

**MODUL PRAKTIKUM
KIMIA ANALISIS**

NAMA :

NPM :

Penyusun:
Kelompok Keilmuan Farmakokimia

SEKOLAH TINGGI FARMASI INDONESIA

2020

TEKNIK PENGGUNAAN ALAT GELAS DAN INSTRUMENT STANDAR LABORATORIUM KIMIA

Tujuan

Mahasiswa mengetahui cara membersihkan, mengeringkan, dan menggunakan berbagai alat gelas yang digunakan di laboratorium kimia, Memperkenalkan pada mahasiswa menyiapkan dan menggunakan instrument standar di laboratorium kimia.

Pendahuluan

Semua alat gelas di laboratorium harus berada dalam kondisi bersih sebelum digunakan. Alat gelas dicuci dengan larutan deterjen menggunakan sikat yang sesuai untuk membersihkannya. Bila masih terdapat kotoran, air panas dan detergen dapat digunakan untuk menghilangkan zat yang menempel pada dasar/dinding gelas. Bila kotoran masih menempel, digunakan larutan asam encer atau basa encer. Larutan kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$) digunakan untuk mengoksidasi lapisan/kotoran yang masih menempel pada alat gelas dengan cara merendam alat tersebut menggunakan larutan diatas. Alat-alat gelas dikatakan bersih jika air dilarutkan pada permukaan gelas, tidak ada sisa cairan yang menempel.

Pengeringan alat gelas dilakukan di dalam oven untuk alat-alat yang tidak kuantitatif. Alat-alat gelas yang mempunyai skala yang digunakan untuk mengukur sejumlah tertentu secara kuantitatif (pengukuran yang akurat), dikeringkan dengan cara meniup alat tersebut dengan udara panas (*blower*).

Cara penggunaan alat akan dijelaskan bertahap sesuai dengan materi praktikum.

Prosedur

A. Alat gelas

1. Alat gelas yang tersedia di lemari anda, dicuci dan dikeringkan

Nama Alat	Jumlah
Tabung reaksi	2
Batang pengaduk	1
Volume pipet	1
Buret	1
Labu ukur	1
Corong gelas	1
Labu Erlenmeyer	3
Beaker glass	3
Gelas ukur	2

2. Dengan menggunakan neraca analitis timbang sejumlah 1,24 gram kalsium karbonat (tanyakan cara penggunaan neraca pada asisten), masukkan ke dalam gelas kimia 250 mL, tambahkan aquadest sejumlah 45,0 mL. Suspensi bagi menjadi 3 bagian (masing-masing 15 mL). Bagian pertama saring menggunakan kertas saring bulat, catat waktu yang diperlukan sampai seluruh endapan terpisah dari filtratnya. Bagian kedua saring dengan kertas saring kembang, catat waktu. Bandingkan filtrat dan endapan pada kertas saring dari kedua cara di atas. (tanyakan asisten cara melipat kertas saring bundar dan kembang)
3. Bagian ketiga masukkan ke dalam tabung sentrifugasi dengan ketinggian $\frac{3}{4}$. Selanjutnya tabung ini diseimbangkan beratnya dengan tabung sentrifus lainnya (teman sekelompok). Lakukan sentrifugasi dengan posisi bersebrangan selama 3 menit. Endapan dipisahkan dari cairannya dengan menggunakan pipet. Bandingkan filtrat hasil sentrifugasi dengan hasil filtrasi
4. Dengan cara menggunakan neraca analitis, timbang natrium klorida sejumlah 1,4520 gram. Larutkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL atau 250 mL.

Larutan ambil secara kuantitatif (tepat) dengan volume pipet, kemudian masukkan ke dalam Labu Erlenmeyer 250mL (lakukan 2 kali).

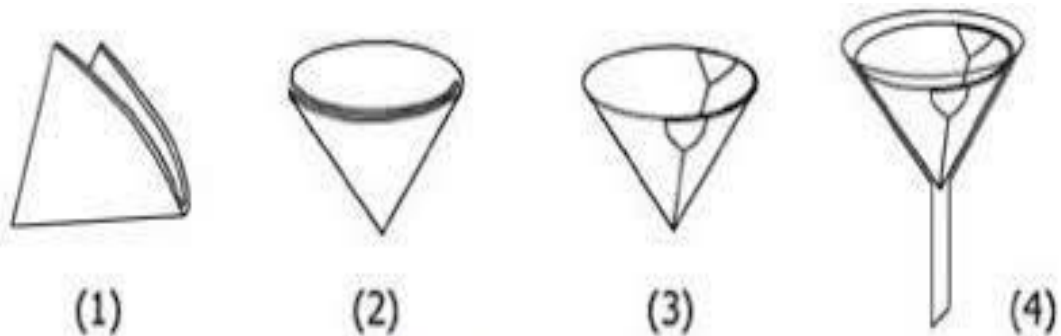
5. Pasang buret pada statip dengan menggunakan klem (posisi buret harus tegak lurus). Isi buret dengan larutan x sampai titik nol (perhatian : bagian bawah buret harus terisi cairan dan tidak bergelembung). Larutan no.4 dititrasi sampai volume dari buret yang dikeluarkan:

I = 20,50 mL

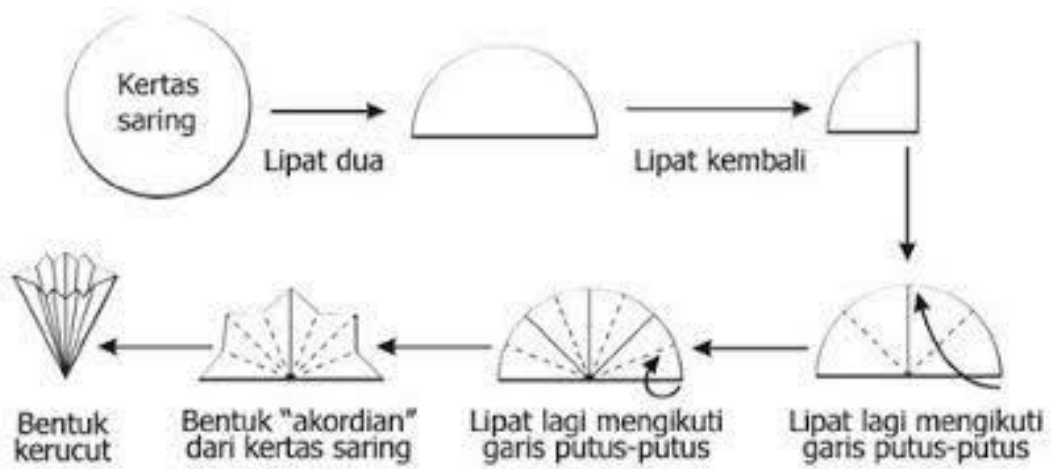
II = 20,35 mL

B. Instrument

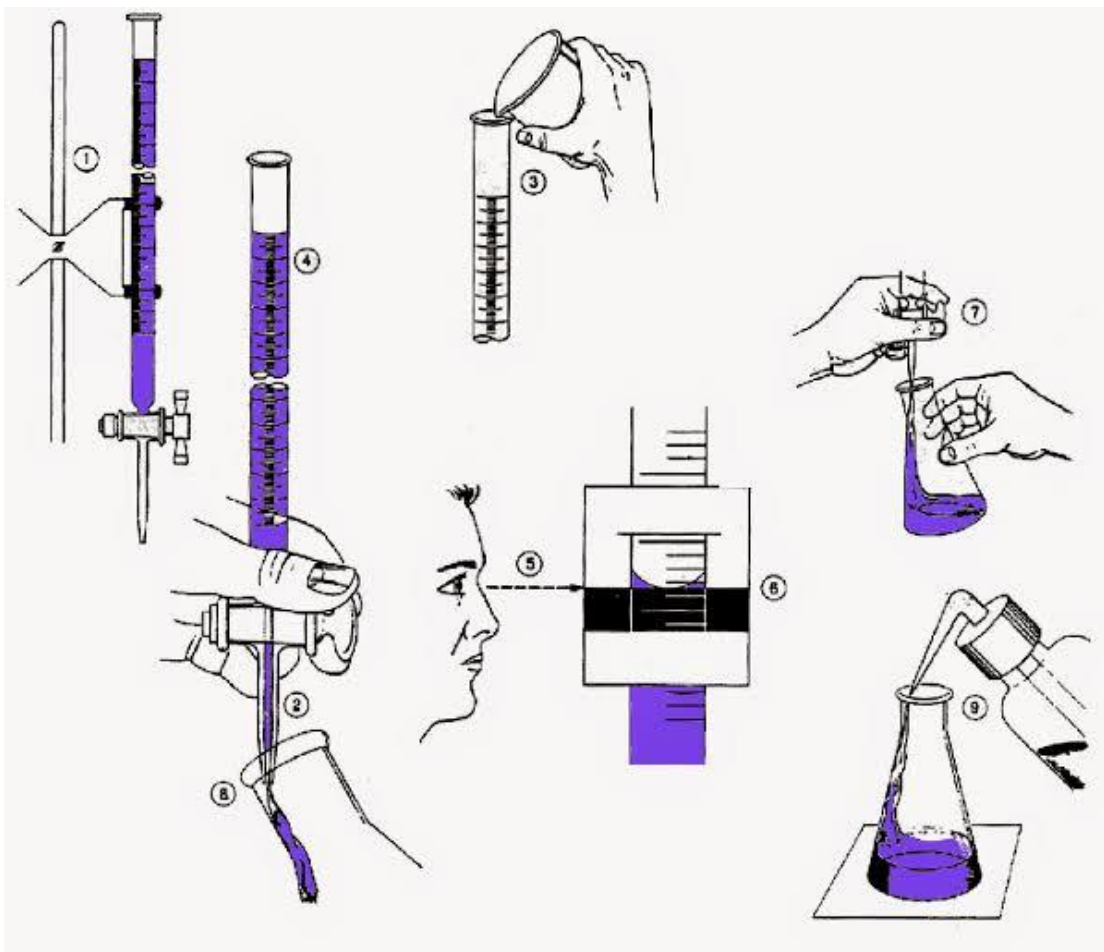
1. Neraca analitik
2. Orbital shaker
3. pH meter
4. Sentrifugasi
5. Spektrofotometri
6. Magnetic Stirrer
7. Oven
8. Autoklaf



Gambar teknik melipat kertas saring 1



Gambar teknik melipat kertas saring 2



IDENTIFIKASI SUATU SENYAWA BERDASARKAN SIFAT-SIFAT KIMIA DAN FISIKA

Tujuan

Mahasiswa dapat mengidentifikasi suatu zat/senyawa dalam larutan berdasarkan sifat kimianya dan dapat mengidentifikasikan suatu zat/senyawa berdasarkan sifat- sifat fisiknya.

Pendahuluan

A. Sifat kimia

Seorang farmasis terkadang harus mengembangkan dan mendisain percobaan untuk mengerti, menerangkan dan memprediksi beberapa fenomena kimiawi, serta pengawasan secara hati-hati dibutuhkan untuk meminimalkan beberapa parameter yang mempengaruhi pengamatan. Ilmuwan mengatur dan mengkategorikan semua data-data dan menganalisis secara sistimatis untuk mengambil suatu kesimpulan. Tapi terkadang suatu kesimpulan tersebut memerlukan perencanaan secara teliti eksperimen-eksperimen berikutnya.

Sasaran atau tujuan pada lingkungan atau research chemis sebagai contoh untuk memisahkan komponen-komponen pada suatu campuran reaksi ataupun hal lain yang dihasilkan dalam laboratorium ataupun ditemukan di alam. Dan juga identifikasi komponen-komponen tunggalnya secara sistimatis atau terkadang dengan cara *trial and error*, diteliti sifat-sifat kimia dan fisiknya.

Pada percobaan ini anda akan mengamati reaksi-reaksi kimia tentang karakteristik beberapa zat kimia pada kondisi tertentu. Setelah mengumpulkan dan menggolongkan data, anda akan diberi zat kimia yang tidak diketahui.

Pengamatan-pengamatan yang akan terlihat berupa perubahan umum disertai satu / lebih hal - hal berikut :

- Timbul ledakan gas mungkin dengan kecepatan yang besar atau secara desis.
- Terbentuknya endapan atau tidak. Secara alami merupakan hal yang penting mungkin berupa kristal atau tidak

- Adanya panas yang dikeluarkan atau yang diserap, reaksi menjadi panas jika eksoterm dan dingin jika endoterm.
- Timbulnya perubahan warna.

Sifat - sifat kimia pada senyawa berikut larut dalam air.

Yang dapat diamati pada bagian A adalah :

Natrium klorida	:	NaCl (aq, garam meja)
Natrium karbonat	:	Na ₂ CO ₃ (aq)
Natrium sulfat	:	Na ₂ SO ₃ (aq)
Air	:	H ₂ O (l)

Pereaksi uji berikut dapat pula digunakan untuk mengidentifikasi dan mengkarakteristik senyawa-senyawa di bawah ini:

Perak nitrat	:	AgNO ₃ (aq)
Natrium hidroksida	:	NaOH (aq)
Asam klorida	:	HCl (aq)

B. Sifat Fisika

Emas berwarna kuning, garam dapur berwarna putih dan berbentuk kristal, timbal bersifat berat, air tidak berwarna, cair, jernih dan mencair pada suhu 0°C dan mendidih pada 100°C. Sifat-sifat fisik dari zat-zat tersebut sering digunakan untuk mengidentifikasi suatu zat dan secara umum meliputi warna, bau, kerapatan, kelarutan, titik leleh, titik didih dan wujud zat (padat, cair atau gas).

1. Kelarutan

Kelarutan suatu zat adalah massa maksimum (biasanya dalam gram) yang dapat larut dalam pelarut pada suhu tertentu. Contoh senyawa garam pada umumnya larut dalam air, tetapi tidak larut dalam gasolin/bensin

2. Kerapatan

Kerapatan suatu zat adalah berat / massa persatuan volume. Suatu zat dengan kerapatan tinggi akan mempunyai massa yang besar dalam volume yang kecil.

3. Titik Leleh

Suatu zat padat yang dipanaskan secara perlahan-lahan akan berubah secara sempurna menjadi fasa cair pada suhu spesifik, hal ini disebut titik leleh.

Prosedur

A. Pengamatan Sifat Kimia

1. Sifat - sifat kimia pada senyawa - senyawa yang diketahui

- **Pengamatan dengan Perak Nitrat**

Siapkan plat tetes yang bersih. Masukkan 5-10 tetes lima macam larutan yang diketahui (senyawa yang diuji disediakan asisten), beri label pada plat tetes A1-A5. Pada tiap larutan di atas masukkan 3 tetes AgNO_3 , (catatan : AgNO_3 , dapat menghitamkan kulit atau noda akibat logam Ag, tidak membahayakan). Amati perubahan kimianya, tambahkan 3 tetes untuk melihat jika perubahannya bertambah. Catat Pengamatanmu!

- **Pengamatan dengan Test Natrium Hidroksida**

Ambil 5-10 tetes 5 larutan yang diketahui (senyawa yang diuji disediakan asisten) pada plat tetes, namanya B1-B5. Pada masing-masing larutan dengan perlahan tambahkan 5-10 tetes larutan NaOH (Catat Pengamatan anda !). Apa yang terjadi ? Periksa apakah timbul gas pada beberapa ujinya. Periksa juga baunya. Apakah terbentuk endapan? Amati dari dekat.

- **Pengamatan dengan Test Asam Hidroklorida**

Ulangi bagian A1 dan namai C1 - C5, gunakan HCl untuk larutan ujinya dan catat pengamatan anda. Periksa apakah timbul gas, baunya, amati dari dekat.

2. Sifat - sifat Kimia dari senyawa yang tidak diketahui

Siapkan plat tetes yang bersih Ambil 5 - 10 tetes lima larutan sampel yang disediakan asisten. Uji masing - masing sampel dengan pereaksi sebelumnya. Amati perubahan yang terjadi dan tentukan senyawanya

B. Pengamatan Sifat Fisika

1. Sifat - sifat Fisika pada senyawa - senyawa yang diketahui

a. Kelarutan

- Kelarutan dalam air

Ke dalam tabung reaksi masukkan 1 mL air, tambahkan sejumlah kecil (seujung spatel) zat padat yang tidak diketahui atau 3 tetes zat cair. (Zat yang diuji disediakan asisten). Catat hasil pengamatan anda !

- Kelarutan dalam etanol dan aseton

Ulangi tes no 1 dengan menggunakan pelarut etanol dan aseton.

(Perhatikan : cegahlah jangan terhisap uapnya, aseton mudah terbakar jauhkan dari nyala api). Jelaskan kelarutan yang tidak diketahui larut atau tidak !

- Kelarutan dalam kloroform

Ulangi tes no 1 dengan menggunakan pelarut kloroform.

(Perhatian: Kloroform merupakan senyawa anestetik/membius juga mudah terbakar).

b. Kerapatan dari cairan yang tidak diketahui

Penentuan massa dan volume

Timbang *beaker* glass kecil secara teliti menggunakan neraca analitis, kemudian masukkan zat cair sebanyak 10 mL dengan menggunakan volume pipet. Tentukan berat total dan hitung kerapatannya.

c. Proses Sublimasi

Timbang 2,00 gram camphora dengan menggunakan neraca analitik. Simpan diatas kaca arloji, tutup kaca arloji dengan corong saring terbalik yang diselimuti kertas tisu basah disekelilingnya kecuali bagian atasnya dibiarkan terbuka sedikit. Tempatkan kaca arloji diatas cawan porselen. Kemudian dipanaskan pada nyala api bunsen hingga diperoleh mendekati titik sublimasi. Ambil camphora yang menempel pada dinding corong dan timbang, hitung persentase kemunian.

Amati sedikit camphora kotor dan hasil sublimasi di bawah mikroskop. Gambarkan dan bandingkan hasilnya.

PENGUJIAN pH DAN DAPAR

Pendahuluan

Keasaman suatu larutan ditentukan dengan harga pH (*power Hidrogen*), dimana pengujian ditentukan berdasarkan pada jumlah (konsentrasi) dari ion hidrogen (H^+) yang terdapat dalam larutan, atau berdasarkan konsentrasi ion hidronium (OH^-) untuk senyawa basa. Harga keasaman berada pada rentang 1-14. Harga pH 7 menyatakan larutan netral yang artinya tidak mengandung ion H^+ atau pun ion OH^- , atau keduanya berada dalam jumlah yang ekuivalen. Senyawa asam akan memiliki harga pH <7 dan senyawa basa memiliki harga pH >7 .

Pengujian keasaman atau kebasaan dapat dilakukan dengan menggunakan kertas lakmus berdasarkan pada perubahan warna kertas lakmus tersebut, dimana pada suasana asam kertas lakmus akan berwarna merah dan pada suasana basa akan berwarna biru. Pengukuran harga pH dapat dilakukan menggunakan kertas pH indikator universal atau untuk pengukuran yang akurat dilakukan dengan menggunakan pH meter.

Beberapa senyawa asam atau basa organik lemah dapat berubah warna pada suasana keasaman dan harga pH yang berbeda, sehingga dapat digunakan untuk identifikasi atau pengukuran keasaman, senyawa-senyawa tersebut disebut indikator. Beberapa indikator memiliki perubahan dan rentang pH seperti berikut ini:

Indikator	Pelarut	Warna Asam	Warna Basa	Daerah pH
Biru timol	Air	Merah	Kuning	1,3 – 3,0
Kuning metil	Etanol 90%	Merah	Kuning	2,9 – 3,0
Jingga metil	Air	Merah	Kuning jingga	3,1 – 4,4
Biru bromfenol	Air	Kuning	Merah jambu	3,0 – 4,6
Hijau bromkesol	Air	Kuning	Biru	4,8 – 5,4
Metil merah	Air	Merah	Kuning	4,2 – 6,2
Biru bromtimol	Air	Kuning	Biru	6,0 – 7,6
Merah fenol	Air	Kuning	Merah	6,4 – 8,0

Fenolftalein	Etanol 90%	Tak berwarna	Merah ungu	8,0 – 10,0
Timolftalein	Etanol 90%	Tak berwarna	Biru	8,3 – 10,5

Prosedur

1. Penggunaan pH meter

Nyalakan pH meter. Bilas dengan aquades bagian elektroda kaca kemudian keringkan dengan kertas tisu (Hati-hati : elektroda kaca mudah pecah). Lakukan kalibrasi dengan cara masukkan elektroda pada larutan buffer pH 4, pijit tombol cal tunggu sampai menunjukkan angka 4,01 yang telap. Bilas dan keringkan kembali elektroda kaca dengan aquades. Lakukan kalibrasi kembali dengan larutan buffer pH 7 dan pH 9. setelah selesai bilas elektroda dengan aquadest dan celupkan dalam larutan uji pijit tombol pH biarkan sampai angka diam tetap tidak berubah-ubah lagi, atau celupkan pada aquades bila tidak sedang dipakai (elektroda kaca jangan dibiarkan kering terlalu lama).

2. Pembuatan larutan uji

Buat larutan HCl 0,1 M dan larutan NaOH 0,1M dalam labu ukur, ukur masing-masing pH larutan dengan pH meter. Lakukan pengenceran dari masing-masing larutan di atas dengan cara ambil 10 mL kemudian tambahkan aquades sampai 100 mL dalam labu ukur. Lakukan pengenceran yang sama dari larutan kedua.

3. Identifikasi menggunakan lakmus

Masukkan masing-masing larutan yang dibuat pada plat tetes, beri label. Kedalam masing-masing larutan uji dengan kertas lakmus merah dan biru. Amati perubahan warna lakmus.

4. Penentuan harga pH dengan pH universal dan uji indikator

Masing-masing larutan diatas masukkan ke dalam tabung reaksi, beri label, kemudian celupkan pH universal, tentukan harga pH dengan cara membandingkan perubahan wana pH universal dengan standar.

Masukkan 3-5 tetes indikator warna kedalam tabung reaksi diatas dan amati perubahan warna yang terjadi. Indikator yang digunakan metil red, metil orange, brom timol blue dan phenoptalein. (lakukan per kelompok).

ANALISIS ANION DAN KATION

Kation adalah ion yang bermuatan positif, sedangkan anion adalah ion yang bermuatan negatif. Ion satu dengan lainnya dapat dibedakan karena tiap ion mempunyai reaksi kimia spesifik. Kation dan anion merupakan penyusun suatu senyawa, sehingga untuk menentukan jenis zat atau senyawa tunggal secara sederhana dapat dilakukan dengan menganalisis jenis kation dan anion yang dikandungnya.

Reagensia golongan yang dipakai untuk klasifikasi kation yang paling umum adalah asam klorida, hidrogen sulfida, ammonium sulfida, dan ammonium karbonat. Klasifikasi ini didasarkan atas apakah suatu kation bereaksi dengan reagensia-reagensia ini dengan membentuk endapan atau tidak. Jadi boleh dikatakan, bahwa klasifikasi kation yang paling umum didasarkan atas perbedaan kelarutan dari klorida, sulfida, dan karbonat dari kation tersebut.

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

Golongan I : kation golongan ini membentuk endapan dengan asam klorida encer.

Golongan II : kation golongan ini tidak bereaksi dengan asam klorida, tetapi membentuk endapan dengan hydrogen sulfida dalam suasana asam mineral encer.

Golongan III : kation golongan ini tak bereaksi dengan asam klorida encer, ataupun dengan hydrogen sulfida dalam suasana asam mineral encer. Namun, kation ini membentuk endapan dengan ammonium sulfida dalam suasana netral atau amoniak.

Golongan IV : kation golongan ini tak bereaksi dengan reagensia golongan I, II, III. Kation-kation ini membentuk endapan dengan amonium karbonat dengan adanya amonium klorida, dalam suasana netral atau sedikit asam.

Golongan V : kation-kation yang umum, yang tidak bereaksi dengan reagensia-reagensia golongan sebelumnya, merupakan golongan kation yang terakhir.

Pemisahan anion-anion yang memungkinkan adalah menggolongkannya dalam golongan-golongan utama, berdasarkan pada kelarutan garam peraknya, garam kalsium atau bariurnya dan garam zinknya.

Uji pendahuluan yang dilakukan terhadap sampel yang dianalisis dapat memberikan petunjuk yang sangat penting dan akan memudahkan analisis lebih lanjut. Untuk beberapa ion tertentu uji pendahuluan sudah memberikan kepastian. Beberapa uji pendahuluan yang akan kita kerjakan dalam praktikum kali ini adalah:

1. Uji pendahuluan secara organoleptis
2. Uji pendahuluan untuk kation
3. Uji pendahuluan untuk anion

1. Uji pendahuluan secara organoleptis

Bentuk : Perhatikan bentuk dari sampel apakah berupa padatan atau larutan. Bila sampel berupa padatan atau kristal perhatikan bentuknya secara mikroskopis.

Warna : Perhatikan warna padatan atau larutan

Padatan:

Merah : Pb_3O_4 , HgO , HgI_2 , HgS , Sb_2S_3 , CrO_3 , $\text{K}_3(\text{Fe}(\text{CN})_6)$

Merah jingga : $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Merah keunguan : CdS , As_2S_3 , PbI_2 , $\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6)$, KCrO_4 , FeCl_3 ,
 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Hijau : Cr_2O_3 , Hg_2I_2 , $\text{Cr}(\text{OH})_3$, garam-garam ferro (Fe^{2+}),
garam-garam nikel (Ni^{2+}), CuCO_3 , $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,
 $\text{CuCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

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

Coklat : PbO_2 , CdO , Fe_3O_4 , Fe_2O_3 , $\text{Fe}(\text{OH})_3$;

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

Larutan:

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

Merah jingga : $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$

Kuning	: CrO_4^{2-} , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$, Fe^{3+}
Hijau	: Ni^{2+} , Fe^{2+} , Cr^{3+}
Biru	: Cu^{2+} (dari garam-garam terhidrat)
Ungu	: MnO_4^-

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.

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

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

2. Uji pendahuluan untuk kation

A. Uji nyala

Uji nyala adalah pemeriksaan sampel dengan membakarnya pada nyala oksidasi atau reduksi pembakar Bunsen. Tiap-tiap uap senyawa logam akan memberikan warna nyala yang khas (lihat tabel 1.1)

Tabel 1.1 Warna Nyala Beberapa Unsur Logam

Unsur	Warna nyala tanpa kaca kobalt	Warna nyala dengan kaca kobalt
Natrium	Kuning	Tidak berwarna
Kalium	Ungu	Merah padam
Kalsium	Merah bata	Hijau muda
Stronsium	Merah padam	Ungu
Barium	Hijau kekuningan	Hijau kebiruan
Litium	Merah karmin	Tidak berwarna
Tembaga	Hijau kebiruan	Tidak berwarna
As, Sb, Bi, Pb	Biru keabuan	Tidak berwarna

Langkah kerja:

- a) Letakkan 3-4 mg zat di atas kaca arloji, basahi dengan sedikit HCl pekat.
- b) Kawat platina atau Ni-Cr yang melingkari batang gelas dibersihkan dengan mencelupkan ke dalam larutan HCl pekat, lalu bakar pada nyala oksidasi. Lakukan beberapa kali sampai nyala api tidak berwarna.
- c) Kawat yang telah bersih dicelupkan ke dalam sampel, lalu bakar pada nyala api tak bercahaya.
- d) Amati warna yang muncul.

Perhatian:

Warna nyala natrium menutupi nyala logam-logam lain, sehingga bila dalam sampel terdapat natrium maka warna nyala logam lainnya dapat diamati dengan memandang nyala melalui lapisan kaca kobalt yang akan menyerap warna natrium dan warna-warna lainnya.

B. Identifikasi kation secara langsung

A. Kation golongan I (Ag^+ , Hg^+ , Pb^+ , Hg^{2+})

	Larutan Uji		Larutan Pereaksi
1	AgNO_3	+	$\text{HCl} + \text{NH}_4\text{OH}$
	AgNO_3	+	K_2CrO_4
2	$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$	+	$\text{HCl} + \text{NH}_4\text{OH}$
	$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$	+	K_2CrO_4
3	Hg_2Cl_2	+	KI
	Hg_2Cl_2	+	$\text{NH}_4\text{OH} (21\%)$
	Hg_2Cl_2	+	$\text{NaOH} (1 \text{ N})$
4	HgCl_2	+	KI
	HgCl_2	+	$\text{NH}_4\text{OH} (21\%)$
	HgCl_2	+	$\text{NaOH} (1 \text{ N})$

B. Kation golongan II (Ba^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+})

	Larutan Uji		Larutan Perekasi
1	$\text{Bi}(\text{NO}_3)_2$	+	KI + KI berlebih
	$\text{Bi}(\text{NO}_3)_2$	+	NaOH
2	CuSO_4	+	KI
	CuSO_4	+	NaOH
3	FeSO_4	+	NaOH
	FeSO_4	+	NH_4OH (21%)
	FeSO_4	+	$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$
4	FeCl_3	+	NaOH
	FeCl_3	+	NH_4OH (21%)
	FeCl_3	+	NH_4SCN

C. Kation golongan III (Al^{3+} , Zn^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , Ca^{2+})

	Larutan Uji		Larutan Perekasi
1	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	+	NH_4OH
	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	+	Na_2HPO_4
2	ZnSO_4	+	NH_4OH
	ZnSO_4	+	Na_2HPO_4
3	BaCl_2	+	H_2SO_4
	BaCl_2	+	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$
	BaCl_2	+	K_2CrO_4
4	CaCl_2	+	H_2SO_4
	CaCl_2	+	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$
	CaCl_2	+	K_2CrO_4
5	MgSO_4	+	NaOH
6	NH_4Cl	+	NaOH

3. Uji pendahuluan untuk anion

A. Pengujian anion dengan H₂SO₄ encer

Zat	Warna Gas	Bau Gas	Gas yang terjadi	Reaksi untuk 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 ₂ Cr ₂ O ₇ ⁺ asam
S ₂ O ₃ ²⁻	Tidak berwarna	Menusuk	SO ₂ + S	Menghijaukan kertas saring yang dibasahi K ₂ Cr ₂ O ₇ ⁺ asam. Ada endapan S
S ²⁻	Tidak berwarna	Telur busuk	H ₂ S	Menghitamkan kertas Pb asetat. Terjadi endapan S
CH ₃ COOH	Tidak berwarna	Cuka	CH ₃ COOH	-
H ₂ O ₂ , CO ₂ , Na ₂ O ₂	Tidak berwarna	-	O ₂	Menyalakan bara api
NO ₂	Coklat kemerah-merahan	Menusuk	NO ₂	Dengan kertas KI atau kanji membentuk warna hitam kebiru-biruan
NaOCl CaOCl ₂ (kaporit)	Hijau kekuning-kuningan	Menusuk	Cl ₂	Kertas lakmus biru berubah menjadi merah kemudian luntur. Dengan kertas KI/kanji membentuk warna biru
SO ₂ dari tiosianat	Tidak berwarna	Menusuk	SO ₂	Didihkan, membentuk larutan berwarna kuning (menghilangkan warna fuksin)

B. Identifikasi anion secara langsung

1. Anion golongan I (Cl^- , Br^- , SO_4^{2-} , SO_3^{2-})

	Larutan Uji		Larutan Perekasi
1	NaCl	+	AgNO ₃
	NaCl	+	H ₂ SO ₄
2	KBr	+	AgNO ₃ + HNO ₃
3	Na ₂ SO ₄	+	BaCl ₂ + HCl
	Na ₂ SO ₄	+	AgNO ₃
	Na ₂ SO ₄	+	Pb(CH ₃ COO) ₂
4	Na ₂ SO ₃	+	HCl
	Na ₂ SO ₃	+	BaCl ₂

2. Anion golongan II ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, S^{2-} , PO_4^{3-} , CrO_4^{2-} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$)

	Larutan Uji		Larutan Perekasi
1	Na ₂ S ₂ O ₃	+	BaCl ₂
	Na ₂ S ₂ O ₃	+	HCl
	Na ₂ S ₂ O ₃	+	AgNO ₃
	Na ₂ S ₂ O ₃	+	FeCl ₃
2	Na ₂ S	+	HCl
	Na ₂ S	+	AgNO ₃
3	H ₃ PO ₄	+	AgNO ₃
	H ₃ PO ₄	+	BaCl ₂
4	K ₂ CrO ₄	+	H ₂ SO ₄
	K ₂ CrO ₄	+	AgNO ₃
5	K ₂ Cr ₂ O ₇	+	H ₂ SO ₄
	K ₂ Cr ₂ O ₇	+	AgNO ₃

3. Anion golongan III (CH_3COO^- , NO_2^- , CO_3^{2-} , NO_3^-)

	Larutan Uji		Larutan Perekasi
1	CH_3COONa	+	H_2SO_4 , panaskan
	CH_3COONa	+	AgNO_3
	CH_3COONa	+	FeCl_3
2	NaNO_2	+	HCl
	NaNO_2	+	AgNO_3
	NaNO_2	+	$\text{FeSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$
	NaNO_2	+	$\text{KMnO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$
3	Na_2CO_3	+	HCl
	Na_2CO_3	+	BaCl_2
4	NaNO_3	+	HCl
	NaNO_3	+	$\text{FeSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$
	NaNO_3	+	H_2SO_4

FORMAT LAPORAN JURNAL

I. TUJUAN

II. PRINSIP

III. PROSEDUR

IV. DATA PENGAMATAN

No	Lar pereaksi	Hasil reaksi	Prediksi sampel	Pereaksi spesifik	Kesimpulan

IDENTIFIKASI KATION

Tujuan

Mahasiswa dapat mengidentifikasi dengan tepat kation yang terdapat dalam larutan sampel

Petunjuk

Setelah melalui praktikum pendahuluan tentang kation dan anion, dan mempelajari reaksi-reaksi kimia yang dapat terjadi pada setiap kation dan anion. Pada praktikum modul ini, mahasiswa diharapkan dapat mengidentifikasi anion dan kation dalam sampel.

Pada praktikum ini mahasiswa akan diberikan sampel dan kemudian melakukan analisis untuk mengetahui komponen kation apa saja yang terkandung dalam sampel tersebut, dalam sampel, kemungkinan akan terdapat dua atau lebih kation. Mahasiswa dapat mengidentifikasi sampel dengan mereaksikan sampel dengan larutan pereaksi seperti pada praktikum pendahuluan atau dengan uji nyala. Hasil reaksi dapat berupa terbentuknya endapan (putih atau berwarna), gas (berbau/tidak), atau warna nyala. Mahasiswa harus dapat membedakan antara kation satu dengan yang lain dan dapat menunjukkan reaksi yang spesifik untuk setiap kation yang terdapat dalam sampel.

Alat dan bahan

Alat:

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

Bahan:

1. Larutan sampel
2. Larutan pereaksi kation

IDENTIFIKASI ANION

Tujuan

Mahasiswa dapat mengidentifikasi dengan tepat anion yang terdapat dalam larutan sampel

Petunjuk

Setelah melalui praktikum pendahuluan tentang kation dan anion, dan mempelajari reaksi-reaksi kimia yang dapat terjadi pada setiap kation dan anion. Pada praktikum modul ini, mahasiswa diharapkan dapat mengidentifikasi anion dan kation dalam sampel.

Pada praktikum ini mahasiswa akan diberikan sampel dan kemudian melakukan analisis untuk mengetahui komponen anion apa saja yang terkandung dalam sampel tersebut, dalam sampel, kemungkinan akan terdapat dua atau lebih anion. Mahasiswa dapat mengidentifikasi sampel dengan mereaksikan sampel dengan larutan pereaksi seperti pada praktikum pendahuluan atau mereaksikannya dengan H_2SO_4 encer. Hasil reaksi dapat berupa terbentuknya endapan (putih atau berwarna), gas (berbau/tidak), atau warna gas. Mahasiswa harus dapat membedakan antara anion satu dengan yang lain dan dapat menunjukkan reaksi yang spesifik untuk setiap anion yang terdapat dalam sampel.

Alat dan bahan

Alat:

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

Bahan:

1. Larutan sampel
2. Larutan pereaksi anion

FORMAT LAPORAN JURNAL

I. TUJUAN

II. PRINSIP

III. PROSEDUR

IV. DATA PENGAMATAN

No	Lar pereaksi	Hasil reaksi	Prediksi sampel	Pereaksi spesifik	Kesimpulan

TITRASI ASAM BASA

Tujuan

Menentukan kadar suatu senyawa asam atau basa yang terdapat dalam suatu sampel.

Teori

Titration asam basa bertujuan menetapkan kadar suatu sampel asam dengan mentitrasinya dengan larutan baku basa (alkalimetri) atau sampel basa dengan larutan baku asam (asidimetri).

Asidimetri dan alkalimetri termasuk reaksi netralisasi yakni reaksi antara ion hidrogen yang berasal dari asam dengan ion hidroksida yang berasal dari basa untuk menghasilkan air yang bersifat netral. Netralisasi dapat juga dikatakan sebagai reaksi antara pemberi proton (asam) dengan penerima proton (basa).

Beberapa senyawa yang ditetapkan kadarnya secara asidi-alkalimetri dalam Farmakope Indonesia Edisi IV adalah : amfetamin sulfat dan sediaan tabletnya, ammonia, asam asetat glacial, asam asetil salisilat, asam benzoate, asam fosfat, asam klorida, asam nitrat, asam retinoat, asam salisilat, asam sitrat, asam sorbet, asam sulfat, asam tartrat, asam undesilenat, benzyl benzoate, busulfan dan sediaan tabletnya, butyl paraben, efedrin dan sediaan tabletnya, etanzinamida, etil paraben, etisteron, ekuinin, furosemda, glibenklamid, kalamina, ketoprofen, kloralhidrat, klonidin hidroklorida, levamisol HCl, linestrenol, magnesium hidroksida, magnesium oksida, meprobumat, metenamin, metil paraben, metil salisilat, naproksena, natrium bikarbonat serta sediaan tablet dan injeksinya, natrium hidroksida, natrium tetraborat, neotigmin metilsulfat, propil paraben, propin tiourasil, sakarin natrium, dan zink oksida.

Larutan-larutan

1. Larutan baku primer : $\text{H}_2\text{CO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N
2. Larutan baku sekunder : NaOH 0,1 N
3. Larutan baku sampel : asam klorida; asam salisilat

Langkah Kerja

a. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan larutan baku primer $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N

Timbang dengan teliti $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan, kemudian masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, larutkan dengan aquades sampai tepat tanda batas, tutup labu ukur dan kocok sampai homogen.

2. Pembuatan larutan baku sekunder NaOH 0,1 N

Larutkan kurang lebih 25 gram NaOH ke dalam 25 mL aquades dalam botol tertutup gabus dilapisi plastik, jika perlu dekantasi. Sementara itu panaskan 1 L aquades didihkan 5-10 menit (sejak mendidih). Kemudian dinginkan dan masukkan ke dalam botol yang tertutup plastic. Dengan menggunakan pipet ukur ambil 6,5 mL larutan NaOH tersebut (bagian yang jernih) masukkan ke dalam botol yang berisi aquades yang telah didihkan tadi. Beri etiket setelah botol dikocok. Bakukan NaOH ini dengan larutan asam.

3. Pembuatan indikator Phenolphthalein

1 g phenolphthalein dilarutkan dalam 100 mL etanol 70%.

b. Pembakuan

Pembakuan larutan NaOH dengan $\text{H}_2\text{CO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

1. Masukkan larutan NaOH ke dalam buret, sebelumnya dibilas dulu dengan larutan NaOH tersebut.
2. Pipet 10 mL asam oksalat dengan volume pipet dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, kemudian tambahkan 1-2 tetes phenolphthalein.
3. Titrasi larutan asam oksalat dengan NaOH sampai terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi rose muda. Catat volume NaOH yang dikeluarkan.
4. Lakukan titrasi minimal duplo (dua kali)

c. Penetapan Sampel

1. Penetapan Kadar HCl

- a. Sample yang mengandung HCl, masukkan ke dalam Erlenmeyer, tambahkan 1-2 tetes indikator phenolphthalein.

- b. Titrasi larutan tersebut dengan NaOH, sampai terjadi perubahan warna menjadi rose muda dan catat volume NAOH yang dikeluarkan.
 - c. Lakukan titrasi minimal duplo.
 - d. Hitunglah kadar HCl dari sampel.
2. Penetapan kadar asam salisilat

Lebih kurang 250 mg sampel yang ditimbang seksama, larutkan dalam 15 mL etanol 95% netral. Tambahkan 20 mL air. Titrasi dengan NaOH 0,1 N menggunakan indikator pp, hingga larutan berubah menjadi merah muda.

Note :

Pembuatan etanol netral :

Ke dalam 15 mL etanol 95% tambahkan 1 tetes merah fenol kemudian tambahkan bertetes-tetes NaOH 0,1 N hingga larutan berwarna merah.

FORMAT LAPORAN JURNAL

1. TUJUAN

Tuliskan tujuan praktikum yang akan dikerjakan secara jelas dan singkat (sebutkan senyawa yang akan diuji)

2. PRINSIP

Tuliskan prinsip dasar dari proses yang akan dikerjakan

3. REAKSI

Tuliskan reaksi yang akan terjadi pada praktikum (tuliskan semua kemungkinan yang mungkin terjadi bila ada banyak sampel)

4. PROSEDUR

Tuliskan dalam bentuk diagram alir

5. HASIL PENGAMATAN DAN PERHITUNGAN

Pengamatan :

a. Pembuatan larutan baku primer

Penimbangan baku primer (*tuliskan senyawanya*)

Dilartukan sampai mL

b. Pembuatan larutan baku sekunder

Penimbangan baku sekunder

Dilartukan sampai mL

c. Pembakuan

Titration ke	Volume baku sekunder (mL)
1	
2	
3	
Rata-Rata	

d. Penetapan kadar sampel

Titrasi ke	Volume baku sekunder (mL)
1	
2	
3	
Rata-Rata	

Perhitungan :

a. Penentuan Kadar Baku Primer

Massa baku Primer (*tuliskan senyawanya*) yang ditimbang :

Mr baku primer:

Tuliskan rumus dan lakukan perhitungan

Jadi, kadar baku primer (*tuliskan senyawanya*) adalah M

b. Pembakuan

Kadar baku primer (*tuliskan senyawanya*) : M

Volume titran sebesar..... mL

$$V_1N_1 = V_2N_2$$

Tuliskan perhitungan

Jadi, kadar baku sekunder (*tuliskan senyawanya*) adalah M

c. Perhitungan Kadar sample

Kadar baku sekunder (*tuliskan senyawanya*) :M

Volume titran sebesar mL

$$V_1N_1 = V_2N_2$$

Tuliskan perhitungan

Jadi, kadar sampel (*tuliskan senyawanya*) adalah M

ARGENTOMETRI

Tujuan

Menentukan kadar halogen atau pseudo halogen pada suatu campuran

Teori

Argentometri merupakan metode umum untuk menetapkan kadar halogenida dan senyawa-senyawa lain yang membentuk endapan dengan perak nitrat (AgNO_3) pada suasana tertentu. Metode argentometri disebut juga dengan metode pengendapan karena pada argentometri memerlukan pembentukan senyawa yang relative tidak larut atau endapan.

Metode argentometri yang lebih luas lagi digunakan adalah metode titrasi kembali. Perak nitrat (AgNO_3) berlebihan ditambahkan ke sampel yang mengandung ion klorida atau bromide. Sisa AgNO_3 , selanjutnya dititrasi kembali dengan ammonium tiosianat menggunakan indikator besi (III) ammonium sulfat.

Titration Argentometri terbagi menjadi beberapa metoda penetapan disesuaikan dengan indikator yang diperlukan dalam penetapan kadar, diantara metoda tersebut adalah:

1. Metode Mohr : Metode ini dapat digunakan untuk menetapkan kadar klorida dan bromide dalam suasana netral dengan larutan baku perak nitrat dengan penambahan larutan kalium kromat sebagai indikator. Pada permulaan titrasi akan terjadi endapan perak nitrat klorida dan setelah mencapai titik ekuivalen, maka penambahan sedikit perak nitrat akan bereaksi dengan kromat dengan membentuk endapan dengan kromat yang berwarna merah.
2. Metode Volhard : Perak dapat ditetapkan secara teliti dalam suasana asam dalam larutan baku kalium atau ammonium tiosianat, kelebihan tiosianat dapat ditetapkan secara jelas dengan garam besi (III) nitrat atau besi (III) ammonium sulfat sebagai indikator yang membentuk warna merah dari kompleks besi (III) tiosianat.

3. Metode Fajans: pada metode ini digunakan indikator absorpsi, sebagai kenyataan bahwa pada titik ekuivalen indikator terabsorpsi oleh endapan. Indikator ini tidak memberikan perubahan warna kepada larutan, tetapi pada permukaan endapan. Pada praktikum ini hanya akan dilakukan menggunakan metoda Mohr untuk penetapan kadar halogen (klorida)

Larutan - larutan

1. NaCl 0,03 N
2. AgNO₃ 0,03N
3. Indikator K₂CrO₄

Langkah Kerja

a. Pembuatan Larutan-Larutan

1. Larutan Baku Primer NaCl 0,03 N

NaCl dikeringkan dahulu dalam oven pada temperature 500-600°C, kemudian simpan dalam desikator. Setelah dingin kemudian ditimbang dengan teliti sebanyak yang dibutuhkan dan larutkan dalam aquadest sebanyak yang dibutuhkan.

2. Larutan Baku Sekunder

Larutkan AgNO₃ dengan aquadest, simpan dalam botol coklat.

3. Indikator K₂CrO₄

Larutan 5% b/v, diambil 1 mL untuk volume air 50-100 mL. Apabila padatan buat larutan K₂CrO₄ 0,1 % dengan melarutkan K₂CrO₄ dengan aquadest.

b. Pembakuan

Pipet 10 mL NaCl, masukkan ke dalam Erlenmeyer tambahkan 4-5 tetes indikator K₂CrO₄ kemudian dititrasi dengan larutan AgNO₃ (dikocok cepat terutama menjelang titik akhir titrasi), sampai terbentuk endapan merah bata. Catat volume AgNO₃, lakukan titrasi minimal duplo.

c. Penetapan Sampel

Pipet 10 mL larutan sampel, masukkan ke dalam Erlenmeyer, tambahkan 4-5 tetes larutan indikator K_2CrO_4 , kemudian titrasi dengan larutan $AgNO_3$ sampai terbentuk endapan merah bata.

Catat volume $AgNO_3$, lakukan titrasi minimal duplo.

KOMPLEKSOMETRI

Tujuan

Menentukan kadar suatu logam dalam campuran

Teori

Titration 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)

Titration 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 titration kompleks biasa seperti di atas, dikenal pula kompleksometri yang dikenal sebagai titration kelatometri, seperti yang menyangkut penggunaan EDTA. Gugus yang terikat pada ion pusat, disebut ligan, dan dalam larutan air, reaksi dapat dinyatakan oleh persamaan : $\text{M}(\text{H}_2\text{O})_n + \text{L} = \text{M}(\text{H}_2\text{O})_{(n-1)} \text{L} + \text{H}_2\text{O}$

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

Larutan - larutan

1. Larutan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0,05 M
2. Na_2EDTA 0,05 M
3. Larutan Dapar Salmak pH 10

Langkah Kerja

a. Pembuatan Larutan

1. Larutan baku primer $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0,05 M

Timbang dengan teliti $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 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 $10 \pm 0,1$.

- Indikator

- a) Eriochrom Black T (EBT)

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

- b) Murexide

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

b. Pembakuan Na_2EDTA dengan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Pipet 10 mL larutan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 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 duplo.

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 $40^\circ C$ 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.

PERMANGANOMETRI

Tujuan

Menentukan kadar senyawa reduktor

Teori

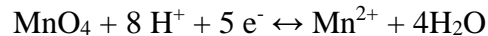
Titration permanganometri adalah salah satu bagian dari titration redoks (reduksi-oksidasi). Reaksinya adalah merupakan serah terima elektron yaitu elektron diberikan oleh pereduksi (proses oksidasi) dan diterima oleh pengoksidasi (proses reduksi). Oksidasi adalah pelepasan elektron oleh suatu zat, sedangkan reduksi adalah pengambilan elektron oleh suatu zat. Reaksi oksidasi ditandai dengan bertambahnya bilangan oksidasi sedangkan reduksi sebaliknya.

Kalium permanganat secara luas digunakan sebagai larutan standar oksidimetri dan ia dapat bertindak sebagai indikatornya sendiri (autoindikator). Perlu diketahui bahwa larutan Kalium permanganat sebelum digunakan dalam proses permanganometri harus distandarisasi terlebih dahulu, untuk menstandarisasi kalium permanganat dapat dipergunakan zat reduktor seperti asam oksalat, natrium oksalat, kalium tetra oksalat, dan lain-lain.

Larutan Kalium permanganat yang telah distandarkan dapat dipergunakan dalam 3 jenis titration, yaitu:

- a. Dipergunakan dalam suasana asam untuk titration langsung kation-kation atau ion-ion yang dapat dioksidasi. Zat-zat tersebut antara lain adalah Fe^{2+} , Sn^{2+} , V^{2+} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, SO_3 , H_2O_2 , Mo^{3+} , Ti^{3+} , As^{3+} .

Dalam suasana asam reaksi paro kalium permanganat adalah sebagai berikut:



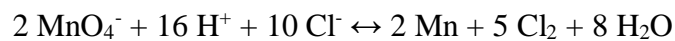
potensial standar dalam larutan asam ini adalah sebesar ($E^0 = 1,51$ volt). Jadi kalium permanganat merupakan oksidator yang sangat kuat. Dari persamaan reaksi di atas dapat diketahui bahwa berat ekuivalen (BE) dari KMnO_4 adalah $1/5$ dari berat molekulnya, karena tiap mol kalium permanganat setara dengan 5 elektron sehingga valensinya 5 dan $\text{BE} = 1/5 \text{ BM}$.

- b. Dipergunakan dalam suasana asam untuk titration tidak langsung zat-zat yang dapat direduksi (oksidator). Di dalam tiap-tiap penemuan, sejumlah tertentu reduktor

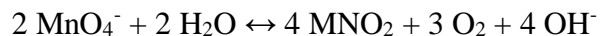
ditambahkan dengan larutan oksidator yang akan dianalisa, setelah reduksi sempurna, kelebihan reduktor dititrasi dengan larutan kalium permanganat standar, beberapa zat yang dapat digunakan dengan cara ini antara lain; MnO_4 , Cr_2O_7 , MnO_2 , Mn_3O_4 , PbO_2 , PbO_3 , PbO_4 , Ce^{4+}

- c. Digunakan dalam suasana netral atau basa untuk menitrasi beberapa zat. Dalam hal ini permanganat direduksi menjadi MnO_2 yang berbentuk endapan. Beberapa zat yang dapat ditentukan dengan cara ini adalah: Mn^{2+} , HCOOOH .

Asam Sulfat merupakan asam yang paling cocok digunakan sebagai pelarutnya karena jika digunakan asam klorida maka kemungkinan akan terjadi reaksi seperti di bawah ini:

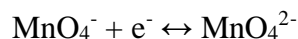


dengan demikian, sebagian permanganatnya digunakan untuk pembentukan klorin. Reaksi ini terutama terjadi dengan garam-garam besi. Adanya mangan dioksida dapat mempercepat peruraian permanganat karena mangan dioksida tersebut memperbanyak pembentukan mangan dioksida sehingga peruraian bertambah cepat. Ion-ion mangan juga dapat beraksi dengan permanganat membentuk mangan dioksida menurut reaksi:

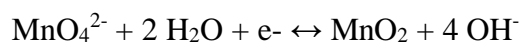


dan sebagaimana dijelaskan diatas, reaksi ini dikatalisis oleh MnO_2 padat.

Kalium permanganat jika digunakan sebagai oksidator dalam larutan alkalis kuat, maka ada 2 kemungkinan reaksi, yaitu pertama: reaksi yang berjalan relatif cepat:



dan reaksi kedua yang berlangsung relatif lambat:



potensial standar reaksi yang pertama $E^0 = 0,56$ volt, sedangkan pada reaksi kedua sebesar $E^0 = 0,60$ volt. Dengan mengatur suasana sebaik-baiknya (misalnya menambah ion barium yang dapat membentuk endapan barium manganat) maka reaksi pertama dapat berjalan baik sekali.

Dalam membuat larutan baku kalium permanganat harus dijaga faktor-faktor

yang dapat menyebabkan penurunan yang besar dari kekuatan larutan baku tersebut, antara lain dengan pemanasan dan penyaringan untuk menghilangkan zat-zat yang mudah dioksidasi.

Alat dan Bahan

- a. Alat : gelas ukur, gelas erlenmeyer, *Ball-pipette*, labu erlemeyer, labu ukur, buret
- b. Bahan: aquadest, KMnO_4 , $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, H_2SO_4

Langkah kerja

1. Pembuatan larutan

- a. Larutan baku primer ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

Buat larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N dengan aquadest dalam labu ukur 100,0 mL.
 $\text{BE} = 1/2 \text{ BM}$, $\text{BM} = 214$

- b. Larutan baku sekunder ($\text{KMnO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) $\text{BE} = 1/5 \text{ BM}$

KMnO_4 merupakan oksidator kuat sehingga harus ditimbang dalam kaca arloji. Buat larutan baku sekunder $\text{KMnO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi 0,1 N sebanyak 1 L dengan aquadest. Larutan dididihkan selama 15-20 menit, kemudian saring dengan *glasswol*. Filtrat ditampung dalam botol bersih bebas lemak dan ditutup. Bila selama penyimpanan terbentuk lagi endapan, maka harus disaring lagi sebelum distandarkan.

2. Pembakuan larutan KMnO_4

Pipet 10 mL asam oksalat, masukkan ke dalam erlenmeyer. Tambahkan 6 mL H_2SO_4 4N, panaskan pada temperatur 80-90°C. Titrasi dengan larutan KMnO_4 sampai terbentuk warna rose. Catat volume KMnO_4 , lakukan titrasi minimal duplo dan hitung sebelum distandarkan.

3. Penetapan sampel

Pipet 10 mL larutan sampel, masukkan ke dalam labu erlemeyer. Tambahkan 6 mL H_2SO_4 4N, panaskan pada temperatur 80-90°C. Titrasi dengan larutan KMnO_4 sampai terbentuk warna rose. Catat volume KMnO_4 , lakukan titrasi minimal duplo dan hitung sebelum distandarkan.

IODOMETRI

Tujuan

Menetapkan kadar suatu senyawa dengan titrasi iodometri

Teori

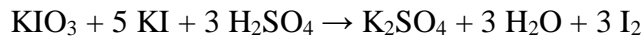
Titration iodometri adalah salah satu titration redoks yang melibatkan iodium. Titration iodometri disebut juga titration tidak langsung yang dapat digunakan untuk menetapkan senyawa-senyawa yang mempunyai potensial oksidasi yang lebih besar daripada sistem iodium-iodida atau senyawa-senyawa yang bersifat oksidator seperti $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Pada iodometri, sampel yang bersifat oksidator direduksi dengan kalium iodida berlebihan dan akan menghasilkan iodium yang selanjutnya dititrasi dengan larutan baku natrium thiosulfat. Banyaknya volume Natrium Thiosulfat yang digunakan sebagai titran setara dengan banyaknya sampel.

Pada titration iodometri perlu diawasi pHnya. Larutan harus dijaga supaya pHnya lebih kecil dari 8 karena dalam lingkungan yang alkalis iodium bereaksi dengan hidoksida membentuk iodida dan hipoyodit dan selanjutnya terurai menjadi iodida dan iodat yang akan mengoksidasi tiosulfat menjadi sulfat, sehingga reaksi berjalan tidak kuantitatif. Adanya konsentrasi asam yang kuat dapat menaikkan oksidasi potensial anion yang mempunyai oksidasi potensial yang lemah sehingga direduksi sempurna oleh iodida. Dengan pengaturan pH yang tepat dari larutan maka dapat diatur jalannya reaksi dalam oksidasi atau reduksi dari senyawa.

Indikator yang digunakan dalam titration ini adalah amylum. Amylum tidak mudah larut dalam air serta tidak stabil dalam suspensi dengan air, membentuk kompleks yang sukar larut dalam air bila bereaksi dengan iodium, sehingga tidak boleh ditambahkan pada awal titration. Penambahan amylum ditambahkan pada saat larutan berwarna kuning pucat dan dapat menimbulkan titik akhir titration yang tiba-tiba. Titik akhir titration ditandai dengan terjadinya hilangnya warna biru dari larutan menjadi bening.

Reaksi

Reaksi pembakuan



$$\text{BE} = \epsilon \text{ mol zat KIO}_3 \sim 1 \text{ mol I}^-$$

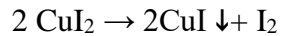
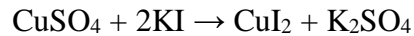
$$1 \text{ mol KIO}_3 \sim 3 \text{ mol I}_2^-$$

$$1 \text{ mol KIO}_3 \sim 6 \text{ mol}$$

$$1/6 \text{ mol KIO}_3 \sim 1 \text{ mol I}^-$$

$$\text{BE KIO}_3 = 1/6 \text{ mol}$$

Reaksi penetapan kadar



$$2 \text{ mol CuSO}_4 \sim 1 \text{ mol I}_2$$

$$2 \text{ mol CuSO}_4 \sim 2 \text{ mol I}^-$$

$$1 \text{ mol CuSO}_4 \sim 1 \text{ mol I}^-$$

$$\text{BE CuSO}_4 = 1 \text{ mol}$$

Alat dan Bahan

- a. Alat : gelas ukur, gelas erlenmeyer, *Ball-pipette*, labu erlemeyer, labu ukur, buret
- b. Bahan : aquadest, KIO_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, Amylum, CuSO_4 , Na_2CO_3

Langkah kerja

1. Pembuatan larutan

- a. Larutan baku primer (KIO_3)

Buat larutan KIO_3 0,1 N dalam labu ukur 100,0 mL.

- b. Larutan baku sekunder ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

Buat larutan baku sekunder dengan konsentrasi 0,1 N sebanyak 1 L dengan aquadest yang telah dididihkan, tambahkan 0,1 g Na_2CO_3 , diamkan selama satu hari sebelum dibakukan, bila perlu didekantasi.

c. Larutan indikator amylum 1%

Buat pasta 1 g amylum dalam sedikit air. tuangkan pasta tersebut dalam 100 mL air mendidih sambil diaduk terus, dinginkan.

2. Pembakuan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Pipet 10 mL KIO_3 , masukkan ke dalam erlenmeyer. Tambahkan 2 mL H_2SO_4 2N dan 1 g kalium iodida, titrasi cepat-cepat dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampai larutan berwarna kuning, tambahkan 2 mL amylum dan titrasi dilanjutkan sampai terjadi perubahan warna dari biru menjadi tidak berwarna.

3. Penetapan sampel

Pipet 10 mL larutan CuSO_4 , masukkan ke dalam labu erlemeyer. Tambahkan 2 mL H_2SO_4 2N dan 1 g kalium iodida, titrasi cepat-cepat dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampai larutan berwarna kuning, tambahkan 2 mL amylum dan titrasi dilanjutkan sampai terjadi perubahan warna dari biru menjadi tidak berwarna.

POTENSIOMETRI

Tujuan

Menentukan kadar suatu senyawa dengan metoda potensiometri

Teori

Potensiometri adalah metode penetapan kadar suatu zat dengan mengukur beda potensialnya. Prinsipnya berdasarkan persamaan "Nerst".

$$E = E^{\theta} + (RT/nF) \ln a M^{n+}$$

Dimana: E^{θ} = potensial elektroda standar yang konstan dengan logam

P = tetapan gas

T = temperature mutlak

F = tetapan faraday

n = valensi ion

$a M^{n+}$ = aktivitas ion dengan larutan

persamaan diatas disederhanakan menjadi:

$$E = E^{\theta} + \frac{0,0001983}{n} \log a M^{n+}$$

Untuk temperature 25°C (298°K):

$$E = E^{\theta} + \frac{0,0591}{n} \log a M^{n+}$$

$a M^{n+}$ dapat diasumsikan sebagai $c M^{n+}$ (konsentrasi ion dengan molar)

Potensiometri Langsung

Salah satu metoda potensiometri adalah dengan melakukan pengukuran ion spesifik untuk mengukur konsentrasi ion hidrogen atau suatu ion lain dalam larutan dengan menggunakan pH meter.

Alat dan Bahan

Alat: pH meter, magnetic stirrer, buret, labu ukur, Erlenmeyer, gelas kimia, pipet volume, gelas ukur, botol semprot, kertas tissue

Bahan: asam oksalat 0,1 N; HCl 0,1N; NaOH 0,1N; aquadest

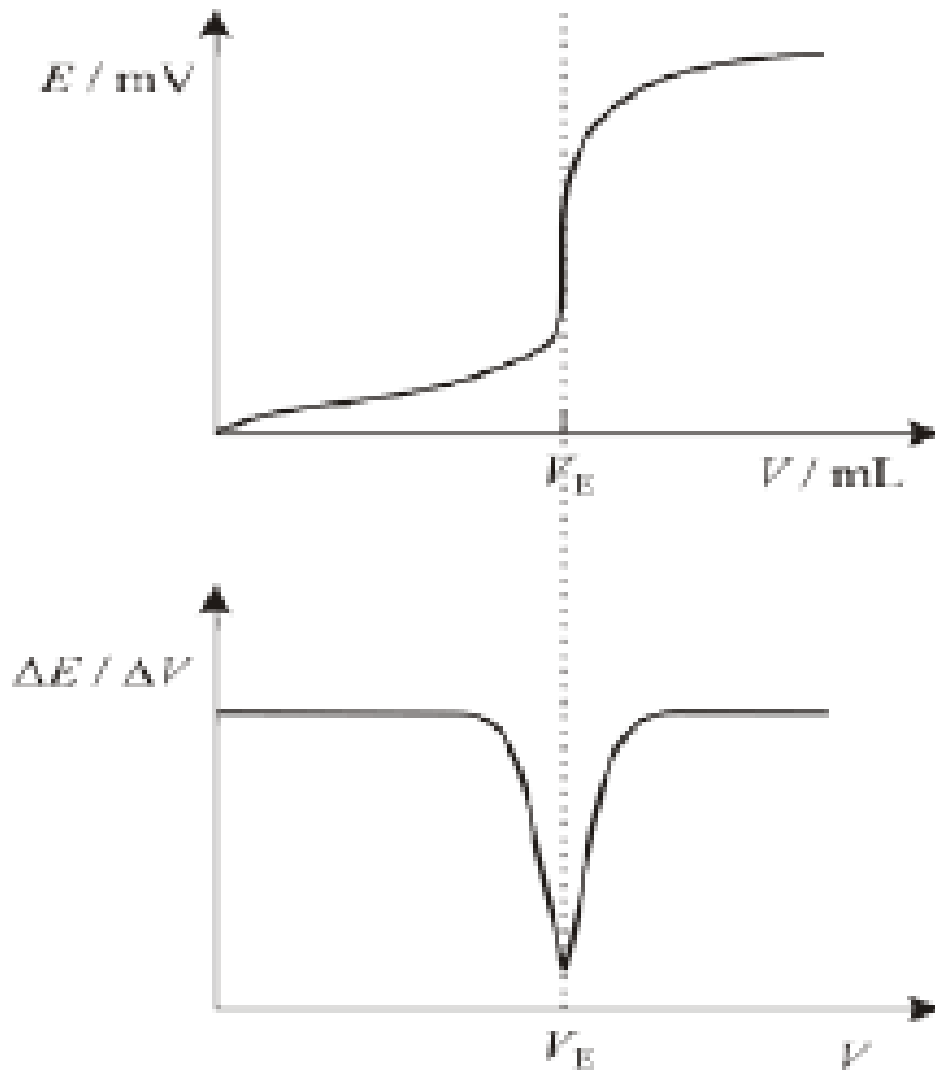
Langkah Kerja

Pembakuan

1. Kalibrasi pH meter dengan menggunakan buffer standar pada dua harga pH atau tiga harga pH
2. Masukkan 20 mL asam oksalat ke dalam gelas kimia dan masukkan magnet bar ke dalamnya, tempatkan gelas kimia tersebut di atas magnetic stirrer, atur kecepatan pada sekitar 200 rpm.
3. Masukkan NaOH ke dalam buret, tempatkan ujung buret pada mulut gelas kimia yang berisi asam oksalat.
4. Pasangkan elektroda pH sampai tercelup pada cairan dalam gelas kimia. (selalu lakukan pembilasan dan pengeringan setiap kali elektroda dimasukkan ke dalam cairan yang baru)
5. Catat pH yang terbaca oleh pH meter
6. Keluarkan NaOH 1 ml, catat perubahan pH yang terjadi, lakukan penambahan setiap 1 ml dan catat pH setiap penambahan (sampai pH menunjukkan harga basa yang stabil). Catat pada jurnal dengan format sebagai berikut :

Volume NaOH 0,1N	pH larutan

7. Ulangi proses diatas tapi penambahan NaOH setiap 0,1mL pada daerah yang mengalami lonjakan, sementara pada daerah lain tetap 1 mL
8. Buat kurva titrasi antara pH vs volume, kemudian turunkan grafik tersebut menjadi grafik turunan kedua, sehingga diperoleh gambar seperti di bawah: dan tentukan titik ekuivalen berdasarkan titik potong (grafik 1) dan titik lembah (grafik 2)
9. Hitung kadar asam oksalat



Penetapan Kadar HCl

Lakukan proses seperti tahap pembakuan dengan mengganti asam oksalat dengan sample yang diberikan.

ANALISIS SPEKTROFOTOMETER FTIR

I. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Mahasiswa mampu memahami prinsip kerja spektrofotometer FTIR
2. Mahasiswa mampu mengoperasikan spektrofotometer FTIR.
3. Mahasiswa mampu melakukan preparasi yang tepat terhadap sampel
4. Mahasiswa dapat menganalisis secara kualitatif menggunakan spektrofotometer FTIR

II. DASAR TEORI

Spektrofotometri infra merah (*infrared*) merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0,75-1000 mikrometer atau pada bilangan gelombang 13000-10 cm^{-1} . Daerah panjang gelombang infra merah dibagi atas tiga daerah yaitu daerah infra merah dekat (*near*, 12800-4000 cm^{-1}), daerah infra merah pertengahan (*medium*, 4000-200 cm^{-1}), dan daerah infra merah jauh (*far*, 200-10 cm^{-1}). Panjang gelombang Infra merah pada rentang 4000-670 cm^{-1} merupakan daerah inframerah yang sering digunakan pada spektrofotometer inframerah.

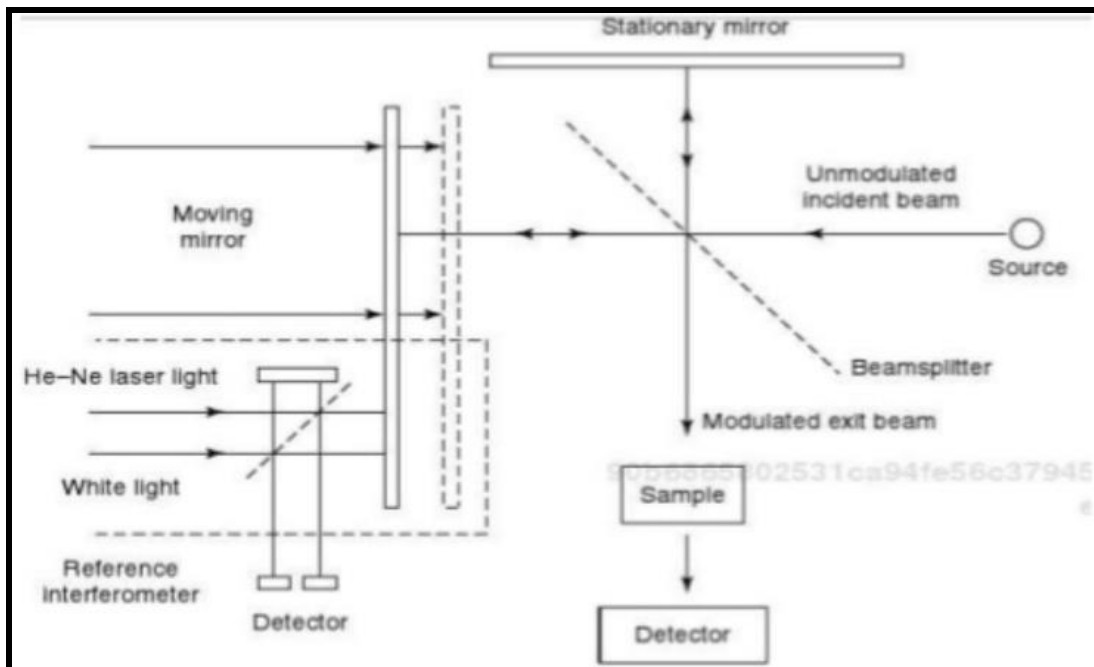
Prinsip spektrofotometer inframerah yaitu interaksi antara gelombang inframerah dengan sampel dimana radiasi inframerah menyebabkan vibrasi pada ikatan molekul pada sampel.

Spektroskopi inframerah sangat berguna untuk analisis kualitatif (identifikasi) dari senyawa organik serta gugus fungsionalnya, selain secara kualitatif juga secara kuantitatif. Spektrum yang dihasilkan untuk senyawa organik sangat kompleks karena terdiri dari banyak puncak-puncak (*peak*). Spektrum inframerah dari senyawa organik mempunyai sifat fisik yang karakteristik artinya kemungkinan dua senyawa mempunyai spektrum yang sama itu sangat kecil. Adanya spektrum yang khas ini, menjadikan spektrofotometer inframerah metode yang sangat potensial dalam analisis kualitatif. Sampel untuk analisa dengan spektrofotometer-IR dapat berupa padatan, cairan maupun gas.

Berdasarkan perbedaan sistem optik Spektrofotometri infra merah dibagi menjadi 2 yaitu *Dispersive Infra Red* dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*.

Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* pada dasarnya hampir sama dengan Spektrofotometer IR dispersi, perbedaannya adalah pada sistem optiknya FTIR menggunakan interferometer yaitu pengukuran gelombang melalui pola interferensi.

Secara umum skema FTIR digambarkan sebagai berikut:



III. ALAT DAN BAHAN

- **Instrument:**

Thermo Nicolet i5 FTIR, ZnSe iD3 ATR Holder

- **Alat :**

Beaker glass, tabung reaksi, Mortir dan stamper, Corong gelas, Kertas perkamen, Ayakan mesh 100, Pipet tetes dan peralatan pendukung lainnya.

- **Bahan :**

Laktosa, Amilum, Gom Arab, Asam Salisilat, Asetosal, Ibuprofen, Parasetamol, CTM, Aquadest, Etanol, Propilen Glikol, Gliserin.

IV. PROSEDUR

- **Penyiapan sampel**

- a. Sampel Padat

Ambil sampel sebanyak 1 gram, kemudian gerus menggunakan mortar dan stamper, lakukan diayak menggunakan mesh 100, hasil ayak simpan untuk dianalisis

- b. Sampel Cair

pipet sampel sebanyak 2 ml dan simpan di tabung reaksi.

- **Pengukuran Sampel Menggunakan FTIR**

<p>Perhatian: Mintalah bantuan dari Asisten Laboratorium/ Laboran dalam pengoperasian FTIR</p>

- a. Persiapan

1. Alat FTIR, Komputer, dan Monitor dinyalakan dengan tombol ON/OFF
2. Klik ikon Omnic pada desktop,
3. Lakukan background (baseline) FTIR

- b. Pengukuran Sampel

Ambil seujung spatel/ setetes sampel, simpan pada permukaan holder ZnSe, untuk sampel padatan/serbuk lakukan pengepresan. Lakukan pengukuran spectrum masing-masing sampel. Lakukan analisis terhadap puncak-puncak yang muncul pada spectrum sampel.

PENENTUAN KADAR KMnO_4 DENGAN SPEKTROFOTOMETRI VISIBEL (SINGLE BEAM)

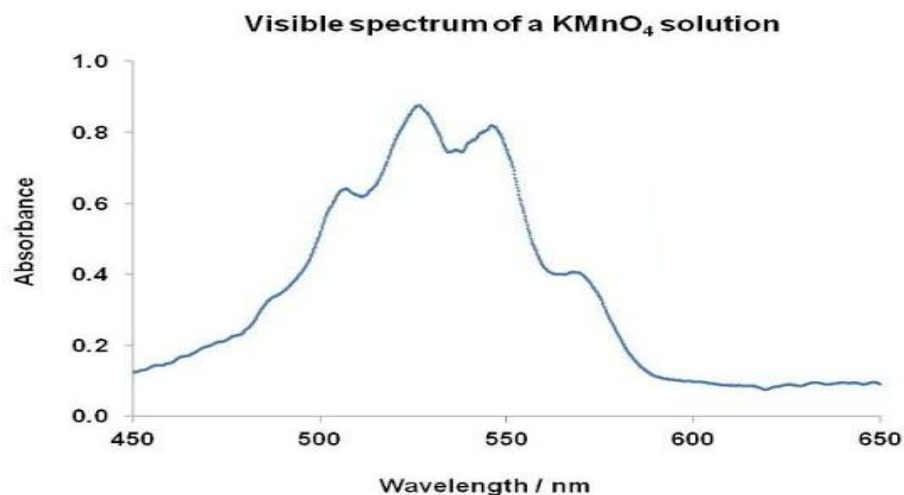
I. TUJUAN

1. Mempelajari penggunaan alat spektrofotometer UV-Vis single beam.
2. Menentukan panjang gelombang kalium permanganat dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis single beam.
3. Menentukan kadar kalium permanganat dalam suatu sampel dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis single beam.

II. TEORI DASAR

Spektrofotometri UV-Vis merupakan metode analisis yang berdasarkan penyerapan radiasi elektromagnetik (200-400 nm untuk UV dan 400-700 untuk visible) oleh analit. Analit yang dapat dianalisis oleh spektrofotometri UV adalah yang memiliki gugus kromofor sedangkan spektrofotometri visible digunakan untuk menganalisis senyawa yang berwarna. Kalium permanganate (KMnO_4) merupakan salah satu senyawa yang bersifat oksidator sehingga dapat digunakan sebagai desinfektan maupun bahan sintesis kimia organik. KMnO_4 yang berwarna violet dapat dianalisis dengan menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang di daerah visibel/tampak.

Bentuk spectra panjang gelombang larutan KMnO_4 yang diukur pada daerah tampak (380-640 nm) dapat disajikan melalui gambar berikut:



III. ALAT DAN BAHAN

- **Instrument :**

Spektrofotometer UV-Vis single beam

- **Alat:**

Labu ukur, Tabung reaksi, Gelas beker, Pipet tetes, Pipet ukur, Tisu, Kuvet

- **Bahan:**

Larutan induk KMnO_4 0,1 M, Aquadest, Larutan sampel yang mengandung KMnO_4

IV. PROSEDUR

- **Penentuan Panjang Gelombang Maksimum**

Dibuat larutan 0,001 M larutan KMnO_4 dari larutan induk. Diukur panjang gelombang larutan 0,001 M KMnO_4 dengan tahapan:

1. Masukkan akudes ke dalam kuvet diukur serapannya pada panjang gelombang 380 nm.
2. Diukur serapan larutan 0,001 M KMnO_4 pada panjang gelombang 380 nm.
3. Lanjutkan pengukuran larutan 0,001 M KMnO_4 sampai dengan panjang gelombang 700 nm untuk kenaikan setiap 10 nm. (sebelum mengukur serapan larutan KMnO_4 terlebih dahulu diukur serapan dari aquades).
4. Buat grafik hubungan antara serapan (A) vs panjang gelombang dan tentukan panjang gelombang maksimumnya.

- **Pembuatan Kurva Kalibrasi**

1. Dibuat larutan seri KMnO_4 dengan konsentrasi 0,00025 M; 0,0005 M; 0,001 M, 0,0015 M dan 0,002 M.
2. Diukur serapan masing-masing konsentrasi pada panjang gelombang maks yang diperoleh.
3. Dibuat grafik regresi serapan (A) vs konsentrasi (C).
4. Tentukan persamaan regresi linear dan koefisien regresinya.

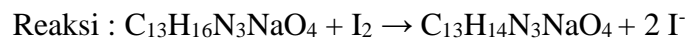
- Penentuan Konsentrasi Sampel

1. Diukur serapan larutan sampel yang diduga mengandung KMnO_4 .
2. Apabila serapan dari larutan sampel masih berada di luar range (0,2-0,8), maka larutan diencerkan hingga serapannya masuk di dalam range.
3. Tentukan konsentrasi KMnO_4 yang terdapat di dalam sampel. Dengan cara :
Dari kurva kalibrasi didapat persamaan $y = mx + b$,
dimana : $y = \text{absorban}$; $m = \text{gradient kurva}$; $x = \text{konsentrasi sampel}$; $b = \text{intersep}$

Hitung konsentrasi KMnO_4 (x) dengan persamaan : **$X = y-b/m$**

- **Penetapan Kadar Antalgin (iodimetri)**

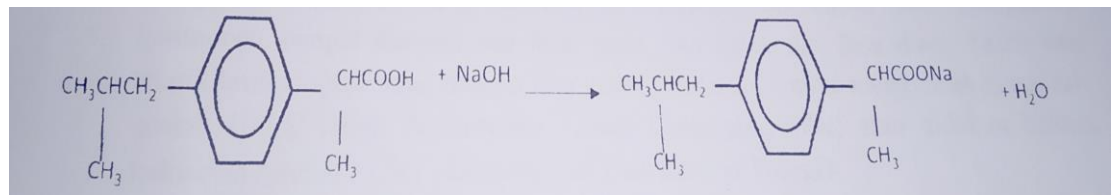
Timbang seksama lebih kurang 200 mg, larutkan dalam 5 mL air. Tambahkan asam klorida 0,02 N. segera titrasi dengan I₂ 0,1 N LV, menggunakan indikator pasta kanji LP dengan sekali- kali dikocok hingga terjadi warna biru mantap selama 2 menit.



1 ml iodium 0,1 N setara dengan 16,67 antalgin.

- **Penetapan kadar ibuprofen (titrasi asam basa)**

Timbang seksama 200 mg, larutkan dalam etanol netral. Tambahkan indicator fenolftalein titrasi dengan NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda.



Lakukan titrasi blanko, 1 ml NaOH 0,1 N = 20,63 mg

- **Penetapan kadar teofilin (argentometri)**

Sebanyak kurang lebih 250 mg teofilin ditimbang seksama, ditambah 50 ml air dan 8 mL ammonia encer. Larutan dihangatkan perlahan-lahan di atas penangas air sehingga larut sempurna. Larutan selanjutnya ditambah 20 mL perak nitrat 0,1 N dan dicampur. Pemanasan di atas penangas air dilanjutkan selama 15 menit. Larutan didinginkan lalu disaring melalui krus penyaring dengan penghisapan. Larutan dicuci 3x tiap kali dengan 10 mL air kumpulan filtrate dan air cucian diasamkan dengan asam nitrat pekat. Larutan selanjutnya ditambah 2 mL besi(III) ammonium sulfat 8% dan dititrasi dengan amonium tiosianat 0,1 N. tiap mL perak nitrat 0,1 N setara dengan 18,02 mg teofilin.

PENENTUAN KADAR VITAMIN C MENGGUNAKAN HPLC

I. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Memahami cara kerja instrumen HPLC untuk analisis kuantitatif.
2. Dapat melakukan preparasi dengan tepat dan akurat, serta dapat mengikuti manual pengoperasian HPLC.
3. Dapat menentukan/menghitung kadar vitamin C dalam sampel.

II. DASAR TEORI

Kromatografi merupakan salah satu metode pemisahan komponen-komponen campuran yang berdasarkan distribusi diferensial dari komponen-komponen sampel diantara dua fasa, yaitu fasa gerak dan fasa diam. Salah satu teknik kromatografi yang dimana fasa gerak dan fasa diamnya menggunakan zat cair adalah HPLC (High Performance Liquid Chromatography) atau didalam bahasa Indonesia disebut KCKT (Kromatografi Cair Kinerja Tinggi).

Teknik HPLC merupakan suatu metode kromatografi cair-cair, yang dapat digunakan baik untuk keperluan pemisahan maupun analisis kuantitatif. Analisis kualitatif dengan teknik HPLC didasarkan pada pengukuran luas area standar. Pada prakteknya, metode pembandingan area standar dan sampel kurang menghasilkan data yang akurat bila hanya melibatkan suatu konsentrasi standar. Oleh karena itu, dilakukan dengan menggunakan teknik kurva kalibrasi. (Wiji, dkk. 2010: 17).

Prinsip dasar HPLC adalah pemisahan komponen-komponen terjadi karena perbedaan kekuatan interaksi antara solut-solut terhadap fasa diam. Keunggulan menggunakan HPLC dibandingkan kromatografi gas yaitu terletak pada kemampuannya untuk menganalisis cuplikan yang tidak menguap dan labil pada suhu tinggi. HPLC tidak terbatas pada senyawa organik tapi mampu menganalisis senyawa anorganik, mampu menganalisis cuplikan yang mempunyai molekul tinggi (beratnya), mampu menganalisis cuplik yang mempunyai titik didih yang sangat tinggi seperti polimer.

III. ALAT DAN BAHAN

- **Alat :**

1. Instrumen HPLC 1 set
2. Spatula 1 buah
3. Labu ukur 50 mL 6 buah
4. Labu ukur 10 mL 6 buah
5. Neraca analitik terkalibrasi 1 set
6. Corong pendek 1 buah
7. Pipet tetes 6 buah
8. Gelas kimia 20 mL 1 buah
9. Gelas ukur 500 mL 1 buah
10. Ultrasonic vibrator 1 set
11. Pipet seukuran (1,2,3,4,5 mL) 1 buah
12. Kertas saring Whattmann 1 lembar
13. Membrane PTFE dan selulosa nitrat 1 lembar

- **Bahan :**

1. Vitamin C standar
2. Metanol for HPLC secukupnya
3. Kalium dihidrogenfosfat 0,68 g
4. Aquabides secukupnya
5. Asetonitril 80 mL + secukupnya

III. PROSEDUR KERJA

- **Pembuatan fasa gerak (pelarut)**

Dihitung dan ditimbang jumlah KH_2PO_4 yang diperlukan untuk membuat larutan KH_2PO_4 0,01 M sebanyak 500 mL dalam aquades. Kemudian di 'ajust' pH pada nilai 2,65 dengan asam fosfat. Dilakukan penyaringan untuk larutan KH_2PO_4 menggunakan membrane selulosa nitrat. Dilakukan penyaringan pula untuk asetonitril dengan PTFE. Dihilangkan gelembung pada larutan dengan ultrasonic vibrator selama 15 menit. Dibuat campuran larutan fasa gerak

KH_2PO_4 dan asetonitril (60:40) untuk keperluan larutan standar dan larutan sampel, sesuai kebutuhan.

- **Pembuatan larutan induk vitamin C**

Buat larutan induk vitamin C dengan konsentrasi 1000 ppm dengan fasa gerak secara kuantitatif pada labu ukur. Dihomogenkan selama 5 menit menggunakan ultrasonic vibrator.

- **Pembuatan seri larutan standar vitamin C**

Dipipet larutan induk masing-masing 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, dan 5 mL, diencerkan dengan fasa gerak dalam labu ukur 10 mL. Dihomogenkan larutannya, kemudian disaring semua larutan standar tersebut dengan menggunakan membrane PTFE. Ditempatkan hasil saringan ke dalam vial bertutup yang telah diberi label. Dilakukan degassing selama 5 menit. Larutan standar siap diinjeksikan.

- **Pembuatan larutan sampel**

Dipipet 5 mL larutan sampel, dilarutkan dengan fasa gerak hingga 10 mL secara kuantitatif pada labu ukur. Dilakukan penyaringan dengan PTFE, ditampung dalam botol vial bertutup. Dihilangkan gelembung pada larutan sampel dengan menggunakan ultrasonic vibrator selama 5 menit.

- **Penyiapan instrumen HPLC**

a. Sementara melakukan preparasi sampel dan standar, dihidupkan peralatan HPLC sesuai dengan langkah berikut :

Kolom	: C-18 (12,5 cm)
Panjang gelombang	: 254 nm
Laju alir	: 0,75 mL/menit
Volume injeksi	: 20 μL

b. Dipastikan kabel penghubung listrik telah tersambung dengan benar.

c. Ditekan tombol "ON" pada sakelar listrik.

d. Diisi botol fasa gerak dengan volume yang memadai dan dikosongkan botol penampung.

- e. Ditekan tombol "ON" pada alat, berturut-turut untuk power, detektor, dan pompa.
 - f. Dilakukan pemrograman alat dengan komputer. Diikuti langkahnya sesuai instruksi dalam komputer.
 - g. Dipilih mode yang akan digunakan sesuai dengan parameter kondisi instrument
 - h. Apabila kromatogram telah menunjukkan base line yang mendatar, maka instrumen siap digunakan
 - i. Diinjeksikan berturut-turut larutan standar (dimulai dari konsentrasi terendah), dan terakhir larutan sampel.
 - j. Dicitak hasil pengukuran, dicatat kondisi percobaannya.
 - k. Setelah selesai digunakan, dimatikan pompa dengan menyoroti tanda pompa dalam komputer.
 - l. Ditutup file sesuai petunjuk, lalu dimatikan komputer.
 - m. Untuk mematikan, ditekan tombol "OFF" pada pompa, detektor, dan power secara berurutan. Diputuskan sambungan listrik.
- Perhitungan hasil analisis
 Dari hasil operasi instrumen akan diperoleh kurva kalibrasi. Bila kurva kalibrasi diperoleh dengan koefisien regresi $> 0,997$, maka boleh melanjutkan perhitungan kadar zat dalam sampel. Dihitunglah kadarnya dalam satuan % w/w. Bila tidak diperoleh kurva yang linier, maka dilakukan diskusi untuk mencari penyebabnya.

IV. DAFTAR PUSTAKA

- Day, R.A., A.L. Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Hendayana, Sumar. (2006). *KIMIA PEMISAHAN Metode Kromatografi dan Elektroforesis Modern*. Bandung: PT. Remaja Rosdakarya.

V. PERHITUNGAN

- **Pembuatan Larutan KH_2PO_4 0,1 M 500 mL**

Massa KH_2PO_4 yang diperlukan

$$n = M \times V$$

$$m = n \times M_m$$

$$= M \times V \times M_m$$

$$\text{Massa } \text{KH}_2\text{PO}_4 = 0,01 \text{ M} \times 0,5 \text{ L} \times 136 \text{ g/mol}$$

$$= 0,68 \text{ gram}$$

- **Pembuatan Larutan Baku Vitamin C 1000 ppm**

$$\text{Konsentrasi (ppm)} = 1000 \text{ ppm} = 1000 \text{ mg/L}$$

Jadi Massa Vitamin C yang harus ditimbang untuk membuat larutan baku vitamin C dengan konsentrasi 1000 ppm dalam 50 mL adalah = Mg

- **Pembuatan Seri larutan Standar Vitamin C**

digunakan persamaan $V_1C_1 = V_2C_2$

V_1 = volume larutan induk ; V_2 = volume larutan standar yang akan dibuat

C_1 = konsentrasi larutan induk ; C_2 = konsentrasi larutan standar

No	Volume larutan induk	Konsentrasi larutan standar	AUC	Tr
C1				
C2				
C3				
C4				
C5				

Buat kurva kalibrasi yang menghubungkan AUC dengan konsentrasi larutan standar

- **Perhitungan Hasil Analisis**

Kadar Vitamin C dihitung berdasarkan persamaan kurva kalibrasi

Berdasarkan kurva kalibrasi didapat persamaan garis $y = mx + b$

Luas area vitamin c = y : konsentrasi vitamin C = x

$$X = y - b/m$$

Konsentrasi vitamin c dalam sampel = ppm

Massa vitamin c =mg/L x volume sampel

= mg/mL x mL

= mg

Kadar vitamin c= mg/mL

Maka dalam mL sampel, kadar vitamin c = x mg

= mg