



MODUL PRAKTIKUM KIMIA ANALITIK

Laboratorium Kimia Dasar

Jurusan Teknik Kimia

Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

MODUL

Analisa Gravimetri

Kurva Titrasi Asam
Basa

Analisa Cl dalam
Garam dan Air Laut

Analisa Kesadahan

Analisa Tembaga

Analisa
Spektrofotometri

Analisa Aspirin dan
Kafein dalam Tablet
Obat

FT UNTIRTA

Jl. Jend. Sudirman Km. 3
Cilegon - Banten 42435

TATA TERTIB YANG HARUS DIPATUHI OLEH PESERTA PRAKTIKUM KIMIA DASAR

1. Setiap peserta harus hadir **tepat waktu**. Apabila seorang peserta terlambat lebih dari 5 menit, maka **tidak diperkenankan** mengikuti praktikum pada hari itu.
2. Selama mengikuti praktikum, peserta wajib memakai jas praktikum (berwarna putih lengan panjang) yang bersih dan bersepatu tertutup (bukan sepatu sandal)
3. Setiap kelompok wajib membawa alat kebersihan yaitu serbet kain yang bersih, sabun cair pencuci dalam botol kecil, dan sikat tabung. Semua alat tersebut dimasukkan ke dalam tas atau kotak kecil.
4. Setiap peserta wajib membawa masker.
5. Setiap peserta **wajib membuat jurnal** sebelum pelaksanaan praktikum dengan format yang telah ditentukan.
6. Setiap peserta wajib mengikuti tes pendahuluan yang dipandu asisten selama kurang lebih 15 menit.
7. Untuk pelaksanaan praktikum, peserta perwakilan kelompok meminjam alat dari petugas laboratorium dengan mengisi formulir peminjaman alat.
8. Peserta wajib melaksanakan praktikum dengan tertib serta dengan tetap menjaga kebersihan meja kerja dan ruangan laboratorium.
9. Selama pelaksanaan praktikum peserta praktikum wajib bersifat sopan dan tidak membuat kegaduhan atau bermain-main..
10. Dilarang makan, minum, dan merokok di area laboratorium.
11. Kembalikan botol-botol reagen yang telah dipergunakan ke tempat semula dengan tutup botol jangan sampai tertukar.
12. Setiap kelompok wajib mengembalikan set alat dengan lengkap dan bersih yang telah digunakan kepada petugas laboratorium
13. Setiap selesai melaksanakan praktikum wajib meninggalkan meja dalam keadaan bersih dan rapi seperti semula
14. Hal-hal yang belum tercantum dalam ketentuan ini akan diatur lebih lanjut oleh pimpinan laboratorium dengan pengumuman tersendiri.

Kasus Alat Hilang/Rusak /Pecah

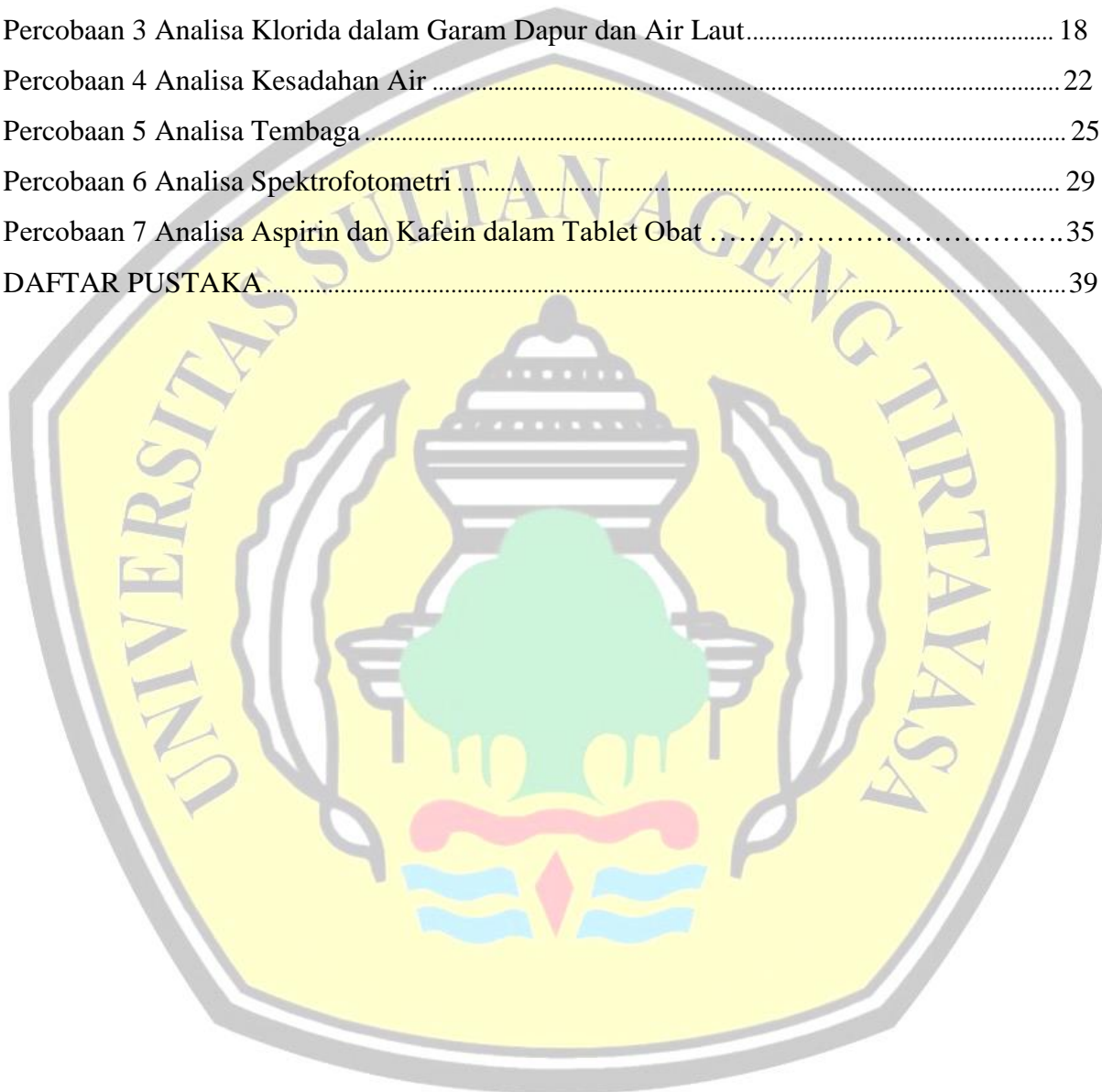
1. Jika peserta merusak/memecahkan/menghilangkan alat maka diwajibkan untuk memperbaiki/mengganti dengan barang yang serupa (jumlah, ukuran, dan merk sama).
2. Penyelesaian kasus ini selambat-lambatnya adalah pada saat pelaksanaan ujian praktikum. Jika belum diselesaikan maka nilai akan ditahan.

**Kepala Laboratorium Kimia Dasar
FT Untirta**



Daftar Isi

Tata tertib pelaksanaan praktikum di laboratorium.....	2
Daftar Isi	4
Pendahuluan.....	5
Percobaan 1 Analisa Gravimetri.....	10
Percobaan 2 Kurva Titrasi Asam Basa	13
Percobaan 3 Analisa Klorida dalam Garam Dapur dan Air Laut.....	18
Percobaan 4 Analisa Kesadahan Air	22
Percobaan 5 Analisa Tembaga	25
Percobaan 6 Analisa Spektrofotometri	29
Percobaan 7 Analisa Aspirin dan Kafein dalam Tablet Obat	35
DAFTAR PUSTAKA.....	39



PENDAHULUAN

Pengenalan Alat-Alat dan Penggunaannya

Alat-alat dan kegunaannya

1. **Tabung reaksi:** terbuat dari kaca dapat dipanaskan, dipakai untuk mereaksikan zat-zat kimia dalam jumlah sedikit.
2. **Penjepit:** terbuat dari kayu atau kawat untuk memegang tabung reaksi pada pemanasan.
3. **Pengaduk gelas:** terbuat dari kaca untuk mengaduk suatu campuran atau larutan zat-zat kimia pada waktu melakukan reaksi-reaksi kimia. Dipakai juga untuk menolong pada waktu menuangkan cairan.
4. **Corong:** terbuat dari kaca untuk membantu memasukan cairan ke dalam tempat yang bermulut sempit seperti botol, labu ukur, buret dan lain-lain.
5. **Gelas arloji** terbuat dari gelas untuk menimbang zat berbentuk kristal.
6. **Gelas ukur** untuk mengukur volume zat kimia dalam bentuk cair. Alat ini memiliki skala dengan bermacam-macam ukuran. Jangan dipanaskan/digunakan untuk mengukur larutan/pelarut panas.
7. **Gelas piala** dinamakan juga gelas beker. Digunakan sebagai tempat larutan, dapat digunakan untuk memanaskan larutan atau menguapkan solvent. Bukan alat ukur yang tepat skala hanya perkiraan saja.
8. **Erlenmeyer:** digunakan untuk titrasi dapat juga digunakan untuk memanaskan. Bukan alat ukur yang tepat skala hanya perkiraan saja.
9. **Labu ukur:** digunakan untuk membuat atau mengencerkan larutan dengan konsentrasi tertentu. Memiliki ukuran bermacam-macam. Jangan digunakan untuk pemanasan.
10. **Pipet:**
 - a. **Pipet gondok:** dibagian tengah dari pipet ini ada yang membesar (gondok) dengan ujung runcing. Digunakan untuk mengambil larutan dengan volume tertentu dengan tepat. Memiliki ketelitian lebih tinggi dari gelas ukur. Tersedia dalam berbagai ukuran.
 - b. **Pipet ukur/pipet volume:** pipet lurus berskala digunakan untuk mengambil larutan dengan volume tertentu. Memiliki ketelitian yang lebih tinggi dari gelas.

- c. Pipet pasteur (pipet tetes)
11. **Pro pipet:** dapat terbuat dari karet bulb atau plastik digunakan pada saat menggunakan pipet gondok atau pipet ukur.
 12. **Buret:** terbuat dari gelas berskala dan memiliki keran. Digunakan untuk tempat larutan titrant.
 13. **Lumpang dan mortar:** terbuat dari porselen digunakan untuk menggerus tablet atau gumpalan benda padat.
 14. **Spatula** digunakan untuk mengambil bahan padatan serbuk saat penimbangan.
 15. **Bunsen** digunakan untuk pemanasan dengan bahan bakar spiritus

Teknis-Teknis Percobaan dan Penggunaan Alat yang Baik dan Benar

1. Pengenalan suatu gas berbau

Gas amonia merupakan contoh gas berbau khas. Gas ini dapat dibuat dengan mereaksikan ammonium klorida dengan larutan NaOH dan dipanaskan dalam tabung reaksi. Cara membaui yang benar adalah dengan mengipas-ngipas tangan di atas mulut tabung dan hidung kita pada jarak yang tidak terlalu dekat. **Jangan sekali-kali membaui gas berbahaya.**

2. Pemanasan

Letakan bunsen menyala di tempat yang jauh dari reagen-reagen kimia atau dekat dengan sumber listrik. Cara pemanasan larutan dalam tabung reaksi adalah, tabung reaksi dijepit dengan penjepit kayu kemudian dimiringkan sekitar 30° dan arahkan ke tempat kosong dan digoyang-goyangkan. Pemanasan larutan dalam gelas beker atau erlenmeyer harus menggunakan kaki tiga dan kawat kasa.

3. Pengenceran dengan labu ukur

Untuk membuat larutan standar sering kali dilakukan dengan mengencerkan larutan stok yang sudah tersedia. Misalnya membuat HCl 0,1 M dari HCl 0,2 M. Tentukan terlebih dahulu volume larutan yang akan dibuat kemudian hitung banyaknya larutan yang lebih pekat untuk diencerkan. Perhitungan dapat menggunakan rumus pengenceran $M_1V_1 = M_2V_2$

Cara kerja:

Ambil sejumlah larutan stok yang akan diencerkan dengan menggunakan pipet gondok/pipet ukur. Perhatikan meniskus harus tepat menyinggung garis pada pipet gondok

Masukan HCl tersebut ke dalam labu ukur dan encerkan sampai tanda batas. Penambahan aquades harus perlahan-lahan sedikit-demi sedikit setelah mendekati garis batas pada leher labu gunakan pipet paster untuk menambahkan aquades secara tetes demi tetes hingga tepat pada garis batas tersebut. Perhatikan meniskus tepat menyinggung garis batas. Tutup gelas ukur dan kocok larutan di dalamnya hingga homogen.

4. Titrasi

Cara mengisi buret dengan larutan

Cucilah buret dengan larutan pencuci. Bilaslah dengan larutan standar yang akan dipakai, misalnya larutan standar NaOH 0,1 M. Isilah buret dengan larutan standar sampai skala nol gunakan corong untuk memudahkan memasukan larutan standar ke dalam buret. Pastikan tidak ada gelembung udara/ruang kosong pada bagian bawah keran buret. Caranya dengan mengalirkan sedikit larutan dalam buret dan menampungnya dalam gelas beker. Larutan standar dapat ditambahkan lagi ke dalam buret hingga skala nol.

Cara menyiapkan sampel yang akan dititrasi

Pipetlah larutan yang akan dititrasi/sampel ke dalam erlenmeyer kemudian tambahkan indikator yang sesuai, biasanya diulang 3 kali.

Cara mentitrasi

Arahkan mulut erlenmeyer berisi sampel tepat di bawah keran buret. Bukalah keran buret, hingga larutan keluar dari mulut buret secara tetes demi tetes, saat titrasi erlenmeyer digoyang-goyangkan secara perlahan-lahan. Titrasi dihentikan tepat ketika terjadi perubahan warna. Misalnya untuk titrasi asam dengan basa menggunakan indikator PP titrasi dihentikan ketika terbentuk warna merah sangat muda dan tidak hilang dengan penggoyangan lagi (atau konstan kira-kira selama 1 menit). Catatlah volume titran

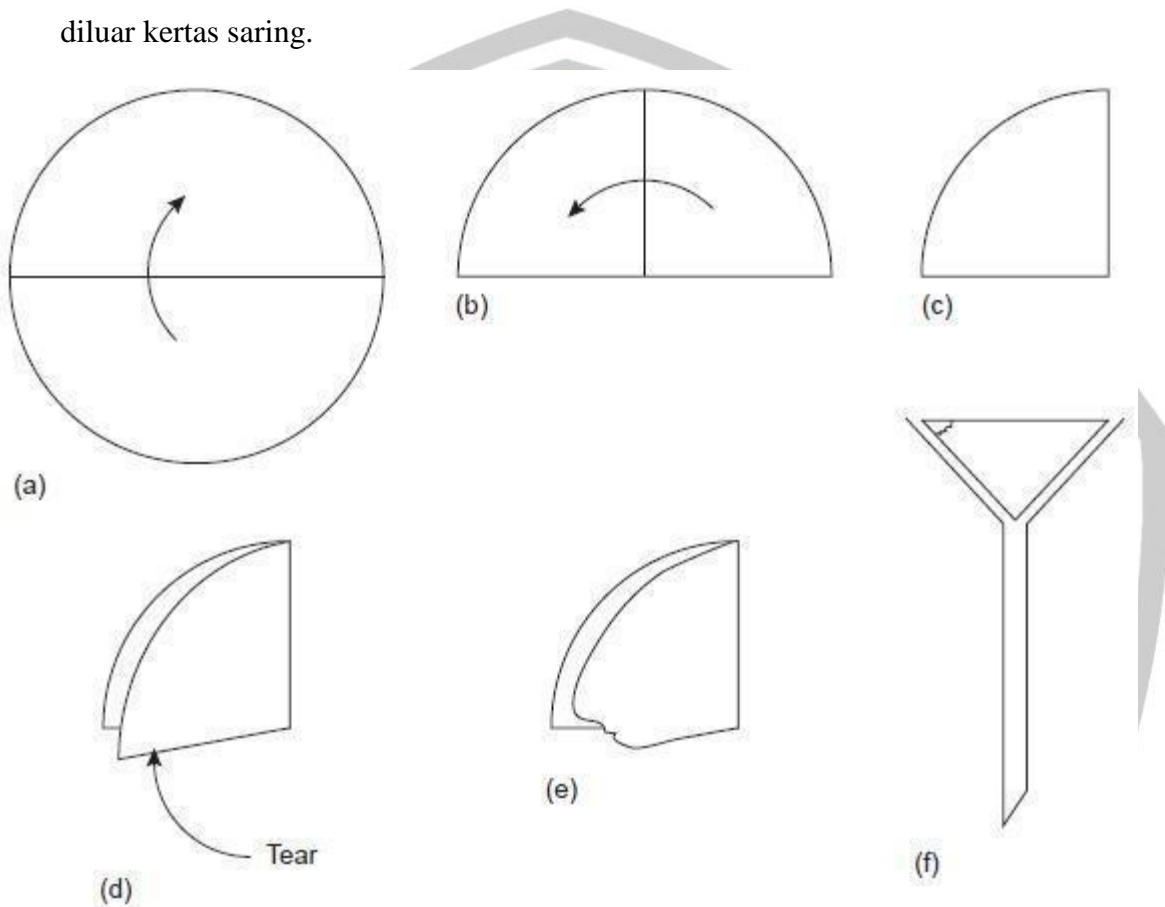
5. Pengenceran H₂SO₄ pekat

Untuk zat-zat yang menunjukkan reaksi eksotermis pada pengenceran seperti H₂SO₄ pekat, maka pengenceran dilakukan dengan jalan menuangkan H₂SO₄ pekat sedikit demi sedikit ke dalam pelarut air.

6. Penyaringan

Menyaring adalah cara untuk memisahkan antara endapan dari suatu larutan. Misalnya menyaring endapan PbSO₄ dari larutannya. Ambil kertas saring berbentuk lingkaran

dan lipat menjadi $\frac{1}{4}$ lingkaran, berikut lipat lagi dan 2 – 3 kali lipatan. Masukkan kertas asring yang sudah dilipat pada corong dan basahi sedikit dengan air suling hingga melekat pada dinding gelas. Pasanglah corong yang berkertas saring itu di atas erlenmeyer untuk menampung filtrat/cairan cucian. Tuangkan larutan yang akan disaring ke dalam corong yang sudah berkertas saring tadi. Penuangan dibantu dengan memakai gelas pengaduk yaitu dengan memegangnya tepat pada mulut tabung reaksi/gelas piala yang digunakan. Hal ini dilakukan agar tidak ada cairan yang jatuh diluar kertas saring.



Penuangan harus hati-hati dan sedikit demi sedikit.



7. Menuangkan reagen dari botol bahan

Penuangan harus-hati-hati dan sedikit demi sedikit. Etiket botol harus menghadap tangan untuk menghindari etiket terkena cairan. Tutup botol diletakan dalam keadaan terbalik dan segera ditutup kembali jika sudah selesai. Jangan sampai botol reagen yang satu tertukar dengan botol reagen yang lain.



PERCOBAAN 1

ANALISA GRAVIMETRI

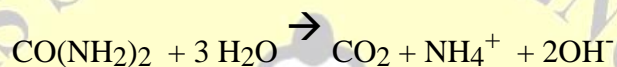
1.1 Tujuan Percobaan

Menentukan kadar kalsium dalam larutan dengan metode gravimetri

1.2 Dasar Teori

Ion kalsium dapat dianalisa dengan mengendapkannya menggunakan oksalat dalam larutan basa untuk membentuk $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. endapan tidak larut dalam larutan asam karena ion oksalat merupakan basa lemah. Produk kristal yang terbentuk cukup besar dan mudah disaring jika pengendapan dilakukan secara perlahan. Pengendapan perlahan dilakukan dengan

dan $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ melarutkan Ca^{2+} dalam larutan asam dan menaikkan pH secara gradual dan dekomposisi termal urea:



1.3 Alat dan Bahan

Alat

1. Gelas beker 250 mL
2. Pipet volume 25 mL
3. Penyaring Buchner
4. Desikator

Bahan

1. Larutan amonium oksalat
Buatlah 1 liter larutan yang mengandung 40 gram $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ditambah 25 mL HCl 12 M. (Setiap praktikan akan membutuhkan 80 mL larutan ini)
2. Indikator metil merah
Larutkan 20 mg indikator dalam 60 mL etanol dan tambahkan 40 mL H_2O
3. HCl 0,1 M : (225 mL/praktikan) encerkan 8,3 mL HCl 37% hingga 1 L.
4. Urea 45 gram/praktikan
5. Sampel unknown: siapkan 1 L larutan yang mengandung 15-18 g CaCO_3 plus 38 mL HCl 12 M. Masing-masing praktikan akan membutuhkan 100 mL larutan ini. Sebagai alternatif padatan solid juga dapat digunakan.

1.4 Prosedur

1. Keringkan gelas sinter (kertas saring) selama 1-2 jam pada 105°C , dinginkan dalam desikator selama 30 menit dan timbanglah.
2. Pipet 25 mL sampel dengan tepat pada gelas beker 250 mL encerkan dengan 75 mL HCl 0,1 M, tambahkan 5 tetes metil merah (merah ke kuning, pH 4,8 – 6,0).
3. Tambahkan 25 mL larutan amonium oksalat pada gelas beker sambil diaduk. Keluarkan pengaduk dan cuci ujung pengaduk dengan sedikit akuades.
4. Tambahkan 15 gram urea padat, tutup dengan gelas arloji, didihkan selama 30 menit hingga larutan berwarna kuning.
5. Saring endapan dari masing-masing larutan panas. Tambahkan 3 mL air dingin ke dalam gelas beker. Pastikan semua padatan ikut tersaring jangan sampai tertinggal pada gelas beker.
6. Keringkan endapan dalam oven 105°C selama 1 – 2 jam.
7. Timbang endapan dengan cepat, karena endapan bersifat sangat higroskopis.

1.5 Tugas Pendahuluan

1. Jelaskan metode analisa gravimetri?
2. Jelaskan fungsi penambahan urea dalam percobaan di atas?
3. mengapa pelarutan amonium oksalat dilakukan dalam suasana asam?

LEMBAR DATA
PERCOBAAN 1
ANALISA GRAVIMETRI

HARI/TANGGAL :

KELOMPOK :

NAMA ANGGOTA : 1. NPM:

2. NPM:

3. NPM:

JURUSAN :

ASISTEN :

DATA PERCOBAAN

Penentuan Ca^{2+}

1. Berat kertas saring dan endapan =

2. Berat kertas saring kosong =

3. Berat endapan =

4. Kadar Ca^{2+} = g/100 mL

Asisten Kimia Analitik

Tanda tangan Praktikan

1.

2.

3.

.....

PERCOBAAN 2

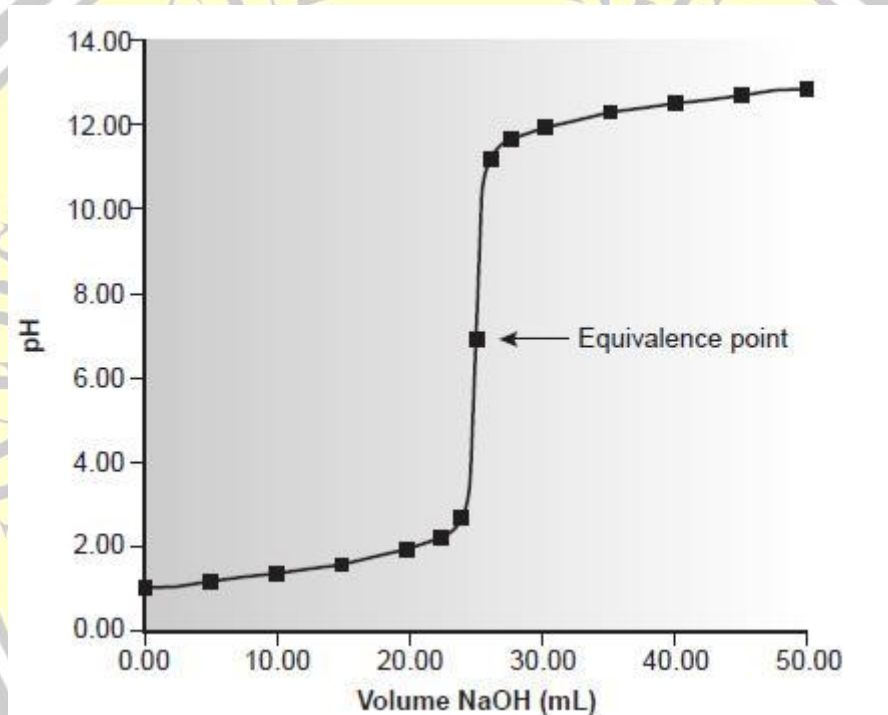
Kurva Titrasi Asam Basa

2.1 Tujuan Percobaan

Membuat kurva titrasi asam basa dan menentukan tetapan kesetimbangan asam lemah dari kurva titrasi

2.2 Dasar Teori

Kurva titrasi memberikan gambaran visual perubahan sifat seperti pH dengan adanya penambahan titrant. Kurva titrasi dapat dibuat secara eksperimen dengan mengukur pH larutan pada setiap penambahan titrant. Contoh kurva titrasi asam kuat dengan basa kuat adalah sebagai berikut



Asam kuat dan basa kuat terurai sempurna dalam air. Oleh karena itu, pH pada berbagai titik selama titrasi dapat dihitung langsung dari jumlah stoikiometri asam dan basa yang dibiarkan bereaksi. Pada titik ekivalen, pH ditentukan oleh tingkat terurainya air. Pada suhu 25°C pH air murni adalah 7,00.

Untuk titrasi asam basa, titik ekivalen diindikasikan dengan pH yang merupakan fungsi kekuatan asam-basa dan konsentrasi analit dan titran. pH pada titik akhir titrasi bisa sama atau tidak dengan pH pada titik ekivalen. Untuk memahami hubungan antara titik ekivalen dengan titik akhir titrasi maka harus diketahui perubahan pH selama titrasi.

Kurva titrasi dapat digunakan untuk menguji suatu reaksi untuk menentukan bisa atau tidaknya reaksi tersebut digunakan untuk titrasi. Untuk reaksi asam basa, suatu kurva titrasi terdiri dari suatu plot pH atau pOH versus mililiter titran. Kurva tersebut berguna dalam menentukan kelayakan suatu titrasi dan dalam memilih indikator yang sesuai.

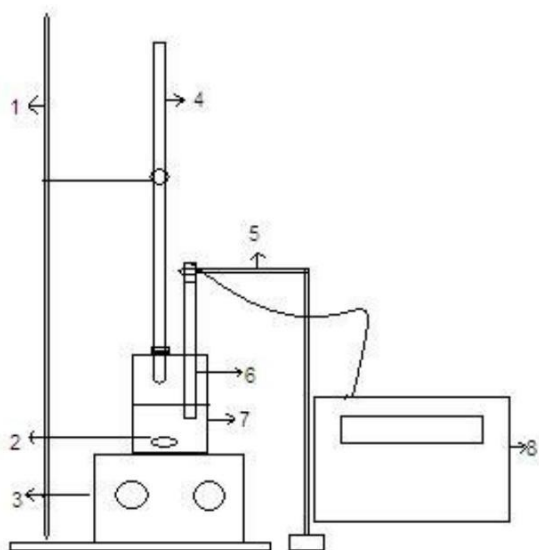
2.3 Alat dan Bahan

Alat

1. Gelas piala 100 mL
2. Erlenmeyer 250 mL
3. Gelas ukur 10 mL
4. Buret 50 mL
5. Labu ukur 100 mL
6. Corong
7. Botol semprot
8. Pengaduk magnetik
9. pH meter

Bahan

1. Larutan NaOH 0,1 M
2. Larutan HCl 0,1 M
3. Larutan CH_3COOH 0,1 M
4. Buffer pH 7 dan pH 4

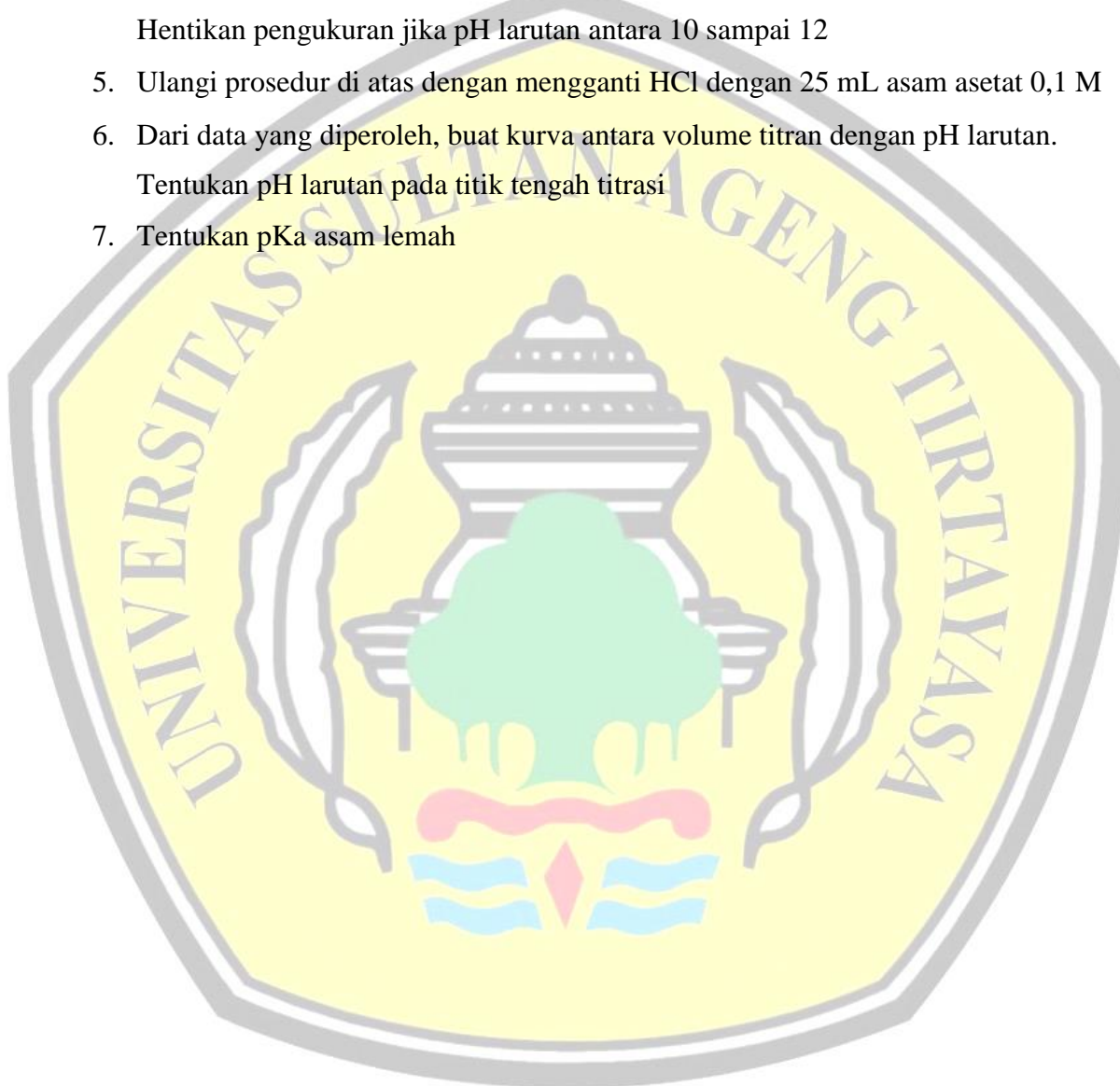


Ket

1. Statif
2. Batang magnet
3. Magnetic Stirrer
4. Buret
5. Electrode holder
6. Elektroda pH
7. Gelas beker
8. pH meter

2.4 Prosedur

1. Kalibrasi pH meter dengan larutan Buffer pH 7 dan pH 4
2. Masukkan 25 mL larutan 0,1 M HCl ke dalam erlenmeyer dan tempatkan di atas alat pengaduk magnetik. Celupkan elektroda pH ke dalam larutan ini
3. Ukur pH sambil mengaduk larutan.
4. Tambahkan 0,5 mL larutan NaOH 0,1 M dan catat pH larutan. Ulangi pengukuran pH pada setiap penambahan 0,5 mL larutan basa (0,1 mL di sekitar titik ekuivalen). Hentikan pengukuran jika pH larutan antara 10 sampai 12
5. Ulangi prosedur di atas dengan mengganti HCl dengan 25 mL asam asetat 0,1 M
6. Dari data yang diperoleh, buat kurva antara volume titran dengan pH larutan. Tentukan pH larutan pada titik tengah titrasi
7. Tentukan pK_a asam lemah



LEMBAR DATA

PERCOBAAN 2

Kurva Titrasi Asam-Basa

HARI/TANGGAL :

KELOMPOK :

NAMA ANGGOTA :1. NPM:

2. NPM:

3. NPM:

JURUSAN :

ASISTEN :

DATA PERCOBAAN

A. Data titrasi asam kuat-basa kuat

Volume NaOH (mL)	pH	Volume NaOH (mL)	pH
0		13	
0,5		13,5	
1		14	
1,5		14,5	
2		15	
2,5		15,5	
3		16	
3,5		16,5	
4		17	
4,5		17,5	
5		18	
5,5		18,5	
6		19	
6,5		19,5	
7		20	
7,5		20,5	
8		21	
8,5		21,5	
9		22	
9,5		22,5	
10		23	
10,5		23,5	
11		24	
11,5		24,5	
12		25	
12,5			

B. Data titrasi asam lemah-basa kuat

Volume NaOH (mL)	pH	Volume NaOH (mL)	pH
0		13	
0,5		13,5	
1		14	
1,5		14,5	
2		15	
2,5		15,5	
3		16	
3,5		16,5	
4		17	
4,5		17,5	
5		18	
5,5		18,5	
6		19	
6,5		19,5	
7		20	
7,5		20,5	
8		21	
8,5		21,5	
9		22	
9,5		22,5	
10		23	
10,5		23,5	
11		24	
11,5		24,5	
12		25	
12,5			

Tugas

1. Buat kurva titrasi asam-kuat dan basa kuat
2. Buat kurva titrasi asam lemah-basa kuat

Asisten Kimia Analitik

Tanda tangan Praktikan

1.

2.

3.

PERCOBAAN 3

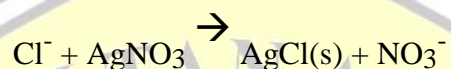
Analisa Klorida dalam Garam Dapur dan Air

Laut 3.1 Tujuan Percobaan

Menentukan kadar Cl dalam garam dapur dan air laut dengan metode Mohr dan Volhard

3.2 Dasar Teori

Menurut Mohr, ion klorida dapat dititrasi dengan larutan perak nitrat dengan indikator kalium kromat (K_2CrO_4) sehingga terjadi endapan dari perak klorida sesuai dengan reaksi



Titik akhir titrasi ditunjukkan dengan adanya endapan perak kromat ($AgCrO_4$) yang berwarna merah kecokelatan. Hal ini menunjukkan Cl^- sudah tepat bereaksi dengan Ag^+ . Adanya kelebihan Ag^+ akan bereaksi dengan CrO_4^{2-} . $AgCl$ akan mengendap terlebih dahulu dibandingkan $AgCrO_4$ karena K_{sp} nya lebih kecil

Prinsip penetapan ion klorida dengan metode volhard adalah dengan mengendapkan klorida dengan perak nitrat berlebih. Kelebihan perak kemudian dititrasi dengan larutan kalium ammonium tiosianat ($KSCN$) menggunakan indikator besi ammonium sulfat (FAS). Titik akhir titrasi ditandai dengan warna merah dari $Fe_3(SCN)_6$ larutan perlu diasamkan untuk menghindari terjadinya hidrolisis.

3.3 Alat dan Bahan

Alat

1. Buret 50 ml
2. gelas piala
3. Labu erlenmeyer
4. Pipet volume 25 mL
5. Pipet tetes
6. Corong

Bahan

1. Larutan $NaCl$ 0,05 M
2. Larutan $AgNO_3$ 0,05 M
3. Larutan K_2CrO_4

4. Larutan sampel: larutan garam dapur dan air laut
5. Larutan KSCN 0,05 N
6. Larutan HNO_3 1:1
7. Indikator FAS
8. Nitrobenzena

3.4 Prosedur

Metode Mohr

A. Standarisasi larutan standar sekunder AgNO_3 sekitar 0,05 N

1. Timbang dengan teliti 0,1462 gram NaCl murni larutkan dengan akuades dan encerkan hingga 50 mL dalam labu ukur 50 mL.
2. Pipet 10 mL larutan NaCl 0,05 M masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, dikerjakan dua kali.
3. Tambahkan indikator 10 tetes K_2CrO_4
4. Titrasi dengan larutan standar AgNO_3 sampai terbentuk warna kuning kemerahan tidak hilang oleh pengocokan selama satu menit
5. Catat volume titrant

B. Penentuan kadar klorida dalam garam dapur dan air laut

1. Pipet sampel sebanyak 5 mL encerkan 20 kali. Pipet aliquot larutan ini sebanyak 25 mL masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, dilakukan dua kali.
2. Tambahkan indikator 10 tetes K_2CrO_4
3. Titrasi dengan larutan standar AgNO_3 yang telah distandarisasi sampai terbentuk warna kuning kemerahan yang tidak hilang oleh pengocokan selama satu menit
4. Catat volume titrant

Metode Volhard

A. Standarisasi larutan KSCN 0,05 N

1. Pipet 25 mL larutan perak nitrat standar (AgNO_3) ke dalam labu erlenmeyer 100 mL, dikerjakan dua kali.
2. Tambahkan 2,5 mL HNO_3 (1;1) dan 0,5 mL indikator FAS (besi(III) tawas)

3. Titrasi dengan larutan KSCN sampai warna merah kecokelatan yang tidak berubah setelah digoyang-goyang.
4. Catat volume titrant

B. Penentuan kadar Cl dalam sampel

1. Timbang sampel garam sebanyak kira-kira 0,5 gram
2. Masukkan ke dalam erlenmeyer bertutup
3. Tambahkan 25 mL air suling dan tambahkan HNO_3 (1:1)
4. Tambahkan larutan perak nitrat berlebih sampai terbentuk endapan
5. Tambahkan 0,5 – 1 mL nitrobenzena
6. Tutup erlenmeyer dan kocok hingga perak klorida berkoagulasi dengan baik (kira-kira 30 detik)
7. Tambahkan indikator FAS
8. Titrasi dengan larutan KSCN hingga timbul warna kemerahan permanen dari $\text{Fe}(\text{SCN})_3$
9. Catat volume titrant

3.5 Tugas Pendahuluan

1. Jelaskan perbedaan prinsip penentuan klorida antara metode Mohr dan Volhard?
2. Jelaskan fungsi penambahan setiap bahan dalam percobaan di atas!

LEMBAR DATA

PERCOBAAN 3

Analisa Klorida dalam Garam Dapur dan Air Laut

HARI/TANGGAL :

KELOMPOK :

NAMA ANGGOTA : 1. NPM:

2. NPM:

3. NPM:

JURUSAN :

ASISTEN :

DATA PRAKTIKUM

A. Metode Mohr

Volume AgNO ₃ (standarisasi)	Volume AgNO ₃ (penentuan Cl)

Kemurnian garam dapur = % NaCl

Kadar Cl⁻ dalam air laut = g/100 mL

B. Metode Volhard

Volume KSCN (standarisasi)	Volume KSCN (penentuan Cl)

Kemurnian garam dapur = % NaCl

Kadar Cl⁻ dalam air laut = g/100 mL

Asisten Kimia Analitik

Tanda tangan Praktikan

1.

2.

3.

.....

PERCOBAAN 4

Analisa Kesadahan Air

4.1 Tujuan Percobaan

Menentukan harga kesadahan air dengan titrasi kompleks

4.2 Dasar Teori

Air sadah adalah air yang banyak mengandung kation yang dapat membentuk senyawa kompleks tidak larut dengan sabun. Kation yang paling berperan dalam kesadahan air adalah Ca^{2+} dan Mg^{2+} . Kesadahan dapat ditentukan dengan titrasi EDTA yang dibufferkan pada pH 10 menggunakan indikator Eriochrome black T (EBT). Kesadahan dinyatakan dalam satuan ppm CaCO_3 .

4.3 Alat dan Bahan

Alat

1. Buret 50 ml
2. Gelas piala
3. Gelas ukur 10 mL
4. Labu erlenmeyer
5. Pipet volume 25 mL
6. Pipet tetes
7. Corong

Bahan

1. $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
2. Larutan EDTA 0,01 M
3. Larutan buffer amonia, pH 10
4. Larutan indikator EBT

4.4 Prosedur

A. Standarisasi EDTA

1. Timbang dengan teliti 0,1437 gram $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ larutkan dengan akuades encerkan hingga 50 mL dalam labu ukur 50 mL.
2. Pipet 25 mL larutan ZnSO_4 ke dalam labu titrasi, kerjakan dua kali.

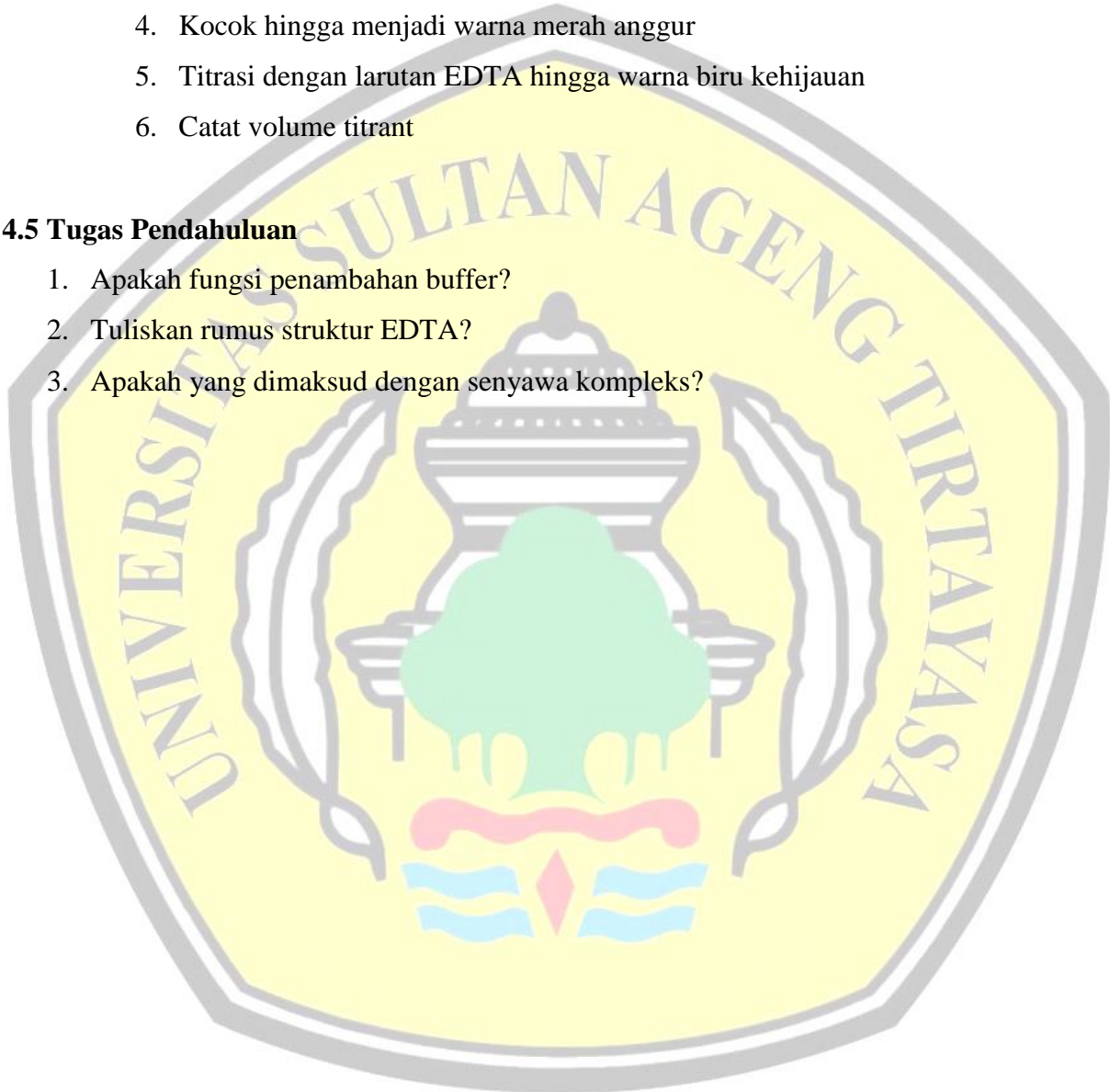
3. Tambahkan 3 tetes indikator EBT dan 3 mL buffer amonia
4. Titrasi dengan larutan EDTA hingga perubahan warna menjadi biru konstan
5. Catat volume titrant

B. Penentuan kesadahan air PDAM

1. Pipet sampel air sebanyak 25 mL, dikerjakan dua kali
2. Tambahkan 3 ml larutan buffer amonia
3. Tambahkan 3 tetes indikator EBT
4. Kocok hingga menjadi warna merah anggur
5. Titrasi dengan larutan EDTA hingga warna biru kehijauan
6. Catat volume titrant

4.5 Tugas Pendahuluan

1. Apakah fungsi penambahan buffer?
2. Tuliskan rumus struktur EDTA?
3. Apakah yang dimaksud dengan senyawa kompleks?



LEMBAR DATA
PERCOBAAN 4
Analisa Kesadahan Air

HARI/TANGGAL :

KELOMPOK :

NAMA ANGGOTA : 1. NPM:

2. NPM:

3. NPM:

JURUSAN _____

ASISTEN _____

DATA PRAKTIKUM

A. Standarisasi EDTA dengan ZnSO_4

Larutan ZnSO_4 0,01 M 25 mL	Volume EDTA (mL)
1	
2	
3	

Konsentrasi EDTA = M

B. Analisa kesadahan air PDAM dengan EDTA

Sampel air 25 mL	Volume EDTA (mL)
1	
2	
3	

Kesadahan air = ppm CaCO_3

Asisten Kimia Analitik

Tanda tangan Praktikan

1.

2.

3.

.....

PERCOBAAN 5

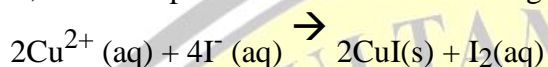
Penentuan Kandungan Tembaga Secara Iodometri

5.1 Tujuan Percobaan

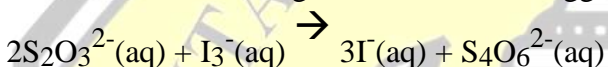
Menentukan kandungan tembaga secara tidak langsung melalui titrasi I_2 dengan tiosulfat

5.2 Dasar Teori

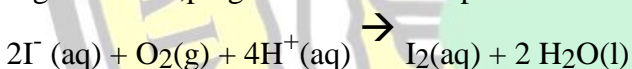
Ion Cu^{2+} di dalam larutan dapat ditentukan dengan metode titrasi iodometri. Pada titrasi ini, ion Cu^{2+} pertama-tama direduksi dengan ion iodida berlebih menurut reaksi



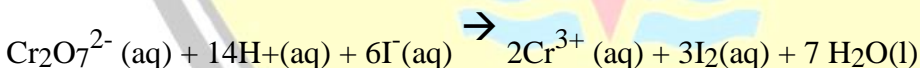
Spesi I_2 yang terbentuk memiliki kelarutan yang kecil dalam air, tetapi kelarutannya akan meningkat jika di dalam larutan terdapat kelebihan iodida sehingga membentuk I_3^{-} . Ion I_3^{-} ini kemudian dititrasi dengan ion tiosulfat menggunakan indikator kanji menurut reaksi.



Molekul β -amilose pada larutan kanji akan berinteraksi dengan I_2 sehingga terbentuk warna biru. Jika seluruh molekul I_3^{-} sudah bereaksi dengan ion tiosulfat, warna biru larutan akan hilang yang menandakan titik akhir titrasi telah tercapai. Titrasi I_2 harus dilakukan sesegera mungkin karena I_2 mudah menguap dan juga mudah bereaksi dengan senyawa-senyawa organik. Disamping itu ion iodida dapat bereaksi dengan oksigen di udara menurut reaksi



Reaksi ini dapat menambah konsentrasi I_2 yang terdapat dalam larutan. Sebelum digunakan untuk titrasi, larutan tiosulfat dibakukan dengan larutan standar dikromat. Pada proses pembakuan ini, di dalam labu titrasi ion dikromat direaksikan dengan iodida berlebih menurut reaksi



Kelebihan I_2 kemudian dititrasi dengan larutan tiosulfat menurut reaksi 2 dengan indikator kanji

5.3 Alat dan Bahan

Alat

1. Buret 50 ml
2. Gelas piala
3. Labu erlenmeyer
4. Labu ukur 100 mL
5. Pipet volume 25 mL
6. Pipet tetes
7. Corong

Bahan

1. Padatan $K_2Cr_2O_7$
2. Larutan HCl 6 M
3. Larutan KI 10%
4. Larutan $Na_2S_2O_3$ 0,5 M
5. Larutan kanji indikator 0,2%
6. Larutan sampel tembaga
7. Larutan H_2SO_4 2 M
8. Akuades

5.4 Prosedur

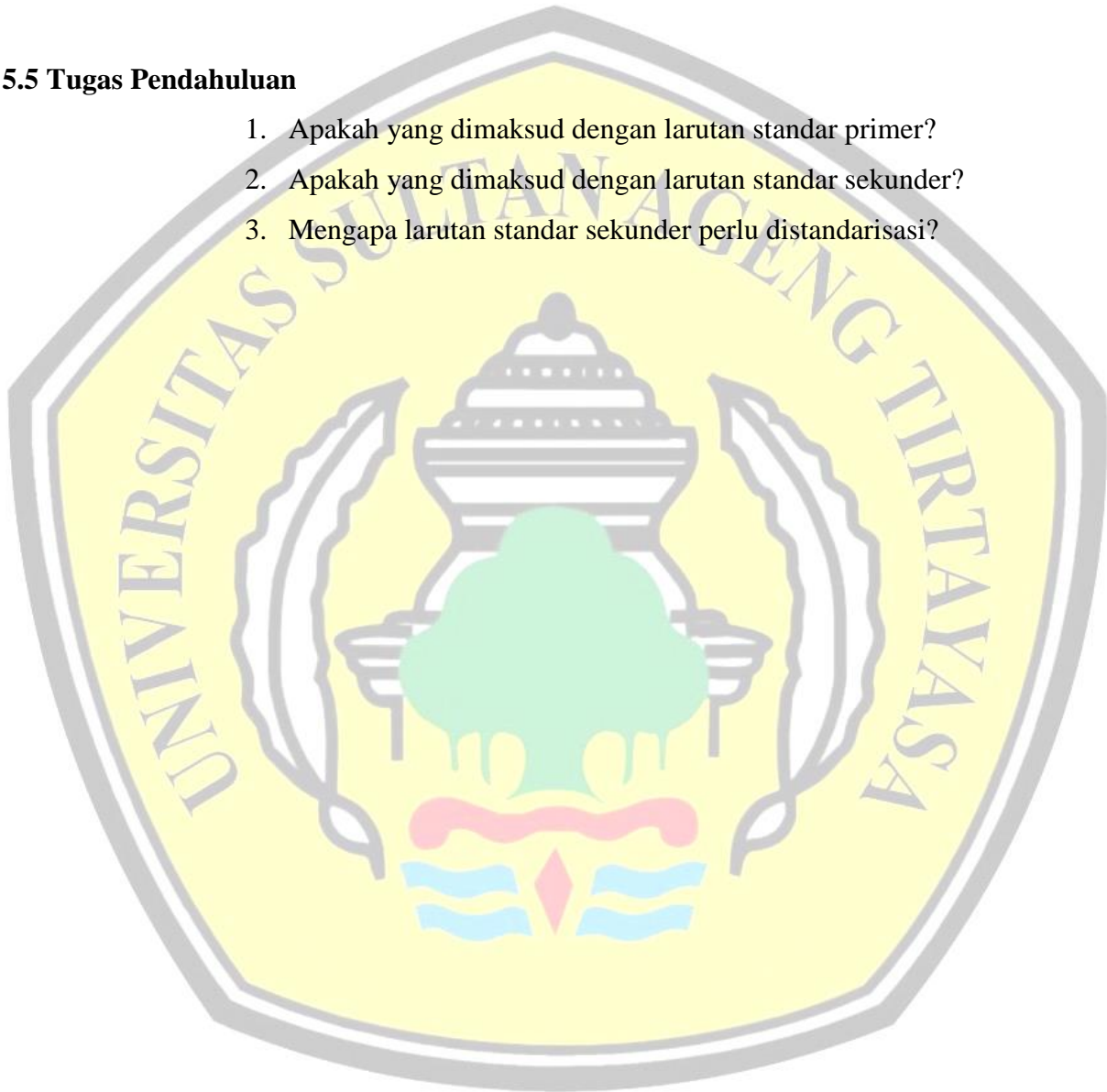
- A. Standarisasi larutan $Na_2S_2O_3$ dengan larutan standar primer $K_2Cr_2O_7$
1. Tempatkan 40 mL larutan $Na_2S_2O_3$ 0,5 M dalam gelas kimia 500 mL dan encerkan hingga 200 mL
 2. Tempatkan larutan ini dalam buret
 3. Timbang dengan tepat padatan $K_2Cr_2O_7$ ($\pm 1,23$ gram), kemudian larutkan dalam labu takar 250 mL
 4. Pipet 25,00 mL larutan ini dan masukkan ke dalam labu titrasi, tambahkan 10 mL larutan KI 10%, 10 mL HCl 6 M dan sedikit aqua DM
 5. Titrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ sampai warna coklat I_2 hampir hilang kemudian tambahkan 2 mL larutan amilum 0,2 %. Lanjutkan titrasi dengan $Na_2S_2O_3$ sampai warna biru tepat hilang dan terlihat warna hijau. Lakukan duplo
 6. Tentukan konsentrasi $Na_2S_2O_3$ dengan tepat

B. Penentuan kadar tembaga dalam sampel

1. Pipet 25 mL sampel tembaga ke dalam labu titrasi tambahkan 10 mL larutan KI 10% dan 5 mL larutan H_2SO_4 2 M
2. Titrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampai warna coklat I_2 hampir hilang kemudian tambahkan 2 mL larutan amilum 0,2 %. Lanjutkan titrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampai terlihat endapan putih susu. Lakukan duplo!
3. Tentukan kadar tembaga dalam sampel.

5.5 Tugas Pendahuluan

1. Apakah yang dimaksud dengan larutan standar primer?
2. Apakah yang dimaksud dengan larutan standar sekunder?
3. Mengapa larutan standar sekunder perlu distandarisasi?



LEMBAR DATA

PERCOBAAN 5

Penentuan Kandungan Tembaga Secara Iodometri

HARI/TANGGAL :

KELOMPOK :

NAMA ANGGOTA : 1.NPM:

2. NPM:

3.NPM:

JURUSAN :

ASISTEN :

DATA PRAKTIKUM

A. Standarisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Padatan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)
1	
2	
3	

Larutan sampel	Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)
1	
2	
3	

Kadar Cu^{2+} dalam sampel =ppm

Asisten Kimia Analitik

Praktikan

1.....

2.

3.

.....

PERCOBAAN 6

Analisa Spektrofotometri

6.1 Tujuan Percobaan

1. Mengetahui prinsip kerja alat spektrofotometer
2. Menentukan konsentrasi ion logam dengan alat spektronik

6.2 Dasar Teori

Suatu larutan yang mempunyai warna yang khas, dapat menyerap sinar dengan panjang gelombang tertentu. Intensitas sinar yang diserap adalah sedemikian rupa dan mempunyai hubungan yang eksak dengan konsentrasi. Dengan membandingkan intensitas serapan sinar pada cuplikan yang tidak diketahui konsentrasinya dengan suatu larutan standard maka konsentrasi larutan cuplikan dapat diketahui. Dengan catatan antara cuplikan yang akan ditentukan konsentrasinya dengan larutan standar harus diperlakukan sama dengan pembentukan kompleks berwarna.

Prinsip kerja spektrofotometer adalah jika sinar baik polikromatis maupun monokromatis mengenai suatu media maka intensitasnya akan berkurang. Berkurangnya intensitas sinar terjadi karena adanya serapan oleh media tersebut dan sebagian kecil dipantulkan atau dihamburkan

Dalam percobaan ini, intensitas sinar setelah melalui larutan diukur. Intensitas sinar yang diserap dapat ditentukan dengan membandingkan intensitas tanpa ada serapannya dengan yang ada serapannya. Larutan yang tidak memiliki serapan dinamakan larutan blangko yaitu pelarut sebelum ditambahkan kompleks berwarna. Dengan blangko ini, intensitas yang terukur adalah intensitas yang mula-mula dikurangi kehilangan intensitas karena pantulan dan hamburan

Apabila blangko digantikan dengan larutan yang akan diselidiki maka intensitas mula-mula adalah intensitas yang dikoreksi. Untuk mendapatkan hasil yang sempurna, sinar yang digunakan harus sinar monokromatis dan dipilih yang benar-benar diserap oleh larutan yang akan diselidiki.

Pemilihan panjang gelombang pada larutan adalah yang mempunyai serapan maksimum. Untuk larutan yang mempunyai lebih dari satu serapan maksimum dipilih panjang gelombang yang sesuai daerah konsentrasi.

Panjang gelombang yang digunakan adalah pada serapan maksimum, dengan alasan pada serapan maksimum perubahan absorbansi dengan perubahannya konsentrasi akan lebih sensitif dan lebih cepat

Perubahan absorbansi pada konsentrasi yang berbeda-beda jika mengikuti Hukum Beer akan terlihat pada grafik dengan garis lurus melalui titik pusat

Hubungan antara absorbansi dan konsentrasi larutan diluiskan dalam persamaan berikut

$$\text{Log } I_0/I_t = \epsilon bC$$

Keterangan

I_0 = intensitas mula-mula

I_t = intensitas setelah melalui media

ϵ = absorptivitas molar

b = tebal media larutan (kuvet)

C = konsentrasi larutan

Persamaan ini dikenal dengan Hukum Lambert Beer atau sering disebut Hukum Beer.

6.3 Alat dan Bahan

Alat

1. Spectronic 20
2. Kuvet
3. Buret 50 mL
4. Labu ukur 10 mL
5. Pipet volume 10 mL
6. Pipet tetes

Bahan

1. Larutan Cu^{2+} 0,1 M
2. Larutan Ni^{2+} 0,1 M
3. Larutan Fe^{3+} 0,1 M
4. HNO_3 0,01 M
5. Amonia
6. KSCN
7. Larutan sampel
8. Aquades

6.4 Prosedur

a. Persiapan larutan stok

1. siapkan 100 mL larutan stok Ni^{2+} , Cu^{2+} , dan Fe^{3+} 0,1 M.
2. Masukkan garam logam ke dalam labu ukur 100 mL, yang sudah terisi setengahnya dengan HNO_3 0,01 M dan agent pengomplek (lihat Tabel 6.1) dan kemudian encerkan hingga batas dengan HNO_3 0,01 M. Catat konsentrasi larutan stok

Tabel 6.1 Komposisi larutan

Ion logam	Volume zat Pengompleks
Cu^{2+}	10 mL NH_3 pekat
Ni^{2+}	10 mL NH_3 pekat
Fe^{3+}	20 mL KSCN 0,1 M

b. Pembuatan larutan standar

Siapkan larutan dalam tabel 6.2 menggunakan labu ukur bersih ukuran 25 mL atau menggunakan tabung reaksi. Gunakan pipet untuk mengeluarkan larutan.

Tabel 6.2 Deret larutan standar

Larutan standar	Larutan logam (mL)	HNO_3 0,01 M
blanko	0	25 mL
1	1	24 mL
2	5	20 mL
3	10	15 mL
4	15	10 mL
5	20	5 mL

c. Pengukuran dengan Spektrofotometer

1. Sambil mempersiapkan larutan-larutan tersebut di atas, hidupkan alat spektrofotometer dan biarkan kurang lebih 10 menit untuk pemanasan (**perhatian: harus di bawah pengawasan asisten**).
2. Set panjang gelombang pada 350 nm

d. Pencarian panjang gelombang maksimum

1. Cuci kuvet dengan larutan blanko
2. Masukkan larutan blanko ke dalam kuvet kira-kira 3 mL
3. Tempatkan dalam kompartemen sampel

4. Absorbansi blank harus nol
 5. Keluarkan kuvet berisi blanko tadi
 6. Masukkan larutan logam 5 ke dalam kuvet kira-kira 3 mL
 7. Masukkan kuvet dengan larutan logam pada kopartemen sampel
 8. Lakukan pemindaian (scanning) panjang gelombang dari 350 nm – 600 nm
 9. Tentukan panjang gelombang maksimum
- e. Pembuatan kurva kalibrasi
1. Masukkan masing-masing larutan standar 1 - 5 ke dalam kuvet kira-kira 3 mL.
 2. Masukkan kuvet ke dalam spektrofotometer dan ukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum. Setiap pengamatan harus dicek dengan larutan blanko.
 3. Catat absorbansi setiap larutan
- f. Menentukan konsentrasi dalam sampel
1. Ambil larutan sampel minta kepada asisten
 2. Masukkan sampel ke dalam kuvet kira-kira 3 mL
 3. Masukkan ke dalam spektrofotometer dan ukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum. Setiap pengamatan larutan harus dicek dengan larutan blanko
 4. Catat absorbansi sampel

6.5 Tugas Pendahuluan

1. Apakah yang dimaksud dengan larutan standar dan larutan blanko?
2. Apakah syarat senyawa yang akan dianalisa dengan spektrofotometer UV Visible?
3. Jelaskan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi?
4. Apakah yang dimaksud dengan panjang gelombang maksimum dan mengapa pengukuran harus dilakukan pada panjang gelombang ini?

LEMBAR DATA

PERCOBAAN 6

Analisa Spektrofotometer

HARI/TANGGAL :

KELOMPOK :

NAMA ANGGOTA : 1.

NPM:

2.

NPM:

3.

NPM:

JURUSAN :

ASISTEN :

DATA PRAKTIKUM

A. Panjang gelombang maksimum

Kompleks $\text{Cu}(\text{NH}_3)$: nm

Kompleks $\text{Ni}(\text{NH}_3)$: nm

Kompleks $\text{Fe}(\text{SCN})$: nm

B. Pembuatan kurva standar

Konsentrasi larutan standar (M)	% T			A		
	Cu^{2+}	Ni^{2+}	Fe^{3+}	Cu^{2+}	Ni^{2+}	Fe^{3+}

Buatlah kurva yang merupakan absorbansi versus transmitansi! jika pengukuran benar kurva akan merupakan garis lurus sehingga persamaannya adalah $y = mx + c$ ini akan analog dengan persamaan Lambert Beer $A = \epsilon bC$ atau $A = kC$, nilai k dapat dicari dari slopenya. Slope dapat dicari dengan regresi linier

C. Penentuan konsentrasi sampel

Dari persamaan $A = kC$ dengan nilai k dicari dari grafik maka konsentrasi dapat ditentukan

$$C = A/k$$

Larutan sampel	% T			A			C		
	Cu^{2+}	Ni^{2+}	Fe^{3+}	Cu^{2+}	Ni^{2+}	Fe^{3+}	Cu^{2+}	Ni^{2+}	Fe^{3+}
1									
2									
3									

Konsentrasi sampel $\text{Cu}^{2+} = \dots\dots\dots \text{M}$

Konsentrasi sampel $\text{Ni}^{2+} = \dots\dots\dots \text{M}$

Konsentrasi sampel $\text{Fe}^{3+} = \dots\dots\dots \text{M}$

Asisten Kimia Analitik

Praktikan

1.
2.
3.

.....

PERCOBAAN 7

Analisa Aspirin dan Kafeina Dalam Tablet

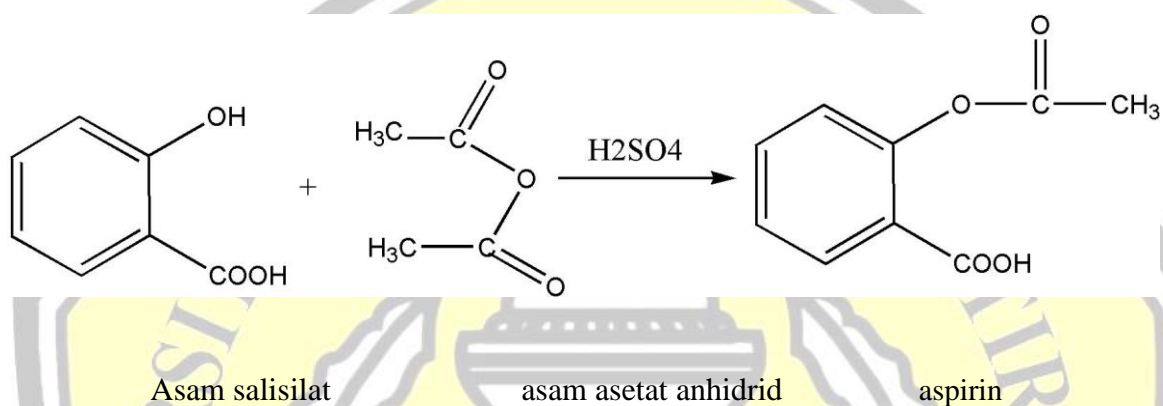
7.1 Tujuan Percobaan

Menentukan kadar aspirin dan kafeina dalam tablet

7.2 Dasar Teori

Aspirin

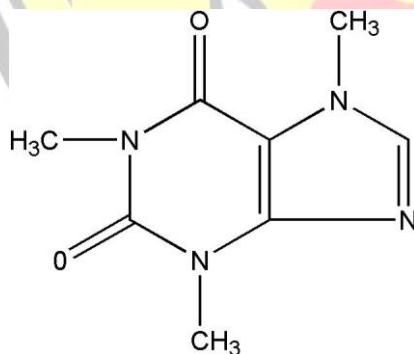
Aspirin merupakan ester dari asam salisilat dengan asetil klorida atau asam asetat anhidrid. Senyawa aspirin bersifat asam. Reaksi pembuatan aspirin adalah sebagai berikut



Untuk mengetahui kadar aspirin dalam sampel dapat dilakukan titrasi dengan NaOH 0,1 N dengan indikator phenolftalein. Titrasi dapat diakhiri jika terjadi perubahan warna yang konstan selama kurang lebih satu menit dari indikator phenolftalein

Kafeina

Kafeina merupakan golongan alkaloida yang diturunkan dari aspirin dengan rumus bangun sebagai berikut.



Kafeina terdapat dalam biji kopi (0,5 %) dan dalam teh (2 – 4 %) yang memiliki efek psikologis sebagai stimulan. Ikatan rangkap dari kafeina dapat mengadisi iod. Untuk menentukan kadar kafeina maka larutan sampel yang mengandung kafeina ditambahkan

larutan iod yang telah diketahui volume dan konsentrasinya. Kelebihan iod setelah terjadi reaksi adisi dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) sehingga iod yang teradisi oleh kafeina dapat diketahui

7.3 Alat dan Bahan

Alat

1. Lumpang dan mortar porselen
2. Gelas piala 100 mL
3. Erlenmeyer 250 mL
4. Gelas ukur 10 mL
5. Buret 50 mL
6. Batang pengaduk
7. Labu ukur 100 mL
8. Corong
9. Pipet volume 10 mL dan 25 mL
10. Botol semprot

Bahan

1. Larutan H_2SO_4 10%
2. Larutan NaOH 0,1 M
3. Indikator phenolptalein
4. Larutan iodin 0,1 M
5. Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 M
6. Indikator amilum
7. Sampel tablet pereda sakit kepala
8. Larutan alkohol netral
9. Kertas saring

7.4 Prosedur

A. Standarisasi larutan NaOH 0,1 M dengan Kalium hidrogen ftalat ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)

1. Pipet dengan teliti 25 mL larutan kalium hidrogen ftalat 0,1 M masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL. Lakukan dua kali.
2. Tambahkan indikator pp kemudian titrasi dengan larutan NaOH hingga titik ekuivalen

B. Analisa aspirin

1. Suatu tablet yang akan dianalisa dimasukkan ke dalam lumpang porselen, digerus sampai halus kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL
2. Lumpang dicuci dengan 25 mL alkohol netral sehingga bersih, kemudian alkohol tersebut dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Erlenmeyer digoyang-goyang selama 5 menit, lalu dipanaskan hingga mendidih pada lampu spiritus atau hot plate.
3. Tambahkan 5 ml air suling dan 1 – 2 tetes indikator pp. Titrasi dengan NaOH 0,1 M sampai timbul warna merah jambu tetap selama 1 menit

C. Analisa Kafeina

1. Haluskan tablet yang akan dianalisa, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, cuci porselen dengan alkohol netral 25 mL. Aduk dan goyang-goyangkan labu ukur selama 10 menit
2. Tambahkan 5 mL H_2SO_4 10% dan 20 mL larutan iod 0,1 M kemudian encerkan sampai batas. Kocok dan biarkan selama 10 menit kemudian disaring. Pipetkan 20 mL larutan masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL. Tambahkan larutan kanji sebagai indikator lalu titrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 M sampai warna biru hilang.

7.5 Tugas Pendahuluan

1. Mengapa larutan NaOH distandarisasi dengan larutan KHP?
2. Sebutkan nama IUPAC aspirin?
3. Apakah yang dimaksud dengan titrasi langsung, titrasi tidak langsung, dan titrasi balik?
4. Termasuk dalam kategori apa analisa aspirin dan analisa kafein pada percobaan di atas?
5. Bagaimana cara perhitungan menentukan kadar aspirin?
6. Bagaimana cara perhitungan menentukan kadar kafein?

LEMBAR DATA

PERCOBAAN 7

Analisa Aspirin dan Kafeina dalam Tablet

HARI/TANGGAL :

KELOMPOK :

NAMA ANGGOTA : 1. NPM:

2. NPM:

3. NPM:

JURUSAN :

ASISTEN :

DATA PRAKTIKUM

A. Standarisasi NaOH

Volume KHP 0,1 M (mL)	Volume NaOH (mL)

Konsentrasi NaOH = M

B. Analisa Aspirin

Berat tablet (gram)	Volume NaOH (mL)

Kadar aspirin =% (w/w)

Asisten Kimia Analitik

Tanda tangan Praktikan

1.

2.

3.

.....

DAFTAR PUSTAKA

Harvey, D., 2000, Modern Analytical Chemistry, Mc. Graw Hill Company

Fritz, Schenk, 1987, Quantitative Analytical Chemistry, Allyn and Bacon, Inc.

Buchari, Indra Noviandri, 2010, Petunjuk Praktikum Dasar-Dasar Kimia Analitik, Laboratorium Kimia Analitik, FMIPA, ITB

