiga ion tersebut. Reaksi terbentuknya endapan dapat dituliskan sebagai berikut:

$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$ (endapan putih)

$Pb^{++} 2Cl^- \rightarrow PbCl_2$ (endapan putih)

$2Hg^+ + Cl^- \rightarrow Hg_2Cl_2$ (endapan putih)

(b) Pemisahan : Perbadaan Ag dan Pb :

$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$ (endapan putih)

$Pb^{++} 2Cl^- \rightarrow PbCl_2$ (endapan putih)

$2Hg^+ + Cl^- \rightarrow Hg_2Cl_2$ (endapan putih)

Endapan $PbCl_2$ larut dalam air panas tetapi membentuk kristal seperti jarum setelah dingin. Sedangkan AgCl larut dalam amonia encer membentuk ion kompleks diamenargentat.

$AgCl_2 + 2NH_3 \rightarrow [Ag(NH_3)_2]^+ + Cl$

Endapan Hg_2Cl_2 oleh larutan amonia diubah menjadicampuran merkrium (II) amidoklorida dan logam merkurium yang kedua-duanya merupakan endapan.

$Hg_2Cl_2 + 2\ NH_3 \rightarrow Hg + Hg(NH_2)Cl + NH_3^+ + Cl^-$

Endapan $PbCl_2$ akan larut dengan kenaikan suhu. Karena itu $PbCl_2$ dapat dipisahkan dari kedua kation yang lain dengan menambahkan air panas kemudian mensentrifus dan memisahkannya dari larutan. Adanya Pb^{2+} dapat diidentifikasi dengan penambahan K_2CrO_4 membentuk endapan kuning atau dengan H_2SO_4 membentuk endapan putih.

$Pb^{2+} + CrO_4^{2-} \rightarrow PbCrO_4^{2-}$
$Pb^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow PbSO_4$

(c) Reaksi Identifikasi

$Pb^{2+} + CrO_4^{2-} \rightarrow PbCrO_4$ (endapan kuning)
$Pb^{2+} + 2\ I^- \rightarrow PbI_2$ (endapan kuning)
$Pb^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow PbSO_4$ (endapan putih)

I. Identifikasi kation Golongan I Ion Ion Ag^+(Perak), Pb^{2+} (timbal), dan Hg^+ (Merkuro)

a. ke dalam masing-masing 3 (tiga) tabung reaksi yang berbeda dimasukkan sejumlah larutan Ag^+ /$AgNO_3$,larutan Pb^{2+}/$(CH_3COO)_2Pb$ atau $Pb(NO_3)_2$ dan tabung ke-3 diisi dengan larutan Hg^+ /$Hg_2(NO_3)_2$

b. ke dalam tiap tabung ditambahkan HCl encer secukupnya, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

c. Kemudian masing-masing tabung, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.d. dilanjutkan dengan penambahan larutan NH4OH berlebih pada tiap tabung, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat

e. dilanjutkan dengan penambahan larutan HNO3 encer berlebih pada tiap tabung, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

f. Disiapkan 3 (tiga) tabung reaksi baru dan masing-masing diisi larutan seperti pada prosedur 'a' di atas.

g. Ke dalam tiap tabung ditambahkan larutan KI (Kalium Iodida), perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

h. Dilanjutkan dengan penambahkan lagi KI berlebih, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

i. Disiapkan 3 (tiga) tabung reaksi baru dan masing-masing diisi larutan seperti pada prosedur 'a' di atas.

j. ke dalam tiap tabung ditambahkan larutan K2CrO4 (Kalium kromat), perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

k. Disiapkan 3 (tiga) tabung reaksi baru dan masing-masing diisi larutan seperti pada prosedur 'a' di atas.

l. ke dalam tiap tabung ditambahkan larutan NaOH, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

II. Identifikasi kation Golongan II Ion Hg2+ (merkuri), Ion Cu2+ (Cupri), Hg+ (Merkuro), dan ion As3+ (As2O3)/Arsen

1. Ion Hg2+ (merkuri)

a. Ke dalam tabung reaksi dimasukkan sejumlah larutan Hg2+ (HgCl2)

b. kemudian ditambahkan larutan NaOH encer. Perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

c. Disiapkan dua tabung reaksi baru dan diisi masing-masing larutan seperti pada prosedur 'a' di atas. kemudian dilakukan percobaan seperti prosedur 'b' untuk larutan HCl encer dan larutan KI. Masing-masing perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

2. Ion Cu2+ (Cupri)

a. Ke dalam 4 (empat) buah tabung reaksi dimasukkan sejumlah larutan ion Cu2+ (CuSO4)

b. tabung ke-1 ditambahkan larutan NaOH lalu panaskan. perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

c. Tabung ke-2 ditambahkan larutan NH4OH berlebih. perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

d. Tabung ke-3 ditambahkan larutan K4Fe(CN)6. perubahan yang terjadi diamati dan dicatat

III. Identifikasi kation Golongan III Fe, Al, Zn2+, Cr, Co, Ni, Mn

1. Reaksi ion Al3+ dan Zn2+ (Alumunium dan Seng/Zink)

a. Disediakan dua buah tabung reaksi, tabung pertama diisi larutan Al3+/Al2(SO4)3, tabung kedua diisi larutan Zn2+/ZnSO4

b. masing-masing ditambahkan larutan NaOH encer, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat. Kemudian ditambahkan lagi larutan NaOH encer sampai berlebih, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

c. kemudian ditambahkan larutan Alizarin-S, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

d. Kemudian diasamkan dengan CH3COOH, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

e. Disiapkan dua tabung reaksi baru dan diisi masing-masing larutan seperti pada prosedur 'a' di atas. Kemudian ke dalam tiap tabung ditambahkan larutan K4Fe(CN)6, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

2. Reaksi Ion Fe2+ dan Fe3+ (Fero dan Feri) atau Besi (II) dan Besi (III)

a. disediakan 2 (dua) tabung reaksi, tabung pertama diisi larutan ion Fe2+(FeSO4),tabung kedua diisi larutan ion Fe3+(FeCl3)

b. ke dalam tiap tabung ditambahkan larutan K4Fe(CN)6, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

c. Disiapkan dua tabung reaksi baru dan diisi masing-masing larutan seperti pada prosedur 'a' di atas.

d. kemudian tambahkan larutan K3Fe(CN)6 , perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

e. Disiapkan dua tabung reaksi baru dan diisi masing-masing larutan seperti pada prosedur 'a' di atas.

f. Tambahkan ke dalamnya larutan NH4OH encer. Perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

3. Reaksi Ion Fe2+ [Fero/ besi (II)]

a. Ke dalam tabung reaksi berisi larutan ion Fe2+ ditambahkan larutan H2SO4 encer.

b. Kemudian ditambahkan larutan 1,10-fenantrolin, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

4. Reaksi Ion Fe3+ [Feri/ besi (III)]

a. Ke dalam tabung reaksi berisi larutan ion Fe^{3+} ditambahkan larutan NH_4SCN atau KSCN encer, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.b. Kemudian ditambahkan ke dalamnya 1-2 ml eter amil alkohol dan dikocok, perubahan yang terjadi pada lapisan eter atau amil alcohol diamati dan dicatat.

c. Ke dalam tabung reaksi berisi larutan ion Fe^{3+} yang baru ditambahkan larutan 1,10-fenantrolin, perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

5. Ion Ni^{2+} (Nikel)

Ke dalam tabung reaksi berisi larutan ion Ni^{2+} ($Ni\ SO_4$), ditambahkan larutan NH_4OH kemudian ditambah beberapa tetes larutan Dimetilglioksim (DMG) perubahan yang terjadi diamati dan dicatat.

IV. Identifikasi Kation Golongan IV: Ba, Ca, Sr

Reaksi ion Ba^{2+}, Ca^{2+} dan Sr^{2+} (Barium, Calsium, Stronsium)

Prosedur : Sediakan 3 (tiga) tabung reaksi,

Tabung no. 1 diisi larutan Ba^{2+} ($BaCl_2$)

Tabung no. 2 diisi larutan Ca^{2+} ($CaCl_2$)

Tabung no. 3 diisi larutan Sr^{2+} ($SrCl_2$)

Ke dalam tiap tabung tambahkan H_2SO_4 encer, amati perubahan yang terjadi.Tambahkan ke dalamnya 1 ml HCl encer, panaskan, amati perubahan yang terjadi.

V. Identifikasi Kation Golongan V : Mg, K, NH_4

1. Reaksi ion Mg^{2+} (Magnesium) :

a. Sediakan 3 (tiga) tabung reaksi, masing-masing diisi dengan larutan yang mengandung ion Mg^{2+} (misalnya $MgSO_4$). Kemudian ke dalam:

1) Tabung no.1 tambahkan larutan NH_4OH, amati
2) Tabung no.2 ditambah Na_2HPO_4 dan NH_4OH, amati
3) Tabung no.3 ditambah Titan Kuning dan NaOH, amati perubahan yang terjadi.

2. Reaksi Ion NH_4^+ (Amonium) :

a. Kedalam tiga tabung reaksi isilah larutan zat yang mengandung ion NH_4^+ (misalnya NH_4Cl) kemudian ke dalam :

1) tabung pertama : tambahkan NaOH encer, letakkan kertas lakmus merah basah pada mulut tabung reaksi, lalu panaskan dan amati perubahan warna kertas lakmus.
2) Tabung kedua : tambahkan beberapa tetes reagen Nessler. Amati perubahan (warna endapan) yang terjadi.
3) Tabung ketiga : tambahkan NaOH encer, lalu celupkan sebatang pengaduk yang

b. sebelumnya dibasahi dahulu dengan HCl pekat. Amati adanya asap putih yang terbentuk.

Cara Identifikasi (uji pemastian)

Berikut ini contoh identifikasi kation-kation tersebut:

Pb2+ : Dengan asam klorida encer membentuk endapan putih dalam larutan dingin dan tidak terlalu encer. Endapan larut dalam air panas dan membentuk kristal seperti jarum setelah larutan dingin kembali.

Hg2+ : Dengan asam klorida encer membentuk endapan putih HgCl2. Endapan tidak larut dalam air panas tetapi larut dalam air raja Ag+ : Dengan asam klorida encer membentuk endapan putih AgCl. Endapan tidak larut dalam air panas tetapi larut dalam amonia encer karena membentuk kompleks Ag(NH3)2+. Asam nitrat encer dapat menetralkan kelebihan amonia sehjingga endpan dapat terbentuk kembali.

Hg+ : Dengan menambahkan larutan KI secara perlahan-lahan akan membentuk endapan merah HgI2 yang larut kembali dalam KI berlebih karena membentuk komplek [HgI 4]2-

Bi2+ : Dengan NaOH membentuk endapan putih BI(OH)2 yang larut dalam asam.

Cu2+ : Dalam NaOH larutan dingin membentuk endapan biru Cu(OH)2 yang tidak larut dalam NaOH berlebih. Bila endapan tersebut dipanaskan akan membentuk endapan hitam CuO.

Cd2+ : Dengan H2S membentuk endapan kuning CdS yang larut dalam asam pekat dan tidak larut dalam HCN.

As2+ : Dengan tes Gutzeit akan terbentk warna hitam pada kertas saring setelah dibiarkan beberpa lama.

Sb3+ : Dengan larutan NaOH membnetuk endapan putih yang larut dalam larutan basa alkali yang pekat (5M) membentuk antiminit.

Sn3+ : Dengan NaOH membentuk endapan putih Sn(OH)2 yang larut dalam NaOH berlebih. Dengan Amonia mengendap sebagai hidroksida pula. Tetapi tidak larut dalam pereaksi berlebih.

Fe2+ : Dengan larutan K4fe(CN)6 dalam keadaan tanpa udara terbentuk endapan K2Fe[Fe(CN)6]. Pada keadaan biasa terbentuk endapan biru muda.

Fe3+ : Dengan laruan NaOH membentuk endapan coklat kemerahan Fe(OH)3 yang tidak larut dalam pereaksi berlebih.

Al3+ : Dengan larutan basa membentuk endapan gelatin putih yang larut dalam pereaksi berlebih.

Cr3+ : Dengan larutan basa membentuk endapan hijau Cr(OH)3 yang larut kembali dengan penambahan asam.

Co2+ : Dengan menambahkan beberapa butir kristal NH4SCN ke dalam larutan Co2+ dalam suasana netral atau sedikit asam akan membentuk warna biru dari ion [Co(SCN)4]2-

Ni2+ : Dengan laruan NaOH membentuk endapan hijau Ni(OH)2 yang larut dalam amnonia tetapi tidak larut dalam pereaksi NaOH berlebih.

Mn2+ : Dengan laruan NaOH membentuk endapan Mn(OH)2 yang mula-mula berwarna putih dan berubah menjadi coklat jika teroksidasi.

Zn2+- : Dengan laruan NaOH membentuk endapan gelatin putih Zn(OH)2 yang larut dalam asam dan dalam pereaksi berlebih.

Ba2+ : Dengan amonium oksalat membentuk endapan putih BaC2O4 yang sedikit larut dalam air, mudah larut dalam asam asetat encer, asam mineral.

Sr2+ : Dengan larutan amonium oksalat terbentuk endapan putih SrC2O4 yang sedikit larut dalam air, tidak larut dalam asam asetat encer, tetapi larut dalam asam mineral.

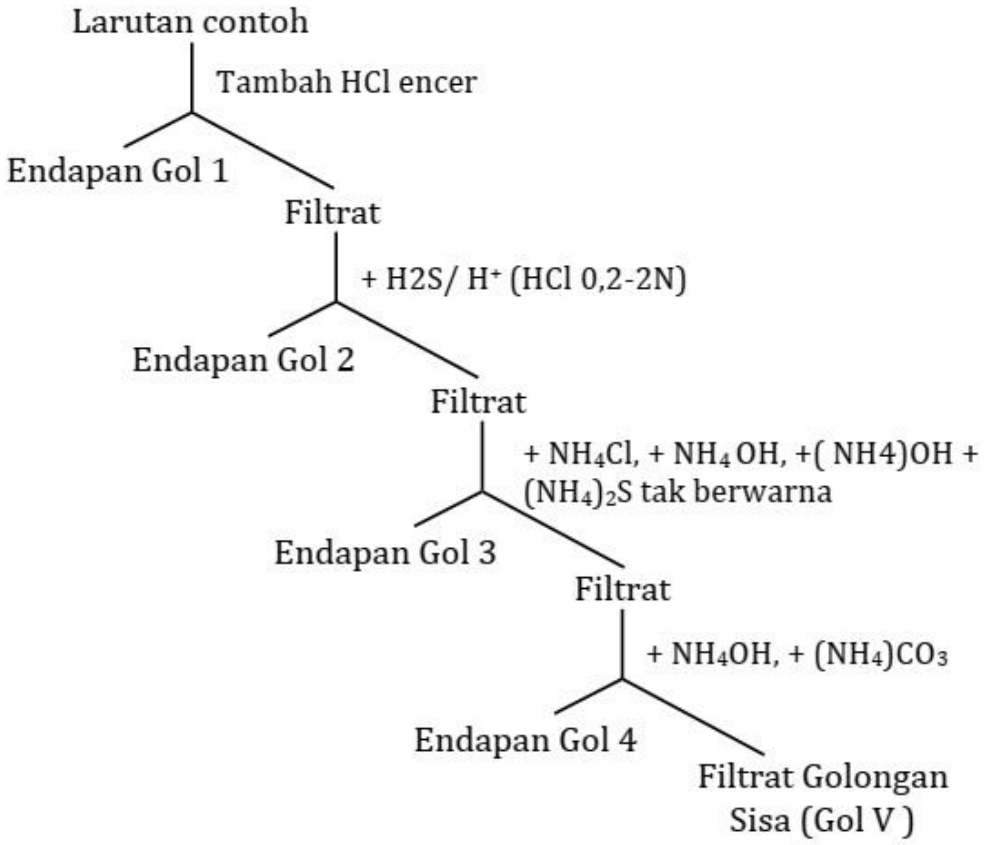
Ca2+ : Dengan larutan amonium oksalat terbentuk endapan putih CaC2O4 yang tidak larut dalam air maupun asam asetat tetapi larut dalam asam mineral.

Mg2+ : Dengan laruan NaOH membentuk endapan gelatin putih Mg(OH)2 yang tidak larut dalam pereaksi berlebih tetapi mudah larut dalam garam amonium.

K+ : Dengan larutan Na3[Co(NO2)6] terbentuk endapan kuning K3[CoNO2)6 yang tidak larut dalam asam asetat encer.

Catatan tidak boleh ada ion NH+ dalam larutan karena akan memberi reaksi yang sama dengan K+ Na+ : Dengan pereaksi seng uranil asetat terbentuk kristal kuning NaZn(UO2)3(CH3COO)9.9H2O

V. HASIL DAN PENGAMATAN
VI. PEMBAHASAN
VII. KESIMPULAN DAN SARAN
VIII. DAFTAR PUSTAKA


Larutan contoh
Tambah HCl encer
Endapan Gol 1
Filtrat
+ H2S/ H⁺ (HCl 0,2-2N)
Endapan Gol 2
Filtrat
+ NH4Cl, + NH4 OH, +(NH4)OH +
(NH4)2S tak berwarna
Endapan Gol 3
Filtrat
+ NH4OH, + (NH4)CO3
Endapan Gol 4
Filtrat Golongan
Sisa (Gol V)

PERCOBAAN III

IDENTIFIKASI ANION

I. Tujuan

Mahasiswa dapat mengidentifikasi dengan tepat anion yang terdapat dalam larutan sampel

II. Teori

Kimia analitik dapat dibagi dalam 2 bidang, yaitu analisis kualitatif dan analisis kuantitatif. Analisis kualitatif membahas tentang identifikasi zat-zat, yaitu unsur atau senyawa apa yang terdapat dalam suatu sampel. Sedangkan analisis kuantitatif terkait dengan penetapan banyaknya satu zat tertentu yang ada dalam sampel (A.L. Underwood :1993).

Beberapa metode analisis kualitatif modern menggunakan sifat fisika seperti warna, spektrum absorpsi, spektrum emisi, atau medan magnet untuk mengidentifikasi ion pada tingkat konsentrasi yang rendah. Namun demikian kita juga dapat menggunakan sifat fisika dan kimia untuk mengembangkan suatu metode analisis kualitatif menggunakan alat-alat yang sederhana yang dipunyai hampir semua laboratorium. Sifat fisika yang dapat diamati langsung seperti warna, bau, terbentuknya gelembung gas atau pun endapan merupakan informasi awal yang berguna untuk analisis selanjutnya. Analisa kualitatif menggunakan dua macam uji, reaksi kering dan reaksi basah. Reaksi kering dapat diterapkan untuk zat-zat padat dan reaksi basah untuk zat dalam larutan. Reaksi kering ialah sejumlah uji yang berguna dapat dilakukan dalam keadaan kering, yakni tanpa melarutkan, contohnya pemanasan, uji pipa tiup, uji nyala, uji spektroskopi dan uji manik. Reaksi basah ialah uji yang dibuat dengan zat-zat dalam larutan. Suatu reaksi diketahui berlangsung dengan terbentuknya endapan, dengan pembebasan gas dan dengan perubahan warna. Mayoritas reaksi analisis kualitatif dilakukan dengan cara basah.

Cara identifikasi ion dibagi menjadi 2 macam, yaitu identifikasi kation dan identifikasi anion. Namun, pada analisa anion tidak begitu sistematik seperti pada identifikasi kation. Salah satu cara penggolongan anion adalah pemisahan anion berdasarkan kelarutan garam-garam perak, garam-garam kalsium, barium dan seng. Selain itu ada cara penggolongan anion menurut Bunsen, Gilreath dan Vogel. Bunsen menggolongkan anion dari sifat kelarutan garam perak dan garam bariumnya, warna, kalarutan garam alkali dan kemudahan menguapnya. Gilreath menggolongkan anion berdasarkan pada kelarutan garam-garam Ca, Ba, Cd dan garam peraknya. Sedangkan Vogel menggolongkan anion berdasarkan pada proses yang digunakan dalam identifikasi anion yang menguap bila diolah dengan asam dan identifikasi anion berdasarkan reaksinya dalam larutan. Identifikasi anion yang menguap bila diolah dengan asam

dibagi dua lagi yaitu anion membentuk gas bila diolah dengan HCl encer atau H2SO4 encer, dan anion yang membentuk gas atau uap bila diolah dengan H2SO4 pekat.

III. Alat dan bahan

a. Alat:

1. Kawat platina
2. Tabung reaksi
3. Bunsen
4. Pipet tetes

b. Bahan

1. AgNO3
2. Asam nitrat
3. K.Peramangat
4. Klorofom
5. Barium Klorida
6. Pb asetat
7. Serbuk Ferrosulfat
8. Asam sulfat pekat
9. Larutan difenilamin
10. perak nitrat
11. Magnesium sulfat
12. Klorida encer
13. HgCl2
14. Amonium molidat
15. Amonium klorida
16. Amonium hidriksida
17. Metanol
18. HCl pekat
19. FeCl3
20. Cuprisulfat
21. Iodium
22. barium klorida encer

Sampel : Bahan sampel anion

1. Cl-

2. CO32-
3. Br-
4. PO43-
5. I-
6. BO33-
7. SO42-
8. CNS
9. NO3-
10. S2O32-

IV. PROSEDUR

UJI PENDAHULUAN UNTUK ANION

A. Pengujian anion dengan H2SO4 encer

Zat	Warna gas	Bau gas	Gas yang terjadi	Warna gas yang terjadi
CO_3^{2-}, HCO_3^-	Tidak berwarna	-	CO_2	Mengeruhkan air barit ($Ba(OH)_2$)
SO_3^{2-}	Tidak berwarna	menusuk	SO_2	Menghijaukan kertas saring yang dibasahi $K_2Cr_2O_7$ + asam
$S_2O_3^{2-}$	Tidak berwarna	menusuk	SO_2 + S	Menghijaukan kertas saring yang dibasahi $K_2Cr_2O_7$ + asam ada endapan S
S^{2-}	Tidak berwarna	Bau busuk	H_2S	Menghitamkan kertas Pb asetat, terjadi endapan S
CH_3COOH	Tidak berwarna	Bau cuka	CH_3COOH	-
H_2O_2, CO^{2-} , Na_2O_2	Tidak berwarna	-	O_2	Menyalakan bara api
NO_2	Coklat kemerah-merahan	menusuk	NO_2	Dengan kertas kanji/KI dapat membentuk warna hitam kebiru-biruan

NaOCl $CaOCl_2$ (kaporit)	Hijau kekuning-kuningan	menusuk	Cl_2	Kertas lakmus biru menjadi merah dan luntur perlahan-lahan.dengan kertas kanji/KI dapat membentuk warna biru
SO_2 dari tiosianat	Tidak berwarna	menusuk	SO_2	Dididihkan membentuk larutan warna kuning (menghilangkan warna fuksin)

Identifikasi anion secara langsung

1. Anion golongan I (Cl-, Br-, $SO4^{2-}$, $SO3^{2-}$)

Larutan uji Larutan pereaksi

No.	Pereaksi	Hasil Pengamatan
1.	**NaCl + AgNO3**	
	NaCl + H2SO4	
2.	**KBr + AgNO3 + HNO3**	
3.	**Na2SO4 + BaCl2 + HCl**	
	Na2SO4 + AgNO3	
	Na2SO4 + Pb(CH3COO)2	
4.	**Na2SO3 + HCl**	
	Na2SO3 + BaCl2	

2. Anion golongan II ($S_2O_3^{2-}$, S^{2-}, PO_4^{3-}, CrO_4^{2-}, CrO_7^{2-})

Larutan uji Larutan pereaksi

No.	Pereaksi	Hasil Pengamatan
1.	$Na_2S_2O_3$ + $BaCl_2$	
	$Na_2S_2O_3$ + HCl	
	$Na_2S_2O_3$ + $AgNO_3$	
	$Na_2S_2O_3$ + FeCl3	
2.	Na_2S + HCl	
	Na_2S + $AgNO_3$	
3.	H_3PO_4 + $AgNO_3$	

	H_3PO_4 + $BaCl_2$	
4.	K_2CrO_4 + H_2SO_4	
	K_2CrO_4+ $AgNO_3$	
5.	$K_2Cr_2O_7$ + H2SO_4	
	$K_2Cr_2O_7$+ $AgNO_3$	

3. Anion golongan III (CH_3COO^-, NO^{2-}, CO_3^{2-}, NO^{3-})

Larutan uji Larutan pereaksi

No.	Pereaksi	Hasil Pengamatan
1.	CH_3COONa + H_2SO_4, panaskan	
	CH_3COONa + $AgNO_3$	
	CH_3COONa + $FeCl_3$	
2.	2 $NaNO_2$ + HCl	
	$NaNO_2$ + $AgNO_3$	
	$NaNO_2$ + $FeSO_4$ + H_2SO_4	
	$NaNO_2$ + $KMnO_4$ + H_2SO_4	
3.	Na_2CO_3 + HCl	
	Na_2CO_3 + $BaCl_2$	
4.	NO_3 + HCl	
	$NaNO_3$ + $FeSO_4$ + H_2SO_4 (p)	
	$NaNO_3$ + H_2SO_4	

V. Hasil dan Pembahasan

VI. Kesimpulan

VII. Daftar Pustaka

PERCOBAAN IV & V

PENETAPAN KADAR AIR DAN ABU

I. Tujuan :

1. Mahasiswa mampu membedakan kadar air dan kadar abu
2. Mahasiswa dapat menetapkan kadar abu dan kadar air dari sampel

II. Prinsip :

Gravimetri

III. Landasan Teori

Gravimetri merupakan salah satu metode analisis kuantitatif berdasarkan proses pemisahan dan penimbangan suatu unsur atau senyawa tertentu dalam bentuk yang semurni mungkin.

Analisis gravimetri adalah salah satu divisi dari kimia analitik. Tahap pengukuran dalam metode gravimetri adalah penimbangan. Suatu metode analisisgravimetri biasanya didasarkan pada reaksi kimia seperti

$$aA + rR \rightarrow AaRr$$

dimana *a* molekul analit, A, bereaksi dengan *r* molekul reagennya, R. Produknya, yakni A*a*R*r* , biasanya merupakan suatu substansi yang sedikit larut yang bisa ditimbang setelah pengeringan, atau yang bisa dibakar menjadi senyawa lain yang komposisinya diketahui, untuk kemudian ditimbang.

Hal yang harus diperhatikan di dalam analisis penentuan kadar zat berdasarkan pengukuran berat analit atau senyawa yang mengandung analit dapat dilakukan dengan cara :

a. Metode pengendapan : Penambahan reagen dilakukan secara berlebihan untuk memperkecil kelarutan produk yang diinginkan.

Penambahan reagen R secara berlebihan akan memaksimalkan produk AaRr yang terbentuk.

- Pengendapan dilakukan dalam larutan encer
- Pereaksi ditambahkan perlahan-lahan sambil diaduk
- Pengendapan dilakukan dalam larutan panas

- Pengendapan dilakukan pada pH dekat daerah pH dimana endapan terjadi secara kuantitatif
- Endapan di-digest

b. Metode elektrolisis

Metode elektrolisis dilakukan dengan cara mereduksi ion-ion logam terlarut menjadi endapan logam.

Ion-ion logam berada dalam bentuk kation apabila dialiri dengan arus listrik dengan besar tertentu dalam waktu tertentu maka akan terjadi reaksi reduksi menjadi logam dengan bilangan oksidasi = 0.

c. Metode penguapan

Metode penguapan digunakan untuk menentukan kadar air(hidrat) dalam suatu senyawa atau kadar air dalam suatu sampel basah. Berat sampel sebelum dipanaskan merupakan berat senyawa dan berat air kristal yang menguap. Pemanasan untuk menguapkan air kristal adalah ^{o}C, garam-garam anorganik banyak yang bersifat higroskopis sehingga dapat ditentukan kadar hidrat/air yang terikat sebagai air kristal.

Metode penguapan digunakan untuk menetapkan komponen-komponen dari suatu senyawa yang relatif mudah menguap.

Dilakukan dengan cara pemanasan dalam gas tertentu atau penambahan suatu pereaksi tertentu sehingga komponen yang tidak diinginkan mudah menguap atau penambahan suatu pereaksi tertentu sehingga komponen yang diinginkan tidak mudah menguap.

Gravimetri adalah metode analisis kuantitatif unsur atau senyawa berdasarkan beratnya yang diawali dengan pengendapan dan diikuti dengan pemisahan dan pemanasan endapan dan diakhiri dengan penimbangan.

Langkah awal adalah menimbang sampel dengan akurat kemudian mengubah sampel menjadi bentuk endapan murni yang dapat diukur.

Jika bentuk yang dapat terukur itu adalah analit maka,

% analit adalah = (Bobot analit/Bobot sampel) X 100%.

Jika analit berada dalam campuran dengan senyawa lain, maka bobot analit harus ditentukan dengan Faktor Gravimetri (FG), yaitu

FG = Ar atau Mr Analit / Mr sampel

Sehingga :

% A = ((berat P X FG)/ Berat sampel) X 100%

Kadar air menunjukkan banyaknya air yang terkandung dalam bahan yang dinyatakan dalam persen. Kadar air juga salah satu karakteristik yang sangat penting pada suatu

bahan, karena air dapat mempengaruhi penampakan, tekstur, dan menentukan kesegaran dan daya tahan, kadar air yang tinggi mengakibatkan mudahnya bakteri, kapang, dan khamir untuk berkembang biak. Kadar air dapat ditentukan dengan berbagai metode, yaitu gravimetri, destilasi dan titrasi.

Kadar abu merupakan campuran dari komponen anorganik atau mineral yang terdapat pada suatu bahan. Unsur juga dikenal sebagai zat organik atau kadar abu. Kadar abu tersebut dapat menunjukan total mineral dalam suatu bahan pangan. Bahan-bahan organik dalam proses pembakaran akan terbakar tetapi komponen anorganiknya tidak, karena itulah disebut sebagai kadar abu. Kandungan abu dan komposisinya tergantung pada macam bahan dancara pengabuannya. Kadar abu ada hubungannya dengan mineral suatu bahan. Mineral yang terdapat dalam suatu bahan dapat merupakan dua macam garam yaitu :

- Garam-garam organik, misalnya garam dari as. malat, oxalate, asetat, pektat dan lain-lain
- Garam-garam anorganik, misalnya fosfat, karbonat, klorida, sulfat nitrat dan logam alkali.

Kadar abu dapat ditetapkan dengan menggunakan tanur suhu 300-600 ^{o}C

Ion klorida dalam larutan diendapkan dari larutan asam sebagai perak klorida (AgCl). Endapan yang terbentuk mula–mula berbentuk koloid tetapi kemudianakan menggumpal membentuk agregat. Endapan yang terbentuk mudah tersebut dicuci dan disaring. Sebagai pencuci digunakan larutan asam nitrat (HNO_3) encer. Air tidak dapat digunakan sebagai pencuci.

Pengendapan perak klorida umumnya memberikan hasil analitis yang sangat bagus. Galat utama timbul dari penguraian endapan oleh cahaya matahari :

$$2AgCl(s) \rightarrow Ag(s) + Cl_2(g)$$

Parahnya reaksi dapat diabaikan, kecuali bila endapan itu kena langsung cahaya matahari. Kelarutan perak klorida dalam air kecil sekali, dan susut akibat kelarutan dapat diabaikan. Namun garam alkali dan amonium, demikian pula asam yang tinggi konsentrasinya, hendaknya dihindari karena meningkatkan kelarutan. Reaksi klorida dengan larutan perak nitrat membentuk endapan perak klorida, AgCl, yang seperti didih dan putih. Ia tak larut dalam air dan dalam asam nitrat encer, tetapi larut dalam larutan asam amonia encer dan dalam larutan-larutan kalium sianida dan tiosulfat.

$$Cl^- + Ag^+ \rightarrow AgCl\downarrow$$

$$AgCl\downarrow + 2NH_3 \rightarrow [Ag(NH_3)_2]^+ + Cl^-$$

$$[Ag(NH_3)_2]^+ + Cl^- + 2H^+ \rightarrow AgCl\downarrow + 2NH_4^+$$

Jika endapan perak klorida ini disaring, dicuci dengan air suling, dan dikocok dengan larutan natrium arsenit, endapan diubah menjadi perak arsenit yang kuning (perbedaan dari perak bromida dan perak iodida, yang tak dipengaruhi oleh pengolahan ini)

IV. Alat dan Bahan

Alat :

1. Krus/krui
2. Krus tang/krui tang/gegep besi
3. Corong kaca
4. Segi tiga
5. statif
6. Erlenmeyer/beker 50 mL
7. Oven/furnace
8. Kertas saring
9. Neraca analitik
10. Desikator

Bahan :

1. $AgNO_3$ 0,02 M
2. HCl 0,1 N
3. HNO_3 0,05 M
4. K_2CrO_4
5. NaCl yang ada dipasaran
6. $CuSO_4$. $5H_2O$
7. $BaCl_2$
8. NaOH 4 N
9. H_2SO_4 4 N

V. Prosedur kadar Abu, menetapkan kadar Cl dalam NaCl:

1. Ditimbang sebanyak 1 gram NaCl dilarutkan kedalam air sebanyak 25 mL, tetesi dengan 2-3 tetes kalium kromat kemudian tetesi dengan $AgNO_3$ sambil dikocok hingga terbentuk endapan.

2. Larutan tersebut dipanaskan pada penangas air pada suhu 50° C sambil mengaduk selama 5 menit
3. Mendiamkan larutan pada suhu tersebut selama 2-3 menit sampai terjadi pemisahan endapan larutan jernih.
4. Menguji kesempurnaan endapan dengan menambahkan 2-3 tetes $AgNO_3$

1 % , diperhatikan bila tidak terjadi endapan lagi.

5. Disimpan sample ditempat yang gelap selama 20 menit.
6. Endapan kemudian disaring dan mencuci endapan dengan 10 mL HNO_3 0,05 N sebanyak 3 kali sampai bebas $AgNO_3$ (cek dengan HCl 0,1 N), .
7. Memindahkan endapan ke dalam krus porselen yang sudah diketahui beratnya.
8. Memanaskan krus porselen selama 10 menit dalam tanur pada suhu 300-600° C dan mendinginkan selama 20 menit dalam desikator dan menimbangnya.
9. Melakukan langkah ke-7 sampai mendapatkan berat yang konstan
10. Ditentukan faktor gravimetrinya (FG) lalu dihitung kadar Cl yang terdapat di dalam NaCl tersebut

VI. Prosedur Penatapan Kadar Cu dalam CuSo4

1. Ditimbang sebanyak 1 gram CuSO4, kemudian dilarutkan dalam 150 mL air suling (aqua destilata) hingga larut.
2. Diteteskan asam sulfat 4 N beberapa tetes (3-5 tetes), lalu diaduk.
3. Larutan dididihkan menggunakan hot plate hingga mendidih, lalu endapkan dengan meneteskan NaOH 4 N ke dalamnya hingga semua mengendap sempurna.
4. Uji kesempurnaan pengendapan. - Cairan jernih diuji dengan menggunakan kertas lakmus merah yang nantinya kertas lakmus berubah menjadi biru - Cairan jernih ditetesi 1 – 2 tetes pereaksi pengendap ($NaOH_4$ N) tidak terbentuk endapan lagi.
5. a. Uji basa: filtrat (air saringan) setelah beberapa kali pencucian, diteteskan ke lakmus merah.Bila lakmus merah tetap merah maka basa telah hilang.

   b. Uji sulfat: Sediakan 2 tabung reaksi. Tabung 1 diisi dengan seperempat air filtrat (air saringan), panaskan diatas hot plate, diasamkan dengan 1-2 tetes HCl 4N. Tabung 2 masukan 1 mL $BaCl_2$ 0,5N, lalu dipanaskan. Dituang isi tabung 2 ke dalam tabung 1, bila tidak terbentuk endapan putih berarti sulfat sudah bebas.

   c. Endapan yang terbentuk di cuci dengan air suling hingga bersih lalu disaring dengan kertas saring no. 40 menggunakan corong.

   d. Corong pisah berisi endapan dikeringkan didalam oven, Setelah kering, endapan ditimbang (CuO).

e. Memindahkan endapan ke dalam krus porselen yang sudah diketahui beratnya.
f. Memanaskan krus porselen selama 10 menit dalam tanur pada suhu 300-600°C dan mendinginkan selama 20 menit dalam desikator dan menimbangnya.
g. Melakukan langkah ke-7 sampai mendapatkan berat yang konstan
h. Ditentukan faktor gravimetrinya (FG) lalu dihitung kadar Cu sebagai CuO yang terdapat di dalam CuSO4 tersebut

VII. Prosedur kadar Air

1. Ditimbang krus porselen dan tutup, dicatat beratnya. Kemudian dimasukkan ke dalam oven selama 20 menit.
2. Ditimbang sejumlah sampel yang akan diuji kadar airnya (simplisia, NaCl, gula, susu, tepung), di masukkan ke dalam krus, lalu ditimbang berat krus + ttup dan sampel.
3. Dimasukkan krus ke dalam oven selama 1 jam pada suhu 105°C
4. Dikeluarkan dari oven, dan dibiarkan dingin dengan cara di letakan di dalam desikator selama 20 menit.
5. Dimasukkan kembali krus ke dalam oven selama 1 jam, kemudian dilakukan tahap 4. dilakukan berulang hingga bobot yang konstan.

VIII. HASIL PENGAMATAN DAN PEMBAHASAN:

a. Data Penimbangan

b. Data Penetapan kadar

c. Pembahasan

IX. Daftar Pustaka

PERCOBAAN VI
ALKALIMETRI

I. **Tujuan :** Penetapan kadar asam sitrat dalam sampel

II. **Prinsip :** Alkalimetri

III. **Landasan Teori**

IV. **Alat dan Bahan**

Alat :

1. Buret 10, 25 mL
2. Erlenmeyer 100, 250 dan 1000 mL
3. Beaker glass 50, 100, 250 dan 1000 mL
4. Gelas ukur 5, 10, 25 mL
5. Pipet volume 5, 10 dan 25 mL
6. Kompor listrik
7. Batang pengaduk

Bahan :

1. Asam Oksalat
2. NaOH
3. Asam sitrat
4. Asam klorida

V. **Prosedur/Cara Kerja**

1. Membuat air bebas CO_2: diambil sejumlah air suling lalu dimasukkan ke dalam erlenmeyer 1000 mL, ditutup rapat lalu di didihkan hingga mendidih. Dibiarkan air hingga dingin.
2. Larutan NaOH 1 N dibuat dengan cara :
   d. Menimbang sebanyak 20 gram NaOH pa dengan gelas arlogi lalu dimasukkan ke dalam labu ukur beaker glass, dilarutkan dengan air bebas CO_2 hingga larut dipindahkan ke dalam labu ukur 500 mL kemudian ditambahkan aqua des bebas CO_2 hngga garis tanda.
   e. Melakukan pembakuan dengan asam oksalat
3. Dilakukan Pembakuan Natrium Hidroksida 1 N dengan asam oksalat

a. Ditimbang secara seksama asam oksalat kering sebanyak 315 mg, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dilarutkan dengan air bebas CO_2.
b. Dipipet sebanyak 10 mL larutan asam oksalat, dimasukkan ke dalam erlenmeyer, ditambahkan 2-3 tetes fenolftalain (PP).
c. Dititrasi dengan NaOH 1 N hingga merah jambu seulas. Dicatat volume NaOH yang dibutuhkan.
d. Dilakukan titrasi triplo, lalu dihitung normalitas sebenarnya dari NaOH tersebut. BM asam oksalat ($H_2C_2O_4$. 2 H_2O = 126)

4. Penetapan Kadar asam sitrat
   a. Menimbang sebanyak 600 mg Asam Sitrat, kemudian dimasukkan ke dalam Labu Ukur 100 mL, kemudian larutkan dengan aqudes bebas CO2 sampai tanda.
   b. Sebanyak 5, 10 dan 20 mL Larutan asam sitrat dipipet, dimasukkan ke dalam erlenmeyer, lalu diteteskan indikator PP sebanyak 2-3 tetes.
   c. Mentitrasi dengan NaOH 1 N sampai terjadi perubahan warna menjadi merah jambu seulas. Dicatat volume NaOH yang dibutuhkan.
   d. Penetapan kadar dilakukan triplo.

VI. Hasil Penimbangan

VII. Perhitungan :

a. Data Pembakuan

No.	Asam Oksalat yang ditimbang (mg)	Volume NaOH 0,1 N yang dibutuhkan	Pengamatan

Normalitas asam oksalat

N = n x M

= gr/(BE x V (liter))

=0,315/(126/2 x 0,05)=(0,315)/(63 x 0,05)=0,1 N

Normalitas NaOH 0,1 N hasil standarisasi :

N titran . V titran = N titrat . V titrat

N NaOH x V NaOH = N $H_2C_2O_4.2H_2O$ x V $H_2C_2O_4.2H_2O$

Normalitas NaOH

N NaOH = (N asam oksalat x V asam oksalat) / (V NaOH)

N NaOH = (0,1 x 10) / 9,9 = 0,101 N

b. Penetapan Kadar

No.	Asam asetat yang ditimbang (mg)	Volume NaOH 0,1 N yang dibutuhkan	Pengamatan

Penentuan Kadar Asam Sitrat

% kadar asam sitrat

Mgrek sampel (Asam Asetat) ~ Mgrek larutan baku (NaOH)

mg/BE = V . N

mg = V . N . BE

mg = X

Kadar = X/Asam asetat penimbangan X 100% = A%

Atau :

Kadar NaCl = $\frac{\text{V NaOH x N NaOH x BE Asam asetatl}}{\text{Berat sampel Asam aasetat yang ditimbang}}$ X 100%

PERCOBAAN VII
ARGENTOMETRI

I. Tujuan

1. Dapat melakukan standarisasi $AgNO_3$ dengan NaCl
2. Dapat melakukan standarisasi NH_4CNS dengan $AgNO_3$
3. Dapat menentukan klorida dalam garam dapur kasar dengan metode argentometri

II. Dasar Teori

Volumetri (titrasi) merupakan cara penentuan kadar suatu zat dalam larutannya didasarkan pada pengukuran volumenya. Berdasarkan pada jenis reaksinya, volumetri dibedakan atas :

1. Asidimetri dan alkalimetri, merupakan titrasi yang berdasarkan reaksi netralisasi asam-basa.
2. Oksidimetri, merupakan titrasi yang berdasarkan reaksi oksidasi-reduksi.
3. Argentometri, merupakan titrasi yang berdasarkan reaksi pembentukans presipitasi (pengendapan dari ion Ag^+).

Istilah Argentometri diturunkan dari bahasa latin Argentum yang berarti perak. Jadi Argentometri merupakan salah satu cara untuk menentukan kadar zat dalam suatu larutan yang dilakukan dengan titrasi berdasar pembentukan endapan dengan ion Ag^+. Pada titrasi argentometri, zat pemeriksaan yang telah dibubuhi indikator dicampur dengan larutan standar garam perak nitrat ($AgNO_3$). Dengan mengukur volume larutan standar yang digunakan sehingga seluruh ion Ag^+ dapat tepat diendapkan, kadar garam dalam larutan pemeriksaan dapat ditentukan.

Ada tiga tipe titik akhir yang digunakan untuk titrasi dengan $AgNO_3$ yaitu :

1. Indikator
2. Amperometri
3. Indikator kimia

Titik akhir potensiometri didasarkan pada potensial elektrode perak yang dicelupkan kedalam larutan analit. Titik akhir amperometri melibatkan penentuan harus yang diteruskan antara sepasang mikroelektrode perak dalam larutan analit. Sedangkan titik akhir yang dihasilkan indikator kimia, biasanya terdiri dari perubahan warna/muncul tidaknya kekeruhan dalam larutan yang dititrasi.

Syarat indikator untuk titrasi pengendapan analog dengan indikator titrasi netralisasi, yaitu :

1. Perubahan warna harus terjadi terbatas dalam range pada p-function dari reagen /analit.

2. Perubahan Warna harus terjadi dalam bagian dari kurva titrasi untuk analit.

Berdasarkan pada indikator yang digunakan, argentometri dapat dibedakan atas :

1. Metode Mohr (pembentukan endapan berwarna).

Metode Mohr dapat digunakan untuk menetapkan kadar klorida dan bromida dalam suasana netral dengan larutan standar $AgNO_3$ dan penambahan K_2CrO_4 sebagai indikator. Titrasi dengan cara ini harus dilakukan dalam suasana netral atau dengan sedikit alkalis, pH 6,5 – 9,0.

$Ag^+ + CrO4^{2-} \rightarrow Ag_2CrO_4 \downarrow$ coklat merah

Dalam suasana asam, perak kromat larut karena terbentuk dikromat dan dalam suasana basa akan terbentuk endapan perak hidroksida.

Reaksi yang terjadi adalah :

Asam : $2CrO_4^{2-} + 2H^- \leftrightarrow CrO_7^{2-} + H_2O$

Basa : $2\ Ag^+ + 2\ OH^- \leftrightarrow 2\ AgOH$

$2AgOH \leftrightarrow Ag_2O + H_2O$

Sesama larutan dapat diukur dengan natrium bikorbonat atau kalsium karbonat. Larutan alkalis diasamkan dulu dengan asam asetat atau asam borat sebelum dinetralkan dengan kalsium karbonat. Meskipun menurut hasil kali kelarutan iodida dan tiosianat mungkin untuk ditetapkan kadarnya dengan cara ini. Namun oleh karena perak lodida maupun tiosanat sangat 4 kuat menyerang kromat, maka hasilnya tidak memuaskan. Perak juga tidak dapat ditetapkan dengan titrasi menggunakan NaCl sebagai titran karena endapan perak kromat yang mula-mula terbentuk sukar bereaksi pada titik akhir. Larutan klorida atau bromida dalam suasana netral atau agak katalis dititrasi dengan larutan titer perak nitrat menggunakan indikator kromat. Apabila ion klorida atau bromida telah habis diendapkan oleh ion perak, maka ion kromat akan bereaksi membentuk endapan perak kromat yang berwarna coklat/merah bata sebagai titik akhir titrasi.

Sebagai indikator digunakan larutan kromat K_2CrO_4 0,003M atau 0,005M yang dengan ion perak akan membentuk endapan coklat merah dalam suasana netral atau agak alkalis. Kelebihan indikator yang berwarna kuning akan menganggu warna, ini dapat diatasi dengan melarutkan blanko indikator suatu titrasi tanpa zat uji dengan penambaan kalsium karbonat sebagai pengganti endapan AgCl.

2. Metode Valhard (Penentu zat warna yang mudah larut).

Metode ini digunakan dalam penentuan ion Cl^+, Br^-, dan I^- dengan penambahan larutan standar $AgNO_3$. Indikator yang dipakai adalah Fe^{3+} dengan titran NH_4CNS, untuk menentralkan kadar garam perak dengan titrasi kembali setelah ditambah larutan standar berlebih. Kelebihan $AgNO_3$ dititrasi dengan larutan standar KCNS, sedangkan indikator yang digunakan adalah ion Fe^{3+} dimana kelebihan larutan KCNS akan diikat oleh ion Fe^{3+} membentuk warna merah darah dari FeSCN.

Titrasi Volhard harus dilakukan dalam suasana asam nitrat untuk mencegah hidrolisis indikator (ion Fe^{3+}). Khusus pada penentuan klorida kita mempunyai dua kesetimbangan selama pentitrasian :

$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$

$Ag^+ + CNS^- \rightarrow AgCNS$

Kelarutan AgCl > kelarutan AgCNS, sehingga terjadi reaksi :

$AgCl + CNS \rightarrow AgCNS + Cl^-$

Reaksi ini terjadi apabila titik akhir titrasi menyebabkan kadar Cl^- rendah.

Untuk mencegah kesalahan pada saat menentukan kadar laruan yang akan dititrasi maka dapat dilakukan hal – hal sebagai berikut :

- Endapan AgCl disaring
- Endapan AgCl dikoagulasi dengan pemanasan, setelah dingin disaring baru dititrasi
- Menambahkan notro benzena.

3. Metode Fajans (Indikator Absorbsi).

Titrasi argenometri dengan cara fajans adalah sama seperti pada cara Mohr, hanya terdapat perbedaan pada jenis indikator yang digunakan. Indikator yang digunakan dalam cara ini adalah indikator absorbsi seperti cosine atau fluonescein menurut macam anion yang diendapkan oleh Ag^+. Titrannya adalah $AgNO_3$ hingga suspensi violet menjadi merah. pH tergantung pada macam anion dan indikator yang dipakai. Indikator absorbsi adalah zat yang dapat diserap oleh permukaan endapan dan menyebabkan timbulnya warna.

$AgNO_3$ ditambahkan pada larutan NaCl yang mengandung flourescein maka titik akhir titrasi akan diamati dengan perubahan warna dari kuning cerah ke merah muda. Warna endapan yang terlihat akan tampak berwarna sedangkan larutannya tampak tidak berwarna hal ini disebabkan adanya indikator adsorbsi yang teradsorb pada permukaan endapan AgCl.

Pengendapan ini dapat diatur agar terjadi pada titik ekuivalen antara lain dengan memilih macam indikator yang dipakai dan pH. Sebelum titik ekuivalen tercapai, ion Cl^- berada dalam

lapisan primer dan setelah tercapai ekuivalen maka kelebihan sedikit $AgNO_3$ menyebabkan ion Cl^- akan digantikan oleh Ag^+ sehingga ion Cl^- akan berada pada lapisan sekunder.

Pembentukan Endapan Berwarna

Pembentukan suatu endapan lain dapat digunakan untuk menyatakan lengkapnya suatu titrasi pengendapan. Dalam hal ini terjadi pula pada titrasi Mohr, dari klorida dengan ion perak dalam mana digunakan ion kromat sebagai indikator. Pemunculan yang permanen dan dini dari endapan perak kromat yang kemerahan itu diambil sebagai titik akhir (TE). Titrasi Mohr terbatas untuk larutan dengan perak dengan pH antara 6,0 – 10,0. Dalam larutan asam konsentrasi ion kromat akan sangat dikurangi karena $HCrO_4^-$ hanya terionisasi sedikit sekali. Lagi pula dengan hidrogen kromat berada dalam kesetimbangan dengan dikromat terjadi reaksi :

$2H^+ + 2CrO_4^- \leftrightarrow 2HCrO_4 \leftrightarrow Cr_2O_7^{2-} + 2H_2O$

Mengecilnya konsentrasi ion kromat akan menyebabkan perlunya menambah ion perak dengan sangat berlebih untuk mengendapkan ion kromat dan karenanya menimbulkan galat yang besar. Pada umumnya garam dikromat cukup dapat larut.

Proses argentometri termasuk dalam titrasi yang menghasilkan endapan dan pembentukan ion kompleks. Proses argentometri menggunakan $AgNO_3$ sebagai larutan standar. Proses ini biasanya digunakan untuk menentukan garam-garam dari halogen dan sianida. Karena kedua jenis garam ini dapat membentuk endapan atau senyawa kompleks dengan ion Ag^+ sesuai dengan persamaan reaksi sebagai berikut :

$NaCL + Ag^+ \rightarrow AgCl \downarrow + Na^+$

$KCN + Ag^+ \rightarrow AgCl \downarrow + K^+$

$KCN + AgCN \downarrow \rightarrow K\ [Ag(CN)_2\ ]$

Karena $AgNO_3$ mempunyai kemurnian yang tinggi maka garam tersebut dapat digunakan sebagai larutan standar primer. Dalam titrasi argentometri terhadap ion CN^- tercapai untuk garam kompleks $K\ [Ag(CN)_2]$ karena proper tersebut dikemukakan pertama kali oleh Lieberg, cara ini tidak dapat dilakukan dalam suasana amoniatial karena garam kompleks dalam larutan akan larut menjadi ion komplek diamilum.

III. Alat dan Bahan

1. Alat yang digunakan

a. Statif : 1 buah

b. Klem : 1 buah

c. Corong kaca : 1 buah

d. Kaca arloji : 1 buah

e. Pengaduk kaca : 1 buah

f. Buret asam 50 ml : 1 buah

g. Pipet tetes : 1 buah

h. Neraca timbangan : 1 buah

i. Labu ukur 500 ml : 1 buah

j. Labu ukur 100 ml : 1 buah

k. Erlenmeyer 100 ml : 2 buah

l. Erlenmeyer 250 ml : 1 buah

m. Gelas beker 250 ml : 1buah

n. Gelas ukur 50 ml : 1 buah

2. Bahan yang digunakan

1. NaCl kering : 2,925 gram
2. Larutan standar NaCl 0,1N : secukupnya
3. Larutan $AgNO_3$ 0,1N : secukupnya
4. Larutan sample garam dapur kasar : 30 ml
5. NH_4CNS padatan : 4,5 gram
6. Larutan NH_4CNS : secukupnya
7. $AgNO_3$ padatan : 8,496 gram
8. Larutan HNO_3 6 N : 2,5 ml x 3
9. Larutan KBR : 5 ml x 3
10. Fluoresein : 0,5 ml x 3
11. Ferri Amonium sulfat : 0,5 ml x 3
12. Akuades : secukupnya
13. HNO_3 encer : 1 ml x 3

IV. Prosedur

a. Pembuatan larutan baku $AgNO_3$ 0,1 N

1. Ditimbang seksama kurang lebih 11-12 g $AgNO_3$ murni dalam cawan. Panaskan dalam oven pada suhu 100-110 ^oC selama kurang lebih 1 jam. Kemudian dinginkan dalam desikator.

2. Ditimbang $AgNO_3$ yang telah didinginkan sebanyak 8,5 g dalam botol timbang, pindahkan ke dalam gelas piala dan larutkan dengan air suling sebanyak 50 ml, aduk hingga homogen. Pindahkan ke dalam labu tentukur 500 ml, cukupkan volumenya hingga 500 ml, pindahkan ke dalam botol yang bersih dan bubuhi label.

b. Pembakuan $AgNO_3$ 0,1 N dengan NaCl

Metode Mohr

1. Ditimbang ± 4 gram NaCl murni dalam gelas arloji, keringkan pada suhu 105-110 ^oC selama ± 2 jam dalam oven, kemudian dinginkan dalam desikator.
2. Dtimbang seksama 2,92 gram NaCl yang telah didinginkan. Dipindahkan kedalam labu tentukur 500 ml melalui corong. Bilas botol timbang dengan air suling hingga bersih dan air bilasan dimasukkan kedalam labu tentukur. Dicukupkan volumenya hingga 500 ml, homogenkan.
3. Dipipet sebanyak 25 ml kemudian pindahkan kedalam Erlenmeyer, tambahkan 0,5-1 ml larutan K_2CrO_4 5 %. Titrasi dengan larutan $AgNO_3$ melalui buret hingga terjadi perubahan warna dari kuning menjadi cokelat merah.
4. Dilakukan tiga kali, lalu hitung normalitas larutan $AgNO_3$.

Tiap ml $AgNO_3$ 1 N setara dengan 58,5 mg NaCl.

$AgNO_3$ 0,1 N setara dengan 5,85 mg NaCl.

Metode Fayans

1. Ditimbang ± 4 gram NaCl murni dalam gelas arloji, keringkan pada suhu 105-110^oC selama ± 2 jam dalam oven, kemudian dinginkan dalam desikator.
2. Dtimbang seksama 2,92 g NaCl yang telah didinginkan. Dipindahkan kedalam labu tentukur 500 ml melalui corong. Bilas botol timbang dengan air suling hingga bersih dan air bilasan dimasukkan kedalam labu tentukur. Dicukupkan volumenya hingga 500 ml, homogenkan.
3. Dipipet sebanyak 25 ml kemudian pindahkan kedalam Erlenmeyer, tambahkan larutan 10 tetes fluorescein, yang menyebabkan larutan berwarna kuning. Titrasi dengan larutan $AgNO_3$ melalui buret hingga terjadi perubahan warna dari kuning berangsur-angsur berubah orange dengan endapan berwarna merah muda. Pada saat itulah tercapai titik ekuivalen.
4. Dilakukan tiga kali, lalu hitung normalitas larutan $AgNO_3$.

Tiap ml $AgNO_3$ 1 N setara dengan 58,5 mg NaCl.

$AgNO_3$ 0,1 N setara dengan 5,85 mg NaCl.

Metode Volhard

Pembakuan NH4CNS dengan AgNO3 0,1 N

1. Pembuatan Larutan NH_4CNS 0,1 N, dengan cara ditimbang 4,5 gram NH_4CNS dimasukkan dalam beker glass, dilarutkan dengan air kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 500 mL lalu ditambahkan dengan air sampai garis tanda, kocok hingga homogen.

2. Dipipet sebanyak 25 mL $AgNO_3$ 0,1 N masukkan ke dalam erlenmeyer, lalu ditambahkan 2,5 ml HNO_3 6 N dan 0,5 ml indikator ferri ammonium sulfat akan diperoleh larutan putih keruh.
3. Dititrasi dengan NH_4CNS sampai terjadi perubahan warna dari putih keruh menjadi merah bata, endapan putih. Dicatat volume NH_4CNS yang dibutuhkan.
4. Dilakukan 3 x.

Penetapan kadar NaCl

1. Di siapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. ditimbang secara seksama NaCl sebanyak 0,18 gram
3. Dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan tambahkan aquadest sebanyak 25 ml
4. Ditambahkan indikator K_2CO_4 5% sebanyak 2-3 tetes,
5. Kemudian dititrasi dengan larutan $AgNO_3$ 0,1 N yang telah dibakukan
6. Catat volume titrasi dan hitung % kadarnya

Mgrek sampel (NaCl) ~ Mgrek larutan baku ($AgNO_3$)

mg/BE = V . N

mg = V . N . BE

mg = X

Kadar = X/NaCl penimbangan X 100% = A%

Atau :

Kadar NaCl = $\frac{V\ AgNO_3 \times N\ AgNO_3 \times BE\ NaCl}{\text{Berat sampel NaCl yang ditimbang}}$ X 100%

Penetapan Kadar Papaverin HCl

1. Ditimbang seksama sampel papaverin HCl sebanyak 250 mg dimasukkan ke dalam enlenmeyer dilarutkan dengan 50 ml air suling hingga larut.
2. Ditambahkan indikator K_2CrO_4 5% 0,5-1 mL kemudian dititrasi dengan $AgNO_3$ 0,1 N.
3. Titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna dari kuning menjadi merah coklat, dicatat volumenya dan hitung kadar Papaverin HCl.
4. Diulangi perlakuan dua kali lagi.

Mgrek sampel (Papaverin HCl) ~ Mgrek larutan baku ($AgNO_3$)

mg/BE = V . N

mg = V . N . BE

mg = X

Atau :

Kadar Papaevrin HCl =

$$= \frac{V\ AgNO_3 \times N\ AgNO_3 \times BE\ Papaverin\ HCl}{\text{Berat sampel Papaevrin HCl yang ditimbang}} \times 100\%$$

V. HASIL DAN PENGAMATAN

1. Data penimbangan

2. Data Pembakuan

a. Reaksi :

b. Normalitas $AgNO_3$ 0,1 N dengan metode Mohr

No.	Berat NaCl yang ditimbang (mg)	$AgNO_3$ yang dibutuhkan (mL)	Pengamatan

N = gram/BE x V =

b. Normalitas N dengan metode Volhard

No.	$AgNO_3$ 0,1 N yang ditambahkan	NH_4CNS yang dibutuhkan (mL)	Pengamatan
1	25 mL + 2,5 ml HNO_3 6 N + 0,5 ml indikator ferri ammonium sulfat		

2	25 mL + 2,5 ml HNO_3 6 N + 0,5 ml indikator ferri ammonium sulfat		
3	25 mL + 2,5 ml HNO_3 6 N + 0,5 ml indikator ferri ammonium sulfat		

N = gram/BE x V = mgrek NH_4CNS = mgrek $AgNO_3$

$$V\ NH_4CNS \times N\ NH_4CNS = V\ AgNO_3 \times N\ AgNO_3$$

$$N\ NH_4CNS = \frac{V\ AgNO_3 \times N\ AgNO_3}{V\ NH_4CNS}$$

c. Normalitas $AgNO_3$ 0,1 N dengan metode Fayans

No.	Berat NaCl yang ditimbang (mg)	$AgNO_3$ yang dibutuhkan (mL)	Pengamatan

N = gram/BE x V =

3. Data Penetapan Kadar

a. Reaksi

b. Penetapan Kadar sampel (NaCl atau Papaverin HCl)

No.	Berat sampel yang ditimbang (mg)	$AgNO_3$ yang dibutuhkan (mL)	Pengamatan

Kadar NaCl = $\frac{V\ AgNO_3 \times N\ AgNO_3 \times BE\ NaCl}{\text{Berat sampel NaCl yang ditimbang}}$ X 100%

PERCOBAAN VIII

TITRASI REDOKS-IODO-IODIMETRI

I. Judul : Iodimetri

II. Tujuan : Penetapan kadar vitamin C

III. Teori :

Proses oksidasi reduksi atau redoks menyangkut perubahan elektron pada zat-zat yang bereaksi. Oksidasi adalah peristiwa pelepasan elektron dan reduksi adalah peristiwa pengikatan elektron. Iodium adalah oksidator lemah, sedangkan iodida merupakan suatu reduktor kuat.

Persamaan reaksi pada reaksi iodium adalah :

$$I_2(s) + 2e^- \rightleftharpoons 2I^-$$

Pada titrasi dengan menggunakan iod ada dua istilah yang lazim digunakan yaitu iodimetri dan iodometri. Pada iodimetri, iodium digunakan untuk menitrasi reduktor-reduktor yang dapat dioksidasi secara kuantitatif pada titik ekivalensi. Reaksi oksidasi yang berlangsung dengan larutan iodium di antaranya dengan H_2S, H_2SO_4, H_2AsO_4, Sn^{2+} dan $S_2O_3^2$.

Dengan cara iodometri oksidator yang dianalisis direaksikan dengan iodida berlebih dalam suasana larutan yang cocok, dan iodium yang dibebaskan secara kuantitatif dititrasi antara lain dengan larutan baku natrium tiosulfat. Cara iodometri dapat digunakan untuk menganalisa oksidator yang kuat. Di antaranya MnO_4^-, $Cr_2O_7^{2-}$, BrO_3^-, IO_3^-, ClO_3^-, HNO_3, Cu^{2+} dan HOCl. Pada iodimetri atau iodometri titik akhir titrasinya didasarkan atas terbentuknya iodium bebas. Adanya iodium dapat ditunjukkan dengan adanya indikator amilum atau dengan pelarut organik (CHCl atau CCl_4) yang dapat mengekstraksi iodium dalam air. Beberapa sumber kesalahan dalam titrasi iodimetri atau iodometri di antaranya :

a. Iodium mudah menguap
b. Dalam suasana asam, iodida akan dioksidasi oleh O_2 dari udara.

$$4I^- + O_2 + 4H^+ \rightleftharpoons 2I_2 + 2H_2O$$

Larutan iodium dalam air yang mengandung iodida berwarna kuning sampai jingga. Indikator kanji dengan iodium yang mengandung akan senyawa kompleks yang berwarna biru. Ada beberapa hal yang perlu diperhatikan pada penggunaan indikator kanji, yaitu :

a. Kanji tidak larut dalam air dingin
b. Suspensi kanji tidak stabil (mudah rusak)
c. Senyawa kompleks iodium dengan kanji keadaannya stabil (tidak reversibel), jika konsentrasi I_2nya tinggi (pekat). Penambahan indikator dilakukan setelah jumlah iodium seminimal mungkin. Indikator lainnya yang dapat dipakai pada iodometri adalah CCl_4 dan $CHCl_3$.

Pembuatan larutan indikator Larutan iodium sendiri dapat dijadikan sebagai indikator. Satu tetes larutan iodium 0,1 N dalam 100 ml air memberikan warna kuning pucat. Namun untuk menaikkan kepekaan titik akhir, biasa digunakan indikator kanji. Dalam konsentrasi iodida $4x10^{-4}$ M sudah memungkinkan iodium dalam konsentrasi $2x10^{-5}$ M yang akan memberikan warna biru yang nyata dari komplek antara kanji dan iodium. Penyusun utama dari kanji adalah amilosa dan amilopektin. Amilosa dengan iodium membentuk warna biru, sedangkan dengan amilopektin membentuk warna merah. Titik akhir titrasi juga dapat digunakan dengan menggunakan indikator karbontetraklorida (CCl_4), akan memberikan warna ungu. Saat mencapai titik akhir titrasi, CCl_4 menjadi jernih.

IV. ALAT DAN BAHAN

Alat yang digunakan :

1. Erlenmeyer 100 mL : 3 buah
2. Pipet tetes : 2 buah
3. Gelas ukur 50 mL : 1 buah
4. Gelas ukur 10 mL : 1 buah
5. Batang pengaduk : 1 buah
6. Neraca analitik : 1 buah
7. Alat titrasi : 1 buah
8. Kaca arloji : 1 buah

Bahan yang digunakan :

1. KI Kristal
2. $Na_2S_2O_3.5H_2O$ 0,1 N
3. Vitamin C

4. Indikator kanji
5. Larutan $KBrO_3$
6. Akuades
7. $NaCO_3$ 2%
8. As_2O_3
9. KI
10. NaOH 0,1N
11. HCl P dan H_2SO_4

V. PROSEDUR KERJA

A. Pembuatan Larutan Kanji

Ditimbang sebanyak 1 g kanji kemudian ditambahkan air dingin sebanyak 10 mL air dingin, aduk hingga rata dan homogen. Setelah homogen masukkan larutan ke dalam air mendidih sambil diaduk terus menerus selama 2 menit. Diangkat dan dibiarkan sampai dingin.

B. Pembuatan larutan Baku

1. Larutan baku iodium 0,1 N

Larutkan 18,0 g KI yang telah ditimbang seksama dalam 30 ml air dalam mortir. Timbang seksama 12,69 g iodium dalam gelas arloji, tambah sedikit demi sedikit ke dalam larutan KI sambil digerus. Pindahkan ke dalam labu takar 100 ml tutup labu dan kocok sampai iodium larut. Diamkan larutan pada suhu kamar dan tambahkan air hingga volume 1000 ml.

2. Larutan baku natrium tiosulfat 0,1 N

Timbang seksama 24,819 g $Na_2S_2O_3.5H_2O$ dalam air secukupnya hingga larut. Pindahkan larutan ke dalam labu takar 1000 ml, tambah air hingga batas.

D. Pembakuan larutan baku

1. Pembakuan larutan baku iodium 0,1 N (Iodimetri)

Timbang seksama lebih kurang 150 mg arsentriklorida (As_2O_3), larutkan dalam 20 ml larutan NaOH 0,1 N panaskan jika perlu. Encerkan dengan 40 ml air, tambahkan 2 tetes jingga metil dan lanjutkan dengan penambahan HCl encer hingga warna kuning berubah menjadi jingga. Tambahkan 2 gr $NaHCO_3$, 20 ml air dan 3 ml larutan kanji 0,5%. Titrasi dengan larutan baku iodium perlahan-lahan hingga timbul warna biru tetap.

Tiap 1 ml larutan iodium 0,1 N setara dengan 4,916 mg As_2O_3.

Reaksi :

$As_2O_3 + 6NaOH \rightarrow 2Na_3AsO_3 + 3H2O$

$Na_3AsO_3 + I_2 + 2NaHCO_3 \rightarrow Na_3AsO_4 + 2NaI + 2CO_2 + H_2O$

$$\text{Normalitas } I_2 = \frac{\text{mg } As_2O_3}{\text{ml } I_2 \text{ x BM } As_2O_3} \text{ x } 4$$

Catatan :

Karena 1 mol As_2O_3 setara dengan 2 mol natrium arsenit dan 1 mol natrium arsenit setara dengan 1 mol I2 maka 1 mol As_2O_3 setara dengan 2 mol I_2 yang setara dengan 4 elektron sehingga valensi As_2O_3 adalah 4

3. Pembakuan Larutan Baku Natrium Tiosulfat 0,1 N (Iodometri)

Pipet 25,0 ml larutan $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N, masukkan ke dalam Erlenmeyer bertutup kaca, encerkan dengan 50 ml air. Tambahkan 2 g KI dan 5 ml HCl Pekat, tutup, biarkan selama 10 menit. Encerkan dengan 100 ml air dan titrasi dengan iodium yang dibebaskan dengan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N sampai larutan berubah dari kuning tua menjadi kuning muda menggunakan lalu ditambahkan indikator kanji lalu titrasi dilanjutkan hingga berwarna hijau terang atau tosca**.**

Reaksi :

$6I^- + Cr_2O_7^- + 14H^+ \rightarrow 3I_2 + 2Cr^+ + 7H_2O$

$3I_2 + 6S_2O_3^- \rightarrow 3S_4O_6^- + 6I$

Perhitungan :

$$\text{Normalitas Na-tiosulfat} = \frac{\text{ml } K_2Cr_2O_7 \text{ x N } K_2Cr_2O_7}{\text{ml } Na_2S_2O_3}$$

Atau

$$\text{mgrek } Na_2S_2O_3 = \text{mgrek } K_2Cr_2O_7$$

$$V1 . N1 = V2 . N2$$

$$N1 = (\text{mL } K_2Cr_2O_7 \text{ x N } K_2Cr_2O_7) / \text{ mL } Na_2S_2O_3$$

4. Standarisasi larutan Natrium Tiosulfat 0,1 N dengan KBrO3 (Iodometri)

Menimbang secara analisis 1,4 gram $KBrO_3$, melarutkan dalam labu ukur sampai 500 mL. Memipet 35 mL larutan ke dalam labu 250 mL bersumbat gelas, menambahkan 1 gram KI dan

3 mL H_2SO_4 3M. Kemudian menitrasi dengan Natrium tiosulfat yang akan distandarkan sampai larutan kuning jerami dan menambahkan 1 mL larutan kanji. Titrasi diteruskan sampai warna biru pada larutan hilang. Normalitas larutan natrium tiosulfat dihitung dengan cara berikut.

$$\text{mgrek } Na_2S_2O_3 = \text{mgrek } KBrO_4$$

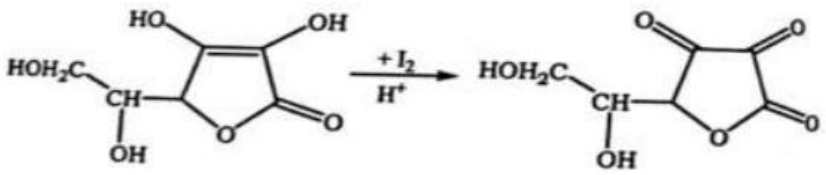
$$V1.N1 = V2.N2$$

$$N\ Na_2S_2O_3 = (V\ KBrO_4.\ N\ KBrO_4) / V\ Na_2S_2O_3$$

5. Penetapan kadar vitamin C (iodimetri)

Lebih kurang 400 mg vitamin C ditimbang seksama, dilarutkan dalam campuran yang terdiri dari 100 ml air bebas CO_2 dan 25 ml H_2SO_4 encer. Titrasi dengan iodium 0,1 N menggunakan indikator kanji sehingga menghasilkan warna biru mantap selama 1 menit.

Tiap 1 ml iodium 0,1 N setara dengan 8,806 mg C_6H8O_6.



Perhitungan :

$$\text{kadar vitamin C} = \frac{V\ I_2 x\ N\ I_2 x\ BE}{\text{mg sampel}} x\ 100\%$$

6. Penetapan kadar metampiron

Ditimbang seksama lebih kurang 400 mg sampel, lalu dilarutkan dengan 50 ml air dan 5 ml HCl encer. Titrasi dengan iodium 0,1 N dan indikator larutan kanji hingga terbentuk warna biru yang mantap selama 1 menit. Tiap 1 ml iodium 0,1 N setara dengan 16,67 mg metampiron.

Reaksi :

$$NaSO_3\text{-}CH_2\text{-}N(CH)_3\text{-}C_{11}H_{11}N_2O + H_2O \rightarrow NaHSO_3 + CH_3\text{-}NH_{11}H_{11}N_2O + CH_2O$$

$$NaHSO_3 + H_2O + I_2 \rightarrow NHSO_4 + 2HI$$

$$I_2 + \text{kanji} \rightarrow \text{Iod-kanji kompleks biru}$$

Perhitungan :

$$\text{kadar metampiron} = \frac{\text{ml } I_2 X\ N\ I_2 X\ 16{,}67}{\text{mg sampel x } 0{,}1} x\ 100\%$$

VI. HASIL DAN PENGAMATAN

A. Data Penimbangan

B. Data Pembakuan

No.	$K_2Cr_2O_7$	Vol. $Na_2S_2O_4$ (mL) yang dibutuhkan	Keterangan

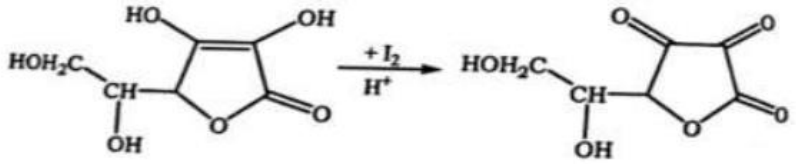
mgrek I_2 = mgrek As_2O_3

V1. N1 = V2 . N2

N1 = (mL As_2O_3 x N As_2O_3)/ mL I_2

C. Data Penetapan Kadar

No.	Vitamin C	Vol. I2 (mL) yang dibutuhkan	Keterangan



Perhitungan :

$$\text{kadar vitamin C} = \frac{V\ I_2 x\ N\ I_2 x\ BE}{\text{mg sampel}} x\ 100\%$$

VII. PEMBAHASAN

PRAKTIKUM IX
KOMPLEKSOMETRI

I. TUJUAN

Menentukan kadar suatu logam dalam campuran

II. TEORI

Titrasi kompleksometri adalah suatu analisis volumetri berdasarkan reaksi pembentukan senyawa kompleks antara ion logam dengan zat pembentuk kompleks (ligan). Ligan yang banyak digunakan adalah dinatrium etilen, dianida tetra asetat (Na_2EDTA). Salah satu tipe reaksi kimia yang berlaku sebagai dasar penentuan titrimetrik melibatkan pembentukan (formasi) kompleks atau ion kompleks yang larut namun sedikit terdisosiasi. Kompleks yang dimaksud di sini adalah kompleks yang dibentuk melalui reaksi ion logam, sebuah kation, dengan sebuah anion atau molekul netral (Basset, 1994);.

Titrasi kompleksometri juga dikenal sebagai reaksi yang meliputi reaksi pembentukan ion-ion kompleks ataupun pembentukan molekul netral yang terdisosiasi dalam larutan. Persyaratan mendasar terbentuknya kompleks demikian adalah tingkat kelarutan tinggi. Selain titrasi komplek biasa seperti di atas, dikenal pula kompleksometri yang dikenal sebagai titrasi kelatometri, seperti yang menyangkut penggunaan EDTA. Gugus-yang terikat pada ion pusat, disebut ligan, dan dalam larutan air, reaksi dapat dinyatakan oleh persamaan

: $M(H_2O)n + L = M(H_2O)(n-1)\ L + H_2O$

Titrasi kompleksometri dilakukan dengan beberpa cara tergantung dari reaksi yang terjadi antara senyawa uji dengan baku primer atau baku sekunder diantaranya : titrasi langsung; titrasi kembali; titrasi substitusi; titrasi tidak langsung; dan titrasi alkalimetri.

III. ALAT DAN BAHAN

Alat :

Buret

Erlenmeyer

Beaker glass

Pipt volume

Neraca analitik

Bahan :

1. Larutan $ZnSO_4.7H_2O$ 0,05 M
2. Na_2EDTA 0,05 M
3. Larutan Dapar Salmiak pH 10

IV. PROSEDUR KERJA:

a. Pembuatan Larutan

1. Larutan baku primer $ZnSO_4.7H_2O$ 0,05 M

Timbang dengan teliti $ZnSO_4.7H_2O$, masukkan dalam labu ukur 100 mL, tambahkan 1-2 mL H_2SO_4 4 N, kemudian encerkan hingga tanda batas.

2. Larutan baku sekunder Na_2EDTA 0,05 M

Larutkan Na_2EDTA dalam aquadest.

3. Larutan dapar salmiak pH 10

142 mL amoniak pekat dicampur dengan 17,5 g NH_4Cl, encerkan dengan aquadest sampai volume 250 mL, periksa pHnya, bila perlu tambahkan HCl atau NH_4OH sampai pH 10 ± 0,1.

- Indikator

1. Eriochrom Black T (EBT)

1 g EBT dihaluskan (digerus) dengan 100 g NaCl kering, simpan dalam botol kering.

2. Murexide

1 g murexide ditambah NaCl 1 : 100, dihaluskan dan disimpan dalam botol kering.

b. Pembakuan Na_2EDTA dengan $ZnSO4.7H_2O$

Pipet 10 mL larutan $ZnSO4.7H_2O$, masukkan ke dalam Erlenmeyer. Tambahkan 1 mL dapar salmiak pH 10 dan tambahkan ± 25 mg EBT. Titrasi dengan larutan Na_2EDTA sampai terjadi perubahan warna dari anggur merah menjadi biru. Catat volume Na_2EDTA, lakukan titrasi minimal triplo.

c. Penetapan sampel

1. Penetapan kadar Magnesium

Pipet 10 mL $MgCl_2$ masukkan ke dalam Erlenmeyer, tambahkan 1 mL larutan dapar salmiak pH 10 dan indikator EBT. Titrasi dengan Na_2EDTA pada suhu 40°C sampai terjadi perubahan dari merah anggur menjadi biru.

2. Penetapan kadar Kalsium

Pipet 10 mL larutan kalsium masukkan ke dalam Erlenmeyer, tambahkan KOH 2 M sampai netral, tambahkan 25 mg murekside dan titrasi dengan larutan Na_2EDTA menjelang titik akhir titrasi (TAT). Penambahan larutan peniter pelan-pelan sampai terjadi perubahan warna dari merah menjadi ungu.

3. Penetapan kadar Magnesium

Pipet 10 ml larutan sample ke dalam Erlenmeyer, encerkan sampai 100 ml kemudian, dihomogenkan. Tambahkan 5 ml buffer salmiak PH 10 dan indicator EBT. Titrasi dengan larutan EDTA hingga terjadi perubahan warna dari merah anggur ke biru. Hitung kadar MgO**.**

PERCOBAAN X
ANALISA DENGAN SPEKTROFOTOMETER SINAR TAMPAK

Tujuan Percobaan

- Mengetahui metoda analisa spektrofotometri
- Mengetahui aplikasi analisa pada spektrofotometri
- Penentuan kadar kafein dalam sampel

Tinjauan Pustaka

Spektrofotometri merupakan suatu metoda analisa yang didasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis oleh suatu lajur larutan berwarna pada panjang gelombamg spesifik dengan menggunakan monokromator prisma atau kisi difraksi dengan detektor *fototube*. Spektrofotometri dapat dianggap sebagai perluasan suatu pemeriksaan visual dengan studi yang lebih mendalam dari absorbsi energi. Absorbsi radiasi oleh suatu sampel diukur pada berbagai panjang gelombangdan dialirkan oleh suatu perkam untuk menghasilkan spektrum tertentu yang khas untuk komponen yang berbeda.

Alat dan Bahan

Alat: Spektrofotometer UV-Visible, kuvet, Gelas ukur, pipet Gondok, labu ukur, botol semprot, kertas tissue.

Bahan: Kafein, Aquadest

Langkah Kerja

1. Pembuatan Larutan Baku
   a. Sebanyak 50mg kafein murni ditimbang dan dilarutkan dalam 100 ml aquabidest di dalam labu ukur.
   b. Dari larutan di atas buat larutan cafein dengan konsentrasi 50ppm, 100ppm, 150ppm, 200ppm, dan 250ppm, dengan proses pengenceran
2. Penentuan panjang gelombang maksimal
   a. Nyalakan spektrofotometer dan biarkan sekitar 15 menit supaya stabil
   b. Lakukan proses *auto zero* dengan menggunakan air sebagai blanko yang disimpan pada kuvet dan biarkan kuvet tersebut di dalam spektro.
   c. Gunakan salah satu dari larutan baku yang sudah dibuat (biasanya yang nilainya di tengah) untuk pengujian dengan memasukkan larutan tersebut ke dalam kuvet

d. Lakukan proses scanning pada mode photometric dari 200nm – 400nm (minta petunjuk dari asisten)

e. Cetak atau foto kurva yang terbentuk dan tentukan panjang gelombang maksimal.

3. Pembuatan kurva baku

a. Set spektro pada mode quantity dan tetapkan panjang gelombang sesuai hasil proses sebelumnya.

b. Lakukan pengukuran serapan (absorbansi) untuk masing-masing larutan baku, catat setiap harga serapan untuk tiap larutan

c. Buat kurva standar antara konsentrasi (ppm) vs absorbansi (A), tentukan persamaan garis dengan metoda regresi linier

4. Penetapan kadar sampel

a. Masukkan sample yang berupa larutan ke dalam kuvet (bila sample padatan larutkan dahulu dengan aquades)

b. Ukur serapan pada panjang gelombang maksimal, kisaran Absorban yang terbaca pada spektrofotometer hendaklah antara 0,2-0,8 atau 15% sampai 70% jika dibaca sebagai transmitans. Bila hasil diluar rentang tersebut, lakukan pengenceran (bila terlalu besar harga serapan) atau pekatkan sample (bila harga serapan terlalu kecil). Catat hasil yang diperoleh

c. Hitung kadar sampel dengan memasukkan harga serapan pada persamaan garis kurva standar