

MODUL
PRAKTIKUM TEKNIK KIMIA I
KIMIA ANALISA
(PTK I)



Disusun oleh :

Susanty, S.Pd, M.Si

Drs. Adiwarna, M.Si

LABORATORIUM TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH JAKARTA

2021




LEMBAR PENGESAHAN



Jakarta, Maret 2021

Menyatakan bahwa Modul Praktikum Teknik Kimia 1 (PTK 1)

Telah disusun, disetujui, dan diketahui oleh :

<p>Mengetahui, Ketua Jurusan Teknik Kimia</p>  <p><u>Ika Kurniaty, ST, MT.</u> NIDN. 0315108604</p>	<p>Menyetujui, Kepala Laboratorium Teknik Kimia</p>  <p><u>Susanty, S.Pd., M.Si.</u> NIDN.0306118102</p>	<p>Penyusun, Kepala Unit Laboratorium Kimia Analisis (PTK 1)</p>  <p><u>Susanty, SPd., Msi.</u> NIDN. 0306118102</p>
--	---	---

**VISI DAN MISI PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH JAKARTA**

Visi

Menjadi program studi teknik kimia yang terkemuka, modern dan islami untuk dapat berkontribusi pada pengembangan nasional pada tahun 2025.

Misi

1. Menyelenggarakan pembinaan kehidupan islami kepada civitas akademika program studi teknik kimia.
2. Menyelenggarakan proses pembelajaran dengan mengoptimalkan pemanfaatan teknologi terkini
3. Melaksanakan penelitian dan publikasi yang inovatif, bidang rekayasa teknik kimia dengan bidang fokus teknologi material agroindustry energy dan lingkungan
4. Melaksanakan pengabdian kepada masyarakat yang dapat meningkatkan kesejahteraan.
5. Mengembangkan sumber daya manusia (dosen, mahasiswa, dan tenaga kependidikan) yang berkualitas.
6. Menjalin kerja sama yang produktif dan berkelanjutan dengan institusi pendidikan riset industri dan organisasi yang relevan.
7. Menanamkan sikap profesional dan jiwa kewirausahaan.

DAFTAR ISI

Lembar Pengesahan Modul Praktikum Teknik Kimia I	
Visi Misi Fakultas dan Jurusan Teknik Kimia	
Daftar Isi	i
Peraturan Laboratorium PTK I	ii
Tata Tertib Laboratorium PTK I	iii
PERCOBAAN I Titrasi Alkalimetri i	1
PERCOBAAN II Titrasi Asidimetri	9
PERCOBAAN III Permanganometri	13
PERCOBAAN IV Titrasi Iodometri	17
PERCOBAAN V Gravimetri	23
PERCOBAAN VI Kromatografi.....	27
PERCOBAAN VII Spektrofotometri (Analisa CuSO ₄)	36
PERCOBAAN VIII Analisa Protein	44
PERCOBAAN IX Analisa Karbohidrat	51
PERCOBAAN X Analisa Lemak	55
Daftar Pustaka	63

PERATURAN LABORATORIUM PTK I

1. Praktikan yang akan mengikuti praktikum harus mencantumkan mata kuliah PTK I dalam KRS.
2. Pelaksanaan praktikum dilakukan menggunakan media pembelajaran daring dan luring dengan kapasitas praktikan hanya 50% di setiap pekannya agar sesuai dengan protokol kesehatan dan praktikum luring yang dilakukan hanya 30% dari judul percobaan yang tertera pada modul.
3. Praktikan harus mengikuti tes tulis ujian masuk PTK I via media online yang disediakan oleh kampus.
4. Praktikan harus mengetahui dan memahami teori dan prosedur percobaan dengan baik, oleh karenanya Praktikan diharuskan mengikuti *pre-test* dan *post-test* yang diadakan sebelum dan sesudah praktikum.
5. Semua proses, hasil, dan data pengamatan selama praktikum harus dicatat sesuai dengan petunjuk praktikum.
6. Mengumpulkan laporan hasil sementara setelah praktikum kepada asisten.
7. Praktikum-pratikum yang gagal pada percobaan pertama akan dilakukan pengulangan setelah seluruh percobaan selesai.
8. Membuat laporan awal praktikum dan mengumpulkannya ke asisten sebelum percobaan di laboratorium.
9. Membuat laporan akhir setelah praktikum dan mengumpulkannya selambat-lambatnya satu minggu setelah melakukan percobaan di laboratorium.
10. Apabila Praktikan tidak mengumpulkan laporan akhir praktikum sebelumnya, maka tidak diperkenankan untuk mengikuti praktikum selanjutnya.
11. Laporan praktikum harus ditulis tangan.
12. **Praktikan wajib hadir** setiap pertemuan praktikum, jika **tidak hadir** maka Praktikan tersebut dapat dinyatakan **tidak lulus**, kecuali ada musibah, membawa surat ijin dokter, atau surat tugas kerja dari perusahaan tempat bekerja maka dapat dijadwalkan praktikum susulan.
13. Bagi Praktikan yang melanggar peraturan dan tata tertib akan diberikan sanksi sesuai dengan pelanggarannya.

Jakarta, Maret 2021

Ka. Unit Laboratorium PTK I

SUSANTY, S.Pd, M.Si

TATA TERTIB

Jika dilakukan pada saat luring, Para Praktikan yang akan mengikuti Praktikum di Laboratorium PTK I diwajibkan mematuhi peraturan tata tertib sebagai berikut :

1. Telah hadir di laboratorium 15 menit sebelum jam praktikum di mulai.
2. Memberikan keterangan pesan atau surat dokter, dan sebagainya bila berhalangan datang.
3. Bila praktikum sudah berlangsung 15 menit, maka Praktikan yang terlambat tidak diperkenankan mengikuti praktikum pada hari tersebut.
4. Para Praktikan diwajibkan memakai jas lab waktu bekerja di laboratorium.
5. Sebelum memulai praktikum alat-alat praktikum yang ada di lemari di periksa terlebih dahulu, jika tidak sesuai dengan daftar yang tersedia laporkan pada asisten.
6. Selama praktikum dilarang pinjam alat-alat Laboratorium kepada Praktikan, kecuali kepada asisten yang bertugas.
7. Alat-alat yang di pinjam, jika hilang atau pecah atau tertukar dan tidak ada yang mengetahui adalah tanggung jawab Praktikan yang terakhir menempati meja tersebut.
8. Selama jam praktikum Praktikan dilarang meninggalkan Laboratorium tanpa izin asisten.
9. Bila praktikum sudah selesai para Praktikan wajib membersihkan alat-alat yang digunakan dan merapihkan kembali dalam lemari serta meja yang ditinggalkan harus dalam keadaan rapih.
10. Selama berada dalam Laboratorium Praktikan dilarang merokok, makan, minum, dan membuat gaduh suasana.

Jakarta, Maret 2021

Ka. Unit Laboratorium PTK I

SUSANTY, S.Pd, M.Si

PERCOBAAN I

TITRASI ALKALIMETRI

I. JUDUL PERCOBAAN : TITRASI ALKALIMETRI

II. PRINSIP PERCOBAAN

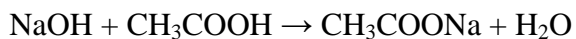
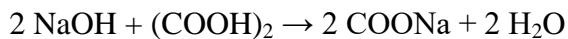
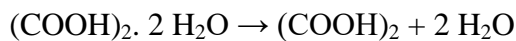
Reaksi penggaraman dan reaksi netralisasi

III. MAKSUD DAN TUJUAN

- Praktikan memahami konsep dasar reaksi penggaraman dan netralisasi
- Untuk mengetahui konsentrasi larutan asam

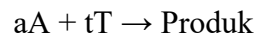
IV. REAKSI PERCOBAAN

Titration Alkalimetri



V. TEORI PERCOBAAN

Titration merupakan salah satu cara untuk menentukan konsentrasi larutan suatu zat dengan cara mereaksikan larutan tersebut dengan zat lain yang diketahui konsentrasinya. Pereaksi yang direaksikan tersebut disebut *larutan baku atau standar*. Reaksi penetralan dalam analisis titimetri lebih dikenal sebagai reaksi asam-basa. Reaksi ini menghasilkan larutan yang pH-nya lebih netral. Secara umum metode titimetri didasarkan pada reaksi kimia sebagai berikut:



Dimana a molekul analit A bereaksi dengan t molekul pereaksi T untuk menghasilkan produk yang sifat pH-nya netral. Dalam reaksi tersebut salah satu larutan (larutan standar) konsentrasi dan pH-nya telah diketahui. Saat ekivalen mol titran sama dengan mol analitnya begitu pula mol ekivalennya juga berlaku sama.

$$n_{\text{titran}} = n_{\text{analit}}$$

$$n_{\text{eq titran}} = n_{\text{eq analit}}$$

Dengan demikian secara stoikiometri dapat ditemukan konsentrasi larutan kedua. Dalam analisis titimetri, sebuah reaksi harus memenuhi beberapa persyaratan sebelum reaksi tersebut dapat dipergunakan, diantaranya:

1. Reaksi itu sebaiknya diproses sesuai persamaan kimiawi tertentu dan tidak adanya reaksi sampingan.
2. Reaksi itu sebaiknya diproses sampai benar-benar selesai pada titik ekuivalensi. Dengan kata lain konstanta kesetimbangan dari reaksi tersebut haruslah amat besar. Maka dari itu dapat terjadi perubahan yang besar dalam konsentrasi analit (atau titran) pada titik ekuivalensi.
3. Diharapkan tersedia beberapa metode untuk menentukan kapan titik ekuivalen tercapai. Dan diharapkan pula beberapa indikator atau metode instrumental agar analisis dapat menghentikan penambahan titran.
4. Diharapkan reaksi tersebut berjalan cepat, sehingga titrasi dapat dilakukan hanya beberapa menit.

Dalam praktik di laboratorium umumnya digunakan larutan dari asam dan basa dengan konsentrasi yang diinginkan kemudian distandarisasi dengan larutan standar primer. Reaksi antara zat yang dipilih sebagai standar utama dan asam atau basa harus memenuhi syarat-syarat untuk analisis titrimetri. Selain itu, standar utama harus memenuhi karakteristik sebagai berikut:

1. Tersedia dalam bentuk murni atau dalam keadaan yang diketahui kemurniannya. Umumnya jumlah total pengotor tidak melebihi 0,01 - 0,02 %, dan diuji adanya pengotor dengan uji kualitatif yang diketahui kepekaannya.
2. Zat tersebut mudah mengering dan tidak terlalu higroskopis (mudah menyerap air), hal itu mengakibatkan air akan ikut saat penimbangan. Zat itu tidak boleh kehilangan berat saat terpapar di udara. Pada umumnya hidrat-hidrat tidak digunakan sebagai standar utama.
3. Standar utama sebaiknya memiliki berat ekuivalen tinggi, yang bertujuan untuk meminimalkan akibat-akibat dari kesalahan saat penimbangan.
4. Asam-basa itu cenderung kuat, yakni sangat terdisosiasi. Namun, asam-basa lemah dapat digunakan sebagai standar utama, tanpa kerugian yang berarti khususnya ketika larutan standar itu akan digunakan untuk menganalisis sampel dari asam atau basa lemah.

Titration alkalimetry is a titration process to determine the concentration of an acid by using a basic solution as a standard. The reaction that occurs in principle is a neutralization reaction, namely the formation of a salt and H₂O neutral (pH = 7) as a result of the reaction between H⁺ from an acid and OH⁻ from a base.

Reaction stoichiometry, in practical conditions, cannot be observed visually but can be observed with the help of an indicator (acid-base) which has a specific color at a certain pH. Like the indicator *phenolphthalein* (PP) will turn pinkish-red at pH 8.3-10.

Contoh bahan standar utama alkalimetri adalah :

1. Kalium hidrogen fosfat (KHC₈H₄O₄), umumnya dipakai untuk larutan basa.
2. Asam oksalat (COOH)₂, untuk larutan basa kuat.
3. Asam benzoat (C₇H₆O₂), untuk menstandarisasi larutan basa.
4. Asam sulfamat (HSO₃NH₂), untuk menstandarisasi basa kuat.
5. Asam sulfosalisilat (C₇H₆O₃), untuk larutan basa.

Various acids and bases, both inorganic and organic, can be determined by acid-base titration, including nitrogen, sulfur, boron, carbonate, organic functional groups, and others.

Macam-macam titrasi asam-basa diantaranya :

- Titration strong acid with strong base
- Titration weak acid with strong base
- Titration weak base with strong acid
- Titration mixture of two types or bases with different strengths

Berikut adalah beberapa istilah dalam titrimetri :

1. Standard solution : solution whose concentration is known or can be known with certainty or that can be used to find the concentration of another substance. The general formula to know the concentration of another substance from a solution is :

$$N = \frac{gr}{BE} \times \frac{1000}{V}$$

Ket : *gr* = bobot atau berat zat

BE = bobot ekuivalen zat = $BM = \left(\frac{Mr}{n}\right)$, dimana *n* = faktor ekuivalen

V = volume larutan

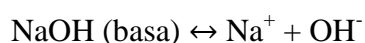
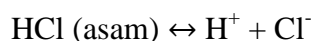
- a. Larutan baku primer : konsentrasinya dapat diketahui secara langsung dengan perhitungan sehingga dapat langsung digunakan untuk menetapkan konsentrasi zat lain. Maka dalam penimbangan dan pembuatannya harus dilakukan dengan teliti dan akurat.
 - b. Larutan baku sekunder : konsentrasinya tidak dapat diketahui secara langsung, harus dilakukan dahulu dengan standar primer, baru dapat digunakan untuk menetapkan konsentrasi zat lain. Tidak seperti halnya baku primer, dalam penimbangan dan pembuatan larutan baku sekunder tidak harus teliti dan akurat karena nantinya akan dibakukan dengan larutan baku primer.
2. Titik ekuivalen (setara) : titik dimana jumlah titran dengan titrat adalah sama secara stoikiometris.
 3. Titik akhir : titik dimana terjadi perubahan warna atau kekeruhan yang menandai berakhirnya suatu titrasi. Secara teoritis titik ekuivalen harus sama dengan titik akhir.

Penggolongan teknik titrasi :

1. Titrasi Langsung (*Direct Titration*) : larutan contoh langsung dititrasi dengan larutan standar, misalnya titrasi antara NaOH dengan HCl.
2. Titrasi Tidak Langsung (*Back Titration*) : cara ini digunakan jika zat yang berada di dalam contoh tidak bereaksi dengan larutan baku atau bereaksinya sangat lamban. Dalam kasus ini harus ditambahkan ke dalam larutan contoh sejumlah tertentu zat ketiga yang berlebihan, kemudian kelebihan zat ketiga dititrasi dengan larutan baku.
3. Titrasi Penggantian (*Displacement Titration*)
 Cara ini dilakukan bila ion yang ditetapkan :
 - a. Tidak bereaksi langsung dengan larutan baku
 - b. Tidak bereaksi secara stoikiometri dengan larutan baku
 - c. Tidak saling mempengaruhi (*not interact*) dengan larutan penunjuk

Terdapat beberapa teori asam-basa, yaitu :

1. *Teori Arrhenius*. Menurut Arrhenius asam adalah zat yang dalam air menghasilkan ion H^+ dan basa adalah zat yang dalam air menghasilkan ion OH^- .



Sehingga ion yang bereaksi menghasilkan $H^+ + OH^- \leftrightarrow H_2O$

2. *Teori Bronsted-Lawrey*. Asam adalah zat yang dapat melepaskan proton (proton donor), sedangkan basa adalah zat yang dapat mengikat proton (proton akseptor).
3. *Teori Lewis*. Asam adalah zat yang dapat mengikat elektron (elektron akseptor), sedangkan basa adalah zat yang dapat melepaskan elektron (elektron donor).

Beberapa indikator titrasi asam-basa pada tabel di bawah ini :

Indicator	Low pH color	Transition pH range	High pH color
Gentian violet (Methyl violet)	yellow	0.0 – 2.0	blue-violet
Leucolomalachite green (first transition)	yellow	0.0 – 2.0	green
Leucolomalachite green (second transition)	green	11.6 – 14.0	colorless
Thymol blue (first transition)	red	1.2 – 2.8	yellow
Thymol blue (second transition)	yellow	8.0 – 9.6	blue
Methyl yellow	red	2.9 – 4.0	yellow
Bromophenol blue	yellow	3.0 – 4.6	purple
Congo red	blue-violet	3.0 – 5.0	red
Methyl orange	red	3.1 – 4.4	orange
Bromocresol green	yellow	3.8 – 5.2	blue-green
Methyl red	red	4.4 – 6.2	yellow
Methyl red	red	4.5 – 5.2	green
Azolitmin	red	4.5 – 8.3	blue
Bromocresol purple	yellow	5.2 – 6.8	purple
Bromocresol blue	yellow	6.0 – 7.6	blue
Phenol red	yellow	6.8 – 8.4	red
Neutral red	red	6.8 – 8.0	yellow
Naphtholphthalein	colorless to reddish	7.3 – 8.7	greenish to blue
Cresol red	yellow	7.2 – 8.8	reddish-purple
Phenolphthalein	colorless	8.3 – 10.0	fuchsia
Thymolphthalein	colorless	9.3 – 10.5	blue
Alizarine yellow R	yellow	10.2 – 12.0	red
Litmus	red	4.5 – 8.3	blue

VI. ALAT DAN BAHAN

A. ALAT

1. Neraca atau timbangan
2. Buret
3. Bulp
4. Labu ukur
5. Pipet ukur
6. Erlenmeyer
7. Labu semprot
8. Statif + klaim buret
9. Corong

B. BAHAN

1. Padatan Asam Oksalat $[(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$
2. Larutan NaOH
3. Indikator PP
4. Sampel asam (CH_3COOH)

VII. DESKRIPSI PROSES

Penetapan Konsentrasi NaOH dengan Bahan Baku Primer Asam Oksalat

1. Buat 100 ml larutan baku primer As. Oksalat.
2. Pipet 10 ml larutan tersebut ke dalam labu erlenmeyer.
3. Tambahkan 3-5 tetes indikator PP.
4. Titrasi dengan NaOH dalam buret sampai titik akhir (larutan merah muda seulas).
5. Lakukan selama 3x.

Penentuan Kadar As. Cuka sebagai Bahan Baku Primer dengan NaOH

1. Siapkan larutan As. Cuka ke dalam labu ukur.
2. Pipet 10 ml larutan tersebut ke dalam labu erlenmeyer.
3. Tambahkan 3-5 tetes indikator PP.
4. Titrasi dengan NaOH standar dalam buret sampai titik akhir (larutan merah muda seulas).
5. Lakukan selama 3x.

VIII. DATA PENGAMATAN DAN PERHITUNGAN

A. Standardisasi NaOH dengan Baku Primer As. Oksalat

Vol. Asam Oksalat = 10 ml

N. Asam Oksalat = 0.1 N

Pengerjaan	Vol. NaOH (ml)	N. NaOH
Simplo		
Duplo		
Triplo		
Rata-rata		

Menentukan konsentrasi NaOH :

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$$

Ket : V_1 = Vol. Asam Oksalat

N_1 = N. Asam Oksalat

V_2 = Vol. NaOH

N_2 = N. NaOH

B. Penentuan Konsentrasi Sampel (CH_3COOH) Menggunakan Larutan Standar NaOH

Vol. Asam Cuka = 10 ml

N. NaOH = N

Pengerjaan	Vol. NaOH (ml)	N. CH_3COOH
Simplo		
Duplo		
Triplo		
Rata-rata		

1. Menentukan konsentrasi CH_3COOH

$$V_2 \cdot N_2 = V_3 \cdot N_3$$

Ket : V_2 = Vol. NaOH

N_2 = N. NaOH

V_3 = Vol. CH_3COOH

N_3 = N. CH_3COOH

2. Menentukan kadar (%) CH₃COOH?

$$G = \frac{N \times Volume (\ell) \times Mr}{BE} \%$$

IX. TUGAS

1. Apa yang dimaksud larutan buffer ?
2. Sebutkan macam-macam indikator basa ?
3. Gambarkan kurva di bawah ini :
 - a. Asam kuat – basa lemah
 - b. Asam kuat – basa kuat
 - c. Asam lemah – basa lemah

PERCOBAAN II

TITRASI ASIDIMETRI

I. JUDUL PERCOBAAN : TITRASI ASIDIMETRI

II. PRINSIP PERCOBAAN

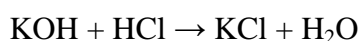
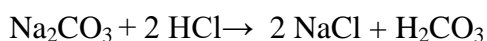
Reaksi penggaraman dan reaksi netralisasi

III. MAKSUD DAN TUJUAN

- a. Praktikan memahami konsep dasar reaksi penggaraman dan netralisasi
- b. Untuk mengetahui konsentrasi larutan basa

IV. REAKSI PERCOBAAN

Titration Asidimetri



V. TEORI PERCOBAAN

Titration adalah proses penentuan banyaknya suatu larutan dengan konsentrasi yang diketahui dan diperlukan utk bereaksi secara lengkap dengan sejumlah contoh tertentu yang akan di analisis. Prosedur analitis yang melibatkan titration dengan larutan-larutan yang konsentrasinya diketahui disebut analisis volumetri. Dalam analisis larutan asam dan basa, titration melibatkan pengukuran yang seksama, volume-volume suatu asam dan suatu basa yang tepat saling menetralkan

Titration asidimetri merupakan tipe reaksi penetralan yang ada dalam titration asam-basa. Asidimetri adalah pengukuran atau penentuan konsentrasi larutan asam dalam suatu campuran. Biasanya dilakukan dengan jalan titration bersama larutan basa yang telah diketahui konsentrasinya, yaitu larutan baku dan suatu indikator untuk menunjukkan titik akhir titration. Titik dalam titration dimana titran yang telah ditambahkan cukup untuk bereaksi secara tepat dengan senyawa yang ditentukan disebut titik ekuivalen. Titik ekuivalen terjadi pada saat terjadinya perubahan warna indikator. Titik pada titration dimana indikator warnanya berubah disebut titik akhir. Ekuivalen dari suatu basa, adalah massa basa yang mengandung suatu gugus hidroksil yang tergantikan. Sedangkan ekuivalen dari asam, adalah massa basa yang mengandung satu gugus hidroksil yang tergantikan.

Reaksi penetralan adalah reaksi yang terjadi antara asam dan basa. Asam adalah zat yang terdapat dalam air, yang dapat memberikan ion hidrogen (H^+) atau ion hidronium (H_3O^+) bila dilarutkan dalam air. Sedangkan basa adalah zat dalam air yang menghasilkan ion hidroksi. Dikatakan bahwa reaksi netralisasi adalah reaksi yang digunakan sebagai penggabungan ion-ion secara kimia. Zat-zat atmosfer, atau amfolit mampu melangsungkan reaksi netralisasi baik dengan asam maupun basa dan sifat ini disebut dengan sifat amfoter.

Contoh bahan standar utama asidimetri adalah :

1. Natrium karbonat (Na_2CO_3), untuk standarisasi asam kuat.
2. Natrium borax ($Na_2B_4O_7 \cdot 2 H_2O$), untuk standarisasi asam.
3. Basa organik tris (hidroksimetil) aminometana ($(CH_2OH)_3CNH_3$) biasa disebut TRIS atau THAM untuk standarisasi asam

Salah satu contoh untuk analisis asidimetri adalah menentukan kandungan ion bikarbonat dalam air sadah. Air sadah atau air keras adalah air yang memiliki kadar mineral yang tinggi, sedangkan air lunak adalah air dengan kadar mineral yang rendah. Selain ion kalsium dan magnesium, penyebab kesadahan juga bisa merupakan ion logam lain maupun garam-garam bikarbonat dan sulfat. Metode paling sederhana untuk menentukan kesadahan air adalah dengan sabun. Dalam air lunak, sabun akan menghasilkan busa yang banyak. Pada air sadah, sabun tidak akan menghasilkan busa atau menghasilkan sedikit sekali busa. Cara yang lebih kompleks adalah melalui titrasi. Kesadahan air total dinyatakan dalam satuan ppm berat per volume ($^{w/v}$) dari $CaCO_3$.

Air sadah sementara adalah air sadah yang mengandung ion bikarbonat (HCO_3^-), atau boleh jadi air tersebut mengandung senyawa kalsium bikarbonat ($Ca(HCO_3)_2$) dan atau magnesium bikarbonat ($Mg(HCO_3)_2$). Air yang mengandung ion atau senyawa-senyawa tersebut disebut air sadah sementara karena kesadahannya dapat dihilangkan dengan pemanasan air, sehingga air tersebut terbebas dari ion Ca^{2+} dan atau Mg^{2+} . Dengan jalan pemanasan senyawa-senyawa tersebut akan mengendap pada dasar ketel. Reaksi yang terjadi adalah



VI. ALAT DAN BAHAN

A. ALAT

1. Neraca atau timbangan
2. Buret
3. Bulp
4. Labu ukur
5. Pipet ukur
6. Erlenmeyer
7. Labu semprot
8. Statif + klaim buret
9. Corong

B. BAHAN

1. Padatan Na_2CO_3
2. Larutan HCl
3. Indikator MO
4. Sampel basa (KOH)

VII. DESKRIPSI PROSES

A. Penetapan Konsentrasi HCl dengan Bahan Baku Primer Natrium Karbonat

1. Buat 100 ml larutan baku primer Natrium karbonat.
2. Pipet 10 ml larutan tersebut ke dalam labu erlenmeyer.
3. Tambahkan 3-5 tetes indikator MO.
4. Titrasi dengan HCl dalam buret sampai titik akhir (larutan berwarna jingga).
5. Lakukan selama 3x.

Menentukan Kadar Sampel (KOH) Menggunakan Larutan Standar HCl

1. Buat 100 ml larutan baku sekunder KOH.
2. Pipet 10 ml larutan tersebut ke dalam labu erlenmeyer.
6. Tambahkan 3-5 tetes indikator MO.
7. Titrasi dengan HCl dalam buret sampai titik akhir (larutan berwarna jingga).
8. Lakukan selama 3x.

VIII. DATA PENGAMATAN DAN PERHITUNGAN

A. Standardisasi HCl dengan Baku Primer Natrium Karbonat

$$\text{Vol. Na}_2\text{CO}_3 = 10 \text{ ml}$$

$$\text{N. Na}_2\text{CO}_3 = 0.1 \text{ N}$$

Pengerjaan	Vol. HCl (ml)	N. HCl
Simplo		
Duplo		
Triplo		
Rata-rata		

Menentukan Konsentrasi HCl

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$$

$$\text{Ket : } V_1 = \text{Vol. Na}_2\text{CO}_3$$

$$N_1 = \text{N. Na}_2\text{CO}_3$$

$$V_2 = \text{Vol. HCl}$$

$$N_2 = \text{N. HCl}$$

B. Menentukan Kadar Sampel (KOH) Menggunakan Larutan Standar HCl

Vol. KOH = 10 ml

N. HCl = N

Pengerjaan	Vol. HCl (ml)	N. KOH
Simplo		
Duplo		
Triplo		
Rata-rata		

1. Menentukan konsentrasi KOH

$$V_2 \cdot N_2 = V_3 \cdot N_3$$

Ket : $V_2 = \text{Vol. HCl}$

$$N_2 = \text{N. HCl}$$

$$V_3 = \text{Vol. KOH}$$

$$N_3 = \text{N. KOH}$$

2. Menentukan kadar (%) KOH

$$G = \frac{N \times \text{Volume } (\ell) \times Mr}{BE} \%$$

IX. TUGAS

1. Sebutkan macam-macam indikator asam !
2. Sebutkan macam-macam basa kuat dan basa lemah !
3. Apakah pH mempengaruhi reaksi tertentu ?

PERCOBAAN III

PERMANGANOMETRI

I. JUDUL PERCOBAAN : PERMANGANOMETRI

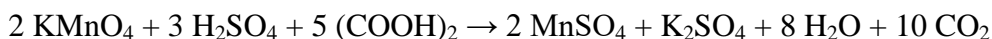
II. PRINSIP PERCOBAAN

Reaksi oksidasi dan reduksi (redoks)

III. MAKSUD DAN TUJUAN

- a. Praktikan memahami konsep dasar reaksi oksidasi dan reduksi
- b. Untuk mengetahui konsentrasi larutan sampel secara oksidimetri

IV. REAKSI PERCOBAAN



V. TEORI PERCOBAAN

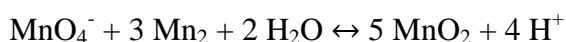
Permanganometri merupakan titrasi yang dilakukan berdasarkan reaksi oleh kalium permanganat (KMnO_4). Kebanyakan titrasi dilakukan dengan cara langsung atas alat yang dapat dioksidasi, seperti Fe^+ , asam atau garam oksalat yang dapat larut dan sebagainya. Beberapa ion logam yang tidak dioksidasi dapat dititrasi secara tidak langsung dengan permanganometri (ion-ion Ca, Ba, Sr, Pb, Zn, dan Hg (I)) yang dapat diendapkan sebagai oksalat.

Beberapa contoh standar utama permanganometri adalah :

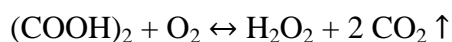
1. Arsentrioksida (As_2O_3)
2. Natrium oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)
3. Asam oksalat ($(\text{COOH})_2$)

Sumber-sumber kesalahan pada titrasi permanganometri, antara lain :

1. Larutan peniter KMnO_4 pada buret, apabila percobaan dilakukan dalam waktu yang lama, larutan KMnO_4 pada buret yang terkena sinar akan terurai menjadi MnO_2 sehingga titik akhir akhir titrasi akan diperoleh presipitat cokelat yang seharusnya adalah lerutan berwarna merah rosa.
2. Penambahan KMnO_4 yang terlalu cepat pada larutan $(\text{COOH})_2$ yang telah ditambahkan H_2SO_4 dan telah dipanaskan cenderung menyebabkan reaksi antara MnO_4^- dengan Mn^{2+} .



3. Penambahan KMnO_4 yang terlalu lambat pada larutan $(\text{COOH})_2$ yang telah ditambahkan H_2SO_4 dan telah dipanaskan mungkin akan terjadi kehilangan oksalat karena membentuk peroksida yang kemudian terurai menjadi air.



Kalium permanganat dapat bertindak sebagai indikator dan umumnya titrasi dilakukan dalam suasana asam karena akan lebih mudah mengamati titik akhir titrasinya.

Berikut merupakan syarat penentuan kuantitatif cara redoks :

1. Zat yang akan dititrasi harus berada pada tingkat oksidasi tertentu. Contoh garam Fe(III) diubah atau direduksi menjadi Fe(II) dengan logam seng.
2. Reaksi redoks harus kuantitatif.
3. Untuk titrasi langsung, proses reaksi redoks harus berlangsung cepat. Dibandingkan reaksi asam-basa, reaksi redoks relatif lambat, bahkan ada yang sangat lambat. Titrasi tidak langsung menjadi alternatif, yaitu dengan menambahkan oksidator berlebih dan reaksi dibiarkan sempurna. Selanjutnya kelebihan oksidator tersebut dititrasi kembali dengan standar reduktor yang bereaksi cepat.
4. Harus ada cara yang tepat untuk mendeteksi titik akhir, misalnya dengan menggunakan indikator atau secara potensiometrik.

Cara perhitungan yang direkomendasikan oleh IUPAC adalah berdasarkan molaritas, milimol, dan massa rumus tetapi dalam keperluan praktis banyak juga dilakukan berdasarkan normalitas. Perhitungan dengan cara normalitas tidak lepas daripada ketentuan berat ekuivalen (BE).

Indikator yang dapat digunakan pada titrasi redoks adalah :

1. *Auto atau endo-redoks* : indikator jenis ini menggunakan sifat khususnya yang berwarna dan warnanya dapat berubah bila direaksikan dengan zat lain. Contoh :
 - a. KMnO_4 berwarna ungu, bila direduksikan berubah menjadi ion Mn^{2+} yang tidak berwarna.
 - b. Larutan Iodium berwarna kuning cokelat. Titik akhir titrasi dapat dikenali dari bentuknya atau hilangnya warna kuning.
 - c. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ berwarna kuning jingga, bila direduksi berubah menjadi Cr^{2+} yang berwarna hijau.

2. *Indikator Redoks* : indikator yang memiliki perbedaan warna antara dalam bentuk oksidasinya dan dalam bentuk reduksinya, contoh :
 - a. *Diphenil amina dan diphenil benzidine* : indikator ini sukar larut dalam air, pada pemakaiannya digunakan H_2SO_4 . Dalam bentuk reduksinya indikator ini tidak memberikan warna, sedangkan dalam bentuk oksidasinya memberikan warna biru.
 - b. *Ion Ferrophenatrolin* : $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ larut dalam larutan garam ferro membentuk $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_2^{2+}$ yang berwarna merah. Dengan adanya oksidator kuat, ion Fe^{2+} berubah menjadi ion Fe^{3+} yang berwarna biru.

Oksidator-oksidator yang biasa digunakan pada titrasi redoks ini antara lain :

1. KMnO_4 : dalam suasana asam larutan KMnO_4 direduksi menjadi Mn^{2+} menurut reaksi $\text{MnO}_4^- + 8 \text{H}^+ + 5 \text{e}^- \rightarrow \text{Mn}^{2+} + 4 \text{H}_2\text{O}$ dalam suasana netral atau katalis $\text{MnO}_4^- + 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Mn}^{2+} + 4 \text{H}_2\text{O} + 3 \text{e}^-$
2. KBrO_3 : reaksi dalam suasana asam adalah $\text{BrO}_3^- + 6 \text{H}^+ + 6 \text{e}^- \rightarrow \text{Br}^- + 3 \text{H}_2\text{O}$
3. KIO_3 : dalam suasana asam KIO_3 direduksi menjadi I_2 oleh KI dengan reaksi adalah $\text{IO}_3^- + 5 \text{I}^- + 6 \text{H}^+ \rightarrow 3 \text{I}_2 + 3 \text{H}_2\text{O}$
4. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$: dalam suasana asam $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ direduksi menjadi I_2 oleh KI dengan reaksi adalah $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 6 \text{I}^- + 14 \text{H}^+ \rightarrow 2 \text{Cr}^{3+} + 3 \text{I}_2 + 7 \text{H}_2\text{O}$

VI. ALAT DAN BAHAN

A. ALAT

- | | |
|---------------------------------|------------------|
| 1. Neraca atau timbangan | 6. Erlenmeyer |
| 2. Buret (jika ada buret gelap) | 7. Labu semprot |
| 3. Bulp | 8. Statif + klem |
| 4. Labu ukur | 9. Pipet ukur |
| 5. Corong | 10. Termometer |

B. BAHAN

1. Padatan asam oksalat $[(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}]$
2. Larutan KMnO_4 0.1 N
3. Larutan H_2SO_4 2 N
4. Kertas karbon (jika ada buret gelap, ini tidak diperlukan)
5. Air suling

VII. DESKRIPSI PROSES

Penetapan Konsentrasi KMnO_4 dengan Baku Primer Asam Oksalat

1. Buat 100 ml larutan baku primer As. Oksalat.
2. Pipet 10 ml larutan tersebut ke dalam labu erlenmeyer.
3. Tambahkan 10 ml larutan H_2SO_4 2 N kemudian diencerkan dengan air suling hingga 50 ml.
4. Kemudian larutan tersebut dipanaskan hingga $\pm 75^\circ\text{C}$.
5. Larutan segera dititar dengan KMnO_4 di dalam buret sampai titik akhir (perubahan warna ungu menjadi merah muda seulas).
6. Dilakukan minimal 3x.

VIII. DATA PENGAMATAN DAN PERHITUNGAN

Standardisasi KMnO_4 dengan Baku Primer Asam Oksalat

Vol. $(\text{COOH})_2 = 10 \text{ ml}$

N. $(\text{COOH})_2 = 0.1 \text{ N}$

Pengerjaan	Vol. $\text{KMnO}_4(\text{ml})$	N. KMnO_4
Simplo		
Duplo		
Triplo		
Rata-rata		

Menentukan konsentrasi KMnO_4

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$$

Ket : $V_1 = \text{Vol. KMnO}_4$

$$N_1 = \text{N. KMnO}_4$$

$$V_2 = \text{Vol. } (\text{COOH})_2$$

$$N_2 = \text{N. } (\text{COOH})_2$$

IX. TUGAS

1. Apakah titrasi permanganometri harus menggunakan buret berwarna gelap ?
Jelaskan !
2. Mengapa permanganometri disebut sebagai *auto-indikator* ?
3. Sebutkan standar baku primer dan sekunder yang digunakan dalam titrasi permanganometri dan indikator apa yang digunakan ?
4. Mengapa titik akhir titrasi harus lebih tinggi dari suhu 60°C dan lebih rendah dari 80°C ?
5. Apakah fungsi penambahan H_2SO_4 pada titrasi permanganometri ?

PERCOBAAN IV

TITRASI IODOMETRI

I. JUDUL PERCOBAAN : TITRASI IODOMETRI

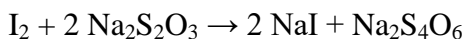
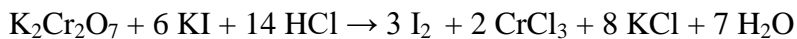
II. PRINSIP PERCOBAAN

- a. Reaksi oksidasi dan reduksi (redoks)
- b. Dalam suasana asam, kalium iodat atau kalium bromida atau kalium dikromat akan mengoksidasikan kalium iodida menjadi iod bebas. Kemudian iod bebas dititrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat.

III. MAKSUD DAN TUJUAN

- a. Praktikan memahami konsep dasar reaksi oksidasi dan reduksi
- b. Untuk mengetahui konsentrasi larutan sampel secara oksidimetri

IV. REAKSI PERCOBAAN



V. TEORI PERCOBAAN

Valensi dan bilangan oksidasi (BO) merupakan pengertian yang tidak sama. Valensi dalam perkembangan historis Ilmu Kimia diartikan sebagai “daya ikat” atau berapa banyak atom H diikat oleh suatu atom unsur yang bersangkutan (atau, sebagai ganti atom H, berapa atom univalen lain atau 2x jumlah atom O). Bilangan oksidasi (atau tingkat oksidasi) ialah berapa elektron (muatan) dianggap ada atau dipunyai oleh atom tersebut seakan-akan dalam ikatan kimia, elektron sepenuhnya pindah dari atom satu ke atom yang lain, tetapi sedemikian rupa, sehingga molekul secara keseluruhan tak bermuatan.

Oksidasi ialah reaksi yang menaikkan BO suatu unsur dalam zat yang mengalami oksidasi, dapat juga dilihat sebagai kenaikan muatan positif (penurunan muatan negatif) dan umumnya juga kenaikan valensi. Sebaliknya ialah reduksi, yaitu reaksi yang menurunkan BO atau muatan positif (menaikkan muatan negatif) dan umumnya menurunkan valensi unsur dalam zat yang direduksi. Misalnya :



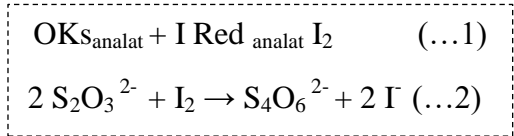
Dalam reaksi ini, MnO_2 ialah oksidator, sedang HCl mereduksi atau dioksidasi oleh MnO_2 . Tetapi, seperti disebut di atas, yang dioksidasi ataupun direduksi ialah

suatu unsur dalam persenyawaan-persenyawaan yang bersangkutan. Dalam hal ini, yang dioksidasi ialah unsur Cl^- karena tampak berubah (naik muatan positifnya) dari Cl^- di dalam HCl , menjadi Cl dalam molekul Cl_2 . Yang direduksi ialah unsur Mn karena berubah (turun muatan positifnya) BO-nya dari $+4$ dalam MnO_2 menjadi $+2$ dalam MnCl_2 .

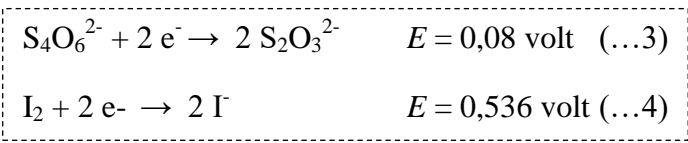
Titration redoks dapat dibedakan menjadi beberapa cara berdasarkan pemakaiannya :

1. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sebagai titran : dikenal sebagai iodometri tak langsung.

Analat harus berbentuk suatu oksidator yang cukup kuat, karena dalam metode ini analat selalu direduksi dulu dengan KI sehingga terjadi I_2 . I_2 inilah dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.



Daya reduksi ion iodida cukup besar dan titrasi ini banyak diterapkan. Reaksi $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ dengan I_2 berlangsung baik dari segi kesempurnaannya, berdasarkan potensial redoks masing-masing :

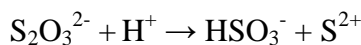


Selain itu, reaksi berjalan cepat dan bersifat unik karena oksidator lain tidak mengubah $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ menjadi $\text{S}_4\text{O}_6^{2-}$ melainkan menjadi SO_3^{2-} seluruhnya atau sebagian menjadi SO_4^{2-} .

Titration dapat dilakukan tanpa indikator dari luar karena warna I_2 yang dititrasi itu akan lenyap bila titik akhir tercapai; warna itu mula-mula cokelat agak tua, menjadi lebih muda, lalu kuning, kuning-muda, dan seterusnya, sampai akhirnya lenyap.

➤ Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

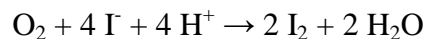
Larutan ini biasanya Buat dari garam, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$. Karena BE = BM-nya (248,17) maka dari segi ketelitian penimbangan, hal ini menguntungkan. Larutan ini perlu distandardisasi. Kestabilan larutan mudah dipengaruhi oleh Ph rendah, sinar matahari, dan terutama adanya bakteri yang memanfaatkan S. Pada PH rendah (<5)



Tetapi karena reaksi ini berjalan lambat, kesalahan tidak perlu dikhawatirkan walaupun larutan yang dititrasi cukup asam asal titrasi dilakukan dengan penambahan titrant yang tidak terlalu cepat. Bakteri dapat menyebabkan perubahan S_2O_3 menjadi SO_3 , SO_4 dan S.

➤ Sumber Kesalahan Titrasi

- Kesalahan Oksigen: Oksigen di udara dapat menyebabkan hasil titrasi terlalu tinggi karena dapat mengoksidasi ion iodida menjadi I_2 juga sebagai berikut :



- Pada pH tinggi muncul bahan lain, yaitu bereaksinya I_2 yang berbentuk dengan air (hidrodisa) dan hasil reaksinya lanjut:



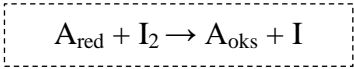
- Di atas sudah disebutkan bahaya kesalahan karena pemberian amilum terlalu awal.
- Banyak reaksi analat dengan KI yang berjalan agak lambat. Karena itu sering kali harus ditunggu sebelum titrasi; sebaliknya menunggu terlalu lama tidak baik karena kemungkinan iod menguap.

➤ Bahan Baku Primer

- I_2 murni atau dimurnikan dengan jalan disublimasikan. BE cukup tinggi (126,9). Iod mudah menguap, maka bahan ini harus ditimbang dalam botol tertutup
- KIO_3 kemurniannya baik, tetapi BE agak terlalu rendah (35,67)
- $K_2Cr_2O_7$ juga mudah sekali diperoleh dalam keadaan murni, tetapi juga agak rendah BE-nya (49,03). Reaksinya dengan KI harus ditunggu beberapa lama sebelumnya dititrasi.

2. I_2 sebagai titrant : dikenal sebagai titrasi iodometri langsung dan kadang-kadang dinamakan iodimetri.

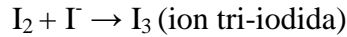
Dalam metode ini, analat dioksidasi oleh I_2 sehingga I_2 tereduksi menjadi ion iodida:



Iod merupakan oksidator yang tidak terlalu kuat, sehingga hanya zat-zat yang merupakan dari tak berwarna menjadi warna biru.

➤ Larutan Baku Iod

Iod (I_2) sebagai zat padat sukar larut dalam air, yaitu hanya sekitar 0,0013 mol per liter pada 25 °C, tetapi sangat mudah larut dalam larutan KI karena membentuk ion I_3 sebagai berikut:



Maka larutan dibuat dengan KI sebagai pelarut. Larutan iod ini tidak stabil, sehingga standardisasi perlu dilakukan berulang kali.

➤ Kesempurnaan Reaksi

Sebagai oksidator lemah, iod tidak dapat bereaksi terlalu sempurna. Karena itu sering dibuat kondisi yang menggeser kesetimbangan ke arah hasil reaksi antara lain dengan mengatur pH atau menambahkan bahan pengkompleksan seperti yang dilakukan pada titrasi Fe dengan pemberian EDTA atau P_2O_7 .

3. *Suatu oksidator kuat sebagai titrant* diantaranya yang paling sering dipakai ialah : $KMnO_4$, $K_2Cr_2O_7$, dan $Ce(IV)$.

Larutan bahan pereduksi sering penggunaannya karena sangat mudah teroksidasi oleh udara. Akibatnya, kadang-kadang titrasi harus dilakukan dalam atmosfer inert, misalnya dengan mengalirkan N_2 atau CO_2 ke dalam atau ke atas titrat. Juga penyimpangan larutan memerlukan lingkaran inert. Cara lain ialah menambahkan pereduksi berlebih, lalu menitrasikannya kembali dengan oksidator untuk menentukan kelebihan; oksidator yang dipakai dapat misalnya kalium bikromat baku. Disamping itu dilakukan titrasi blangko atas pereduksi tersebut untuk menentukan konsentrasinya yang tepat.

- 1) Pereduksi-pereduksi kuat yang dapat dipakai sebagai titrant antara lain ialah titrant (III) dan khrom (II) yang cepat sekali bereaksi dengan udara sehingga harus digunakan dengan gas inert N_2 atau CO_2 .
- 2) Natrium tiosulfat sebagai titrant untuk iodometri tak langsung.
- 3) Larutan Fe dengan mudah dapat dibuat dari garam Mohr, $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6 H_2O$ atau garam Oesper, $FeC_2H_4(NH_4)_2 \cdot 4H_2O$ (ferro etilendiammonium sulfat). Dalam larutan netral, Fe (II) cepat teroksidasi oleh udara, tetapi hal itu dapat dicegah bila larutan diasami dan larutan paling stabil dibuat dengan H_2SO_4 sekitar 0,5 M. Larutan demikian perlu distandardisasi setiap kali hendak dipakai.

Beberapa contoh standar utama iodometri adalah :

1. Kalium Dikromat ($K_2Cr_2O_7$)
2. Kalium Iodat (KIO_3)
3. Kalium Bromat ($KBrO_3$)
4. Kalium Klorat ($KClO_3$)

Terdapat dua jenis indikator redoks :

1. *Indikator spesifik*, yaitu indikator yang bereaksi hanya dengan salah satu komponen yang berhubungan dalam titrasi. Contoh : amilum, KSCN.
2. *Indikator redoks asli*, yaitu indikator yang peka terhadap potensi sistem.

Biasanya dua jenis indikator digunakan untuk menentukan titik akhir. Indikator tersebut adalah indikator eksternal maupun indikator internal. Biasanya indikator eksternal digunakan dalam uji bercak. Contohnya : $K_3Fe(CN)_6$ untuk Fe dan $UO_2(NO_3)_2$ untuk Zn. Indikator eksternal dapat digantikan oleh indikator redoks internal. Indikator terdiri dari jenis ini harus menghasilkan perubahan potensial oksidasi di sekitar titik ekuivalen reaksi redoks. Yang terbaik adalah indikator 1.10-fenantrolin, indikator yang mempunyai potensial larutan yang titrasi dan penitrannya sehingga memberikan titik akhir yang jelas.

I_2 adalah oksidator lemah sedangkan iodida secara relatif merupakan reduktor lemah. Kelarutannya cukup baik dalam air dengan pembentukan tri-iodida (KI_3). Oleh karena itu, $I_2 + 2 e^- \rightarrow 2 I^-$, $E = 6,21$ adalah reaksi pada permulaan reaksi. Iodium dapat dimurnikan dengan sublimasi.

VI. ALAT DAN BAHAN

A. ALAT

- | | |
|--------------------------|----------------------------|
| 1. Neraca atau timbangan | 7. Labu ukur |
| 2. Erlenmeyer | 8. Pipet ukur |
| 3. Buret | 9. Corong |
| 4. Labu semprot | 10. Plastik <i>wrapped</i> |
| 5. Bulp | 11. Kertas karbon |
| 6. Statif + klem | |

B. BAHAN

- | | |
|-------------------------|------------------|
| 1. Padatan $K_2Cr_2O_7$ | 5. Larutan kanji |
| 2. Larutan $Na_2S_2O_3$ | |
| 3. KI 10% | |
| 4. Larutan HCl 4 N | |

VII. DESKRIPSI PROSES

Penetapan Konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan Baku Primer $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

1. Buat 100 ml larutan baku primer $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
2. Pipet 10 ml larutan tersebut ke dalam erlenmeyer.
3. Tambahkan 10 ml larutan HCl 4 N + 10 ml larutan KI 10%
4. Larutan dititar dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ di dalam buret sampai warna kuning coklat tua menjadi hijau lumut.
5. Tunggu selama 10-15 menit dalam keadaan gelap.
6. Tambahkan larutan amilum sebagai indikator sebanyak 3 – 5 tetes.
7. Titrasi dilanjutkan sampai titik akhir (hijau terang atau hijau toska).
8. Lakukan minimal 3x.

VIII. DATA PENGAMATAN DAN PERHITUNGAN

Standardisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan Baku Primer $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

$$\text{Vol. } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 10 \text{ ml}$$

$$\text{N. } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 0.1 \text{ N}$$

Pengerjaan	Vol. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ml)	N. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
Simplo		
Duplo		
Triplo		
Rata-rata		

Menentukan konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$$

$$\text{Ket : } V_1 = \text{Vol. } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

$$N_1 = \text{N. } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

$$V_2 = \text{Vol. } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$$

$$N_2 = \text{N. } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$$

IX. TUGAS

1. Apakah titrasi iodometri harus menggunakan erlenmeyer asah atau tertutup ?
Jelaskan !
2. Mengapa indikator kanji tidak ditambahkan sebelum titrasi ? Jelaskan !
3. Apa fungsi penambahan HCl pada titrasi iodometri ?
4. Bisakah titrasi iodometri tidak menggunakan indikator kanji ? Jelaskan !

PERCOBAAN V

GRAVIMETRI

I. JUDUL PERCOBAAN : GRAVIMETRI

II. PRINSIP PERCOBAAN

- Berdasarkan penimbangan bobot tetap abu endapan
- Dalam suasana asam dan panas SO_4^{2-} dapat diendapkan dengan BaCl_2 menjadi BaSO_4 . Setelah pemijaran endapan tetap sebagai BaSO_4 .

III. MAKSUD DAN TUJUAN

- Praktikan memahami konsep dasar gravimetri
- Menghitung kadar SO_4^{2-} dalam Na_2SO_4

IV. REAKSI PERCOBAAN



V. TEORI PERCOBAAN

Gravimetri adalah proses di mana suatu elemen atau senyawa dari suatu campuran diisolasi dalam keadaan semurni mungkin dan kemudian penentuan jumlah kandungan elemen dalam campuran didasarkan pada pengukuran berat (penimbangan).

Berdasarkan dasar dan cara pemisahannya gravimetri dibagi menjadi :

1. Cara Pengendapan

Pada cara ini sejumlah contoh dilarutkan dan kemudian dengan pereaksi tertentu zat yang akan ditetapkan diendapkan dari larutan tersebut yang sedapat mungkin tidak dapat larut, sehingga tidak terjadi kehilangan zat sewaktu mencuci atau mengumpulkannya. Endapan yang terjadi kemudian ditetapkan bobotnya. Dari bobot contoh sebelum dianalisis, bobot analat dan faktor kimia, kadar zat dapat dicari.

Syarat reagen pengendap :

- Harus spesifik, artinya tidak boleh bereaksi dengan komponen lain dalam larutan
- Harus murni
- Harus mudah larut dalam pelarut yang dipakai

- Harus mudah dicuci atau mudah diuapkan
2. Cara Penguapan
 Pada cara ini contoh direaksikan sehingga dihasilkan suatu gas atau dapat juga dipanaskan sehingga menghasilkan gas. Penimbangan gas yang keluar dapat secara langsung, yaitu diserap oleh pereaksi tertentu yang sebelumnya telah ditimbang dulu bobotnya atau secara tidak langsung yaitu dengan menimbang pereaksi sebelum dan sesudah reaksi. Cara ini kadang-kadang dinamakan cara evolusi.
 3. Cara Elektrogravimetri
 Cara ini merupakan cara instrumental. Pada cara ini analat diendapkan dengan elektrolisis pada potensial tertentu. Cara ini banyak dipakai untuk menentukan kadar logam (Cu, Zn, dan lain-lain).
 4. Pencucian Endapan
 Tujuan menjadi endapan adalah menghilangkan kontaminasi pada permukaan. Komposisi larutan pencuci tergantung pada kecenderungan terjadinya presipitasi. Untuk pencucian digunakan larutan elektrolit kuat dan harus mengandung ion menguap sejenis dengan endapan untuk mengurangi kelarutan endapan. Larutan tersebut juga harus mudah menguap agar mudah untuk menimbang endapannya.
 5. Pengabuan atau Pemijaran Endapan
 Endapan mungkin mengandung air akibat adsorpsi, penyerapan, dan hidrasi. Temperatur pembakaran ditentukan berdasarkan pada sifat kimia zat. Pemanasan harus diteruskan sampai beratnya tetap dan seragam.
 6. Penimbangan Abu Sisa Pijar

Secara umum tahapan yang paling sering dilakukan pada analisis gravimetri adalah :

1. Persiapan sampel
 Sampel padatan yang diambil dari laboratorium dapat berbentuk serbuk, gumpalan, bongkahan, ataupun lempengan. Bagaimanapun baik dalam kondisi sampel yang diterima, sampel tersebut harus dijadikan serbuk yang homogen terlebih dahulu baru kemudian ditimbang. Agar analisis lebih akurat, maka sampel yang akan dianalisis harus homogen dan representatif (mewakili). Metode persiapan sampel yang umum digunakan adalah metode kuarter.

2. Penimbangan sampel

Sampel yang sudah dikuarter dapat langsung ditimbang. Penimbangan dapat memakai bobot timbang atau sampel yang mudah menyublim atau menarik air atau dapat menggunakan kaca arloji jika sampel cukup stabil.

3. Pelarutan sampel

Sampel dilarutkan dengan pelarut tertentu yang volumenya disesuaikan dengan kebutuhan seperti karbonat dari fosfat dapat dilarutkan dalam HCl : air dengan perbandingan 1 : 1, logam-logam kurang mulia dapat dilarutkan dengan HNO₃ : air dengan perbandingan 1 : 1, logam setengah mulia atau mulia dapat dilarutkan dengan *aquaregia*, yaitu campuran antara HNO₃ pekat dan HCl pekat dengan perbandingan 1 : 3 dan silikat harus dilebur dengan soda.

4. Pengendapan

Salah satu tahapan pengerjaan yang paling penting dalam analisis gravimetri adalah pengendapan. Pada tahap inilah senyawa lama diuraikan dan diubah menjadi senyawa baru sehingga dapat dipisahkan. Bentuk dan terjadinya endapan dipengaruhi oleh kondisi lingkungannya diantaranya faktor suhu dan pH atau kesamaan.

5. Penyaringan endapan

Menyaring dan mencuci endapan merupakan salah satu tahap pengerjaan yang cukup penting dalam gravimetri. Ketelitian hasil analisa sangat tergantung pada kecermatan penyaringan dan pencucian. Penyaringan adalah suatu pengerjaan dalam gravimetri yang bertujuan untuk memisahkan endapan dari larutan induknya.

6. Pencucian endapan

Tujuannya adalah untuk menghilangkan kotoran yang ikut serta dalam endapan baik yang teradsorpsi ataupun yang terbawa secara mekanis sehingga didapatkan endapan yang murni atau apabila dipijarkan akan mendapatkan sisa pijar yang murni.

7. Pemijaran atau pengabuan endapan

Penyaringan menggunakan kertas saring, maka harus dipijarkan sampai menjadi abu, sedangkan bila penyaringannya cawan penyaring, endapan harus dikeringkan pada suhu 120°C.

VI. ALAT DAN BAHAN

A. ALAT

1. Neraca atau timbangan
2. *Beaker glass*
3. Teklu atau *hot plat*
4. Labu semprot
5. Pipet tetes
6. Batang pengaduk
7. Cawan porselin
8. Kertas saring
9. Corong
10. Erlenmeyer
11. Bunsen

B. BAHAN

1. Garam $\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$
2. Larutan HCl 4 N
3. Larutan $\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ 0.5 N
4. Padatan 0.5 gram Na_2SO_4
5. Aquadest

VII. DESKRIPSI PROSES

1. Pada saat Daring

- Login kedalam website <https://elearning.umj.ac.id/> lalu cari dan klik kelas Praktikum Kimia Analisa.
- Klik pertemuan yang dituju.
- Jika hendak mengupload pretest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.
- Jika hendak mengupload posttest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.

2. Pada saat Luring

Pembuatan HCl 4 N

1. Pipet 16.58 ml HCl pekat ke dalam erlenmeyer.
2. Larutkan dalam 100 ml aquadest.

Pembuatan $\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ 0.5 N

1. Ditimbang padatan $\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$
2. Larutkan dalam 100 ml aquadest.

Proses analisa gravimetri

1. Timbang 0.5 gram Na_2SO_4 dalam *beaker glass*.
2. Larutkan dalam 250 ml air suling dan ditambahkan 5 ml HCl 4 N.

3. Panaskan larutan tersebut hingga mendidih.
4. Pada *beaker glass* lain, panaskan BaCl_2 10 ml dalam air suling.
5. Masukkan larutan BaCl_2 ke dalam larutan Na_2SO_4 sedikit demi sedikit hingga terbentuk endapan sempurna. Dibiarkan di atas penangas air hingga larutannya jernih.
6. Diuji pengendapan sempurna (ditandai dengan tidak terbentuknya kekeruhan larutan BaCl_2 diteteskan ke dalam larutan Na_2SO_4). Bila masih terbentuk kekeruhan ditambahkan lagi BaCl_2 sampai pengendapan sempurna.
7. Didiamkan selama 1 jam. Endapan dienaptuangkan dan dicuci menggunakan air panas hingga bebas asam klorida.
8. Kemudian endapan dituang ke dalam kertas saring dan dikeringkan.
9. Endapan dalam kertas saring dimasukkan ke dalam cawan porselin yang telah diketahui bobot kosongnya, dipanaskan, dipijarkan, dan diabukan hingga pada cawan tidak ada lagi jelaga hitam (arang).
10. Cawan didinginkan dalam eksikator kemudian ditimbang.
11. Panaskan, pemijaran, pendinginan, dan penimbangan dilakukan berulang-ulang kali hingga diperoleh bobot tetap (selisih penimbangan ≤ 0.0004 gr)

VIII. DATA PENGAMATAN DAN PERHITUNGAN

Diketahui	: Bobot cawan kosong	= gr
	Bobot contoh (awal)	= gr
	Mr. SO_4^{2-}	= gr/mol
	Mr. BaSO_4	= gr/mol
	Cawan + bobot abu	= gr
Ditanya	: Kadar SO_4	= %
Jawab	: ¹⁾ Bobot abu	= (Cawan + bobot abu) – Bobot cawan kosong
	²⁾ <i>fk</i>	= $\frac{\text{Mr. SO}_4^{2-}}{\text{Mr. BaSO}_4}$
	³⁾ Kadar SO_4	= $\frac{fk \times \text{bobot abu}}{\text{bobot contoh (awal)}}$

IX. TUGAS

1. Apa yang dimaksud dengan presipitasi dan kopresipitasi ?
2. Apa yang dimaksud dengan dienaptuangkan ?

PERCOBAAN VI

KROMATOGRAFI KERTAS

I. JUDUL PERCOBAAN : KROMATOGRAFI

II. PRINSIP PERCOBAAN

Pemisahan senyawa-senyawa berdasarkan perbedaan derajat kelarutan dalam dua macam pelarut atau lebih yang saling tidak bercampur.

III. MAKSUD DAN TUJUAN

- a. Praktikan memahami konsep dasar kromatografi
- b. Untuk memisahkan ion-ion.

IV. TEORI PERCOBAAN

Kromatografi merupakan cara analisis yang banya dipakai dalam menganalisis zat organic baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Kromatografi adalah suatu teknik pemisahan berdasarkan perbedaan derajatkelarutan dalam suatu jenis penting, yaitu:

1. Fasa diam (stasionary phase) yang bertujuan untuk menahan komponen-komponen dengan cara adsorbsi dan pekarutan.
2. Fasa gerak (moving phase) yang berfungsi sebagai pembawa komponen.

Berdasarkan perbedaan daya adsorbs atau kelarutannya maka kecepatan migrasi dari tiap-tiap komponen pun berbeda-beda. Akibat kromatografi adalah suatu cara analisis berdasarkan proses migrasi diferensial dimana komponen-komponen dalam cuplikan ditahan selektif oleh fasa diam.

Tujuan Kromatografi

1. Isolasi atau pemisahan komponen-komponen dari campuran.
2. Pemurnian
3. Identifikasi (analisis jenis)
4. Analisis Kuantitatif(Jumlah)

Klasifikasi Kromatografi

Klasifikasi kromatografi saat ini bermacam-macam tergantung cara mengklasifikasinya.

1. Berdasarkan mekanisme retensi.

Berdasarkan mekanisme retensi, kromatografi terbagi ke dalam beberapa macam.

a) Kromatografi adsorpsi

Proses ini terjadi bila fasa diam beberapa padatan yang kering sehingga sampel akan diadsorpsi oleh partikel dari fasa diam tersebut. Pada kromatografi ini biasanya digunakan silika gel atau alumina sebagai fasa diam (padat) dan pelarut organik sebagai fasa gerak. Contoh: Kromatografi kolom Tswet, kromatografi pertukaran ion dan kromatografi filtrasi gel.

b) Kromatografi partisi

Proses ini terjadi bila fasa diamnya suatu cairan. Jadi pemisahan disebabkan perbedaan kelarutan komponen-komponen. Contoh: Kromatografi kertas dan kromatografi lapis tipis.

c) Kromatografi pertukaran ion (ion exchange)

Proses ini terjadi karena fasa diam dapat ditukar dengan ion lainnya. Contoh: demineralisasi air, dimana ion (+) kation dalam air dapat menukar H^+ dari resin.

d) Kromatografi Elektrolisis

Pemisahan yang terjadi akibat perbedaan migrasi karena komponen yang bermuatan listrik ditarik oleh kutub positif (+) dan negatif (-). Misalnya: pemisahan asam amino, dengan mengatur pH muatan asam amino dapat diatur (+) atau (-) sehingga arah dan kecepatan migrasi dapat diubah-ubah.

2. Berdasarkan konfigurasi secara fisik

Pada klasifikasi ini kromatografi dibagi menjadi dua yaitu kromatografi planar dan kolom. Pembagian jenis ini sering disebut dengan kromatografi konvensional yang merupakan perkembangan awal dari kromatografi.

a) Kromatografi planar

Pengertian planar disini adalah bahwa fasa diamnya disangga oleh suatu bahan yang berbentuk segi empat/ bentuk lain yang datar. Contoh: kromatografi kertas dan kromatografi lapis tipis.

b) Kromatografi kolom

Pengertian kolom pada pembagian ini, fasa diam disangga oleh suatu bahan yang berbentuk kolom. Contoh: kromatografi kolom Tswet (kolom gelas), GC, HPLC.

3. Berdasarkan wujud fasa diam dan fasa gerak

Fasa diam dapat berupa cairan dan padatan sedangkan fasa geraknya dapat berupa cairan atau gas. Dengan demikian kromatografi dapat digolongkan menjadi empat jenis seperti table dibawah ini.

Jenis Kromatografi	Fase diam	Fase gerak	Contoh
Cair – cair	Cair	Cair	KK dan KLT
Cair- padat	Padat	Cair	Kromatografi kolom
Gas-cair	Cair	Gas	Kromatografi gas - cairan
Gas-padat	Padat	Gas	Kromatografi gas – padatan

Jenis kromatografi cair – cair dan cair – padat disebut juga kromatografi cair. Kromatografi cair dapat dilakukan dalam sistem planar sedangkan kromatografi gas hanya dapat digunakan dengan teknik kolom.

Kromatografi kertas (KK)

Kromatografi kertas merupakan cara kromatografi yang menggunakan kertas sebagai alat untuk kromatografi. Kertas sebagai besar terdiri dari selulosa murni yang merupakan bagian inert dari absorbant (supporting material). Umumnya mengandung air lebih kurang 2-5.5 yang terikat pada permukaan dan merupakan stationary phase dari kertas.

Mekanisme yang pasti dari pemisahan zat, masih belum ada ketentuan yang disepakati. Ada dua pendapat tentang hal tersebut, yaitu:

1. Proses yang terjadi adalah adsorpsi air yang ada pada permukaan kertas tersebut tidak ada pengaruhnya
2. Proses yang terjadi adalah partisi. Air sebagai stationary phase, kertas sebagai supporting material, pelarut sebagai moving phase.

Beberapa hal penting dalam kromatografi kertas

1. Preparasi sampel

Sampel yang akan dipisahkan sebaiknya berwujud cair. Dengan demikian jika sampel berupa padatan harus dilarutkan terlebih dahulu dalam pelarut yang sesuai. Jika sampel berupa material biologis maka proses penghilangan garam harus dihilangkan terlebih dahulu, misalnya dengan teknik elektrolisis

atau elektrodialisis. Adanya garam ini memberikan bentuk yang tersebar dan ini merubah nilai Rf dari komponen-komponen yang dianalisis dan juga mengganggu reaksi kimia dalam proses deteksi komponen sampel.

2. Pemilihan kertas

Kertas yang digunakan biasanya mengandung selulosa murni dan tidak mengandung lignin, tembaga atau pengotor lainnya. Adanya lignin dapat mengganggu bila kita menggunakan sinar UV atau IR pada deteksi spot(noda). Kertas tersedia dalam bentuk potongan atau lembaran. Porositas yang rendah dari kertas akan menghasilkan laju pergerakan yang lambat dari pelarut dan ketebalan kertas akan menambah kapasitas sampel yang dianalisa.

Kecepatan aliran pelarut didasarkan pada sifat kapiler dan juga berdasarkan pada kertas yang digunakan. Jenis – jenis kertas Whatman yang biasa digunakan dalam KK:

Aliran cepat : Whatman no.4; 54; 540.

Aliran sedang : Whatman no.1; 7.

Aliran lambat : Whatman no.2; 20.

Kertas saring Whatman no.1 yang paling sering digunakan untuk keperluan analitik. Untuk pemisahan yang cepat Whatman no.4 biasanya dipilih walaupun spot yang dihasilkan kurang baik.

3. Pemilihan pelarut

Pelarut yang biasa digunakan terdiri dari beberapa macam zat yang dapat dicampur. Biasanya polar dan nonpolar, misalnya: BAW = butanol : acetic acid : water.

Pelarut Polar : Air, Piridin, Asam, Organik dan Anorganik.

Pelarut Nonpolar : Eter, Aseton, Heksan, dll.

Pelarut Semipolar : Alkohol.

4. Spotting

Spotting adalah meletakkan contoh pada kertas dengan cara penetesan. Dalam hal ini harus diusahakan agar bentuk spot sekecil mungkin. Spotting dapat dilakukan dengan menggunakan pipet mikro atau pipa kapiler berukuran 1-5 mikrometer.

5. Pengembangan sampel

Pengembangan sampel dilakukan dalam wadah tertutup yang berisi sejumlah pelarut pengelusi. Sebelum proses elusi dilakukan penjenuhan wadah dengan uap fase gerak. Proses pengembangan dapat dilakukan dengan beberapa teknik, diantara lain:

1. Cara Naik (*Ascending Chromathography*)

Dalam cara ini, pelarut diletakan di bawah dan mengalir dari bawah ke atas. Mengalirnya pelarut disebabkan gaya kapilaritas.

2. Cara turun (*Descending Chromathography*)

Dalam acara ini, pelarut diletakan diatas dan mengalir dari atas ke bawah. Mengalirnya pelarut disebabkan gaya kapilaritas dan gaya gravitasi.

3. Cara Horinzontal

Dalam cara ini, pelarut mengalir secara horizontal. Bak yang digunakan untuk meletakan kertas, dapat menggunakan petri dish atau eksikator. Spoting dilakukan ditengah-tengah kertas berbentuk lingkaran. Pelarut diberikan ditengah-tengah lingkaran dengan pertolongan kapiler.

4. Teknik dua dimensi

Teknik ini digunakan untuk memindahkan zat yang tidak dapat dipisahkan dengan satu kali emulsi, karena selalu berimpitan. Cara melakukannya adalah dengan mengerikan kertas setelah melakukan elusi pertama, kemudian memutarnya 90^0 dan dilakukan elusi kedua, baik secara ascending maupun descending.

6. Pewarnaan/ Developer

Untuk mengetahui gerakan spot sebagai zat-zat yang tidak berwarna, biasanya dilakukan dengan memakai zat pembangkit warna yaitu misalnya untuk asam amin digunakan ninhidrin, untuk kation golongan I digunakan KI dan lain-lain.

Penggunaan dalam Analisis

Kromatografi kertas biasanya digunakan dalam analisis jenis, jadi lebih bersifat kuantitaif. Kromatografi kertas diperlukan karena analisis dengan teknik lain (kromatografi kolom) mempunyai kekurangan-kekurangan diantaranya :

- Memerlukan waktu yang lama
- Parking harus baik (teliti) agar dihasilkan pemisahan yang baik
- Lebih sulit mengisolasi zat yang terpisah

Besaran yang digunakan untuk mencirikan posisi komponen-komponen sampel (aspek kualitatif) adalah nilai faktor hambatan (retardation faktor/Rf) yang merupakan perbandingan antara migrasi spot(komponen) dengan migrasi pelarut.

$$R_f = \frac{\text{jarak migrasi komponen}}{\text{jarak migrasi pelarut}}$$

Harga Rf suatu komponen pada kondisi yang tetap selalu tetap. Oleh karena itu dengan mengetahui Rf-nya, dapat diperkirakan senyawa dari komponen. Akan tetapi untuk menyakinkan digunakan senyawa murni sebagai standar.

Faktor-faktor yang mempengaruhi nilai Rf adalah:

1. Pelarut

Pemisahan mempunyai hubungan dengan koefisien pemisahan, maka bila komposisi pelarut berubah maka koefisien pelarut dapat berubah hingga kecepatan migrasi pun berubah.

2. Suhu

Perubahan suhu dapat mempengaruhi koefisien pemisahan dan kecepatan aliran

3. Kertas

Setiap kertas memiliki pori-pori dan kepadatan tertentu sehingga kecepatan aliran pun berbeda.

4. Ukuran benjana

Volume dari wadah mempengaruhi homogenitas dari atmosfer. Makin besar ukuran wadah semakin lambat homogenya, perambatan makin lama dan terjadi perubahan komposisi pelarut sepanjang kertas sehingga dapat mempengaruhi harga Rf.

Pemisahan yang baik dihasilkan ketika Rf yang diperoleh berkisar antara 0,4-0,8. Dalam industri makanan, kromatografi kertas biasa digunakan untuk memisahkan komponen yang kepolarannya tinggi seperti gula, asam amino, dan pigmen alam.

V. ALAT DAN BAHAN

A. ALAT

1. Bejana kromatografi
2. Pengaduk
3. Kertas kromatografi
4. Labu semprot
5. Pipet tetes

B. BAHAN

1. Larutan AgNO_3
2. Larutan HNO_3 2N
3. Larutan $\text{Hg}(\text{HNO}_3)_2$
4. Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
5. Larutan KI 10%
6. Methanol
7. Air suling

VI. DESKRIPSI PROSES

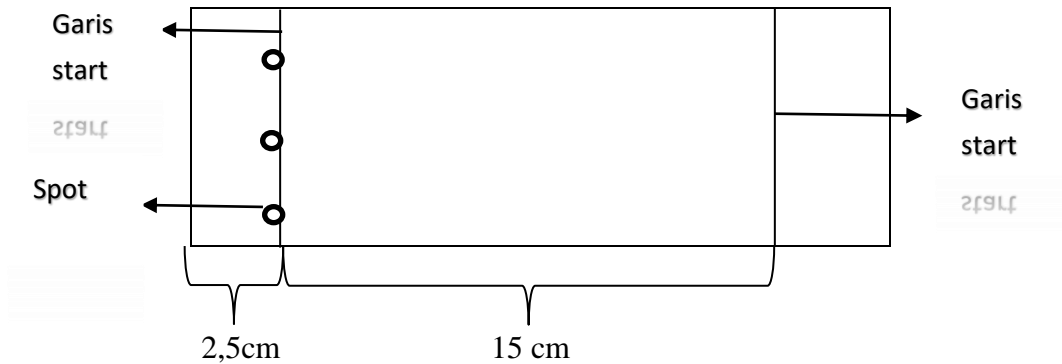
1. Pada saat Daring

- Login kedalam website <https://elearning.umj.ac.id/> lalu cari dan klik kelas Praktikum Kimia Analisa.
- Klik pertemuan yang dituju.
- Jika hendak mengupload pretest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.
- Jika hendak mengupload posttest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.

2. Pada saat Luring

1. Disiapkan bejana dan kertas kromatografi
2. Ke dalam bejana kromatografi dimasukan larutan campuran methanol dan HNO_3 2N dengan perbandingan 28:12
3. Bejana kromatografi ditutupdan dibiarkan hingga isi bejana mengalami kejenuhan dari uap campuran.
4. Pada jarak 2,5 cm dari tepi, dibuat garis memanjang dengan pensil disesbut garis start. Pada jarak 10-15cm dari garis front.

- Pada garis start dibuat tiga titik (spot) dengan jarak yang sama. Tetapi untuk menggunakan chamber yang lebih kecil dibuat kertas dengan satu titik spot saja tiap ion yang akan ditentukan.



- Kemudian pada tiap titik masing-masing ditetaskan garam Ag^+ , Pb^{2+} , dan Hg^{2+}
- Kertas dimasukkan kedalam bejana kromatografi dengan posisi berdiri (jangan sampai terkena dinding chamber/botol)
- Didiamkan hingga 2,5 jam atau hingga ujung lautan campuran yang meresap mengalir ke atas menyentuh front.
- Setelah selesai kertas dikeringkan di udara bebas.
- Kemudian disemprot dengan larutan KI
- Dihitung R_f -Nya

VII. DATA PENGAMATAN DAN PERHITUNGAN

	Warna	Jarak pelarut	Jarak spot	R_f
Ag^+				
Hg^{2+}				
Pb^{2+}				

Perhitungan ;

$$R_f = \frac{\text{Jarak migrasi spot}}{\text{jarak migrasi pelarut}}$$

PERCOBAAN VII

SPEKTROFOTOMETRI (ANALISA CuSO_4)

I. JUDUL PERCOBAAN : SPEKTROFOTOMETRI

II. PRINSIP PERCOBAAN

Cahaya yang dipancarkan melalui media transparan akan diserap, besarnya penyerapan sebanding dengan kepekatan suatu zat. Dengan membuat deret standar dan berdasarkan kurva kalibrasi maka kadar suatu zat dapat diketahui.

III. MAKSUD DAN TUJUAN

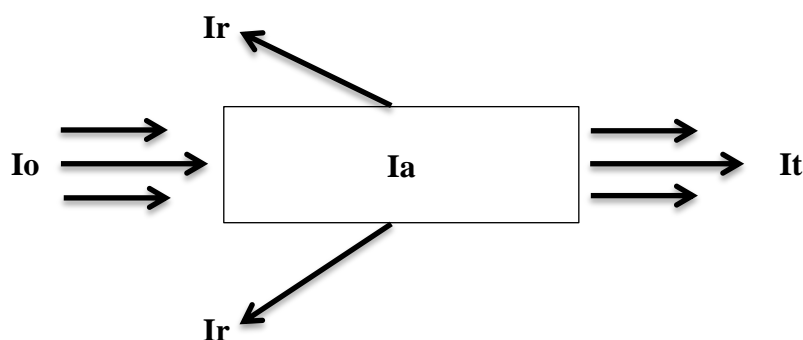
- c. Praktikan memahami konsep dasar spektrofotometri
- d. Menghitung kadar CuSO_4 dalam kurva kalibrasi

IV. TEORI PERCOBAAN

Bila suatu berkas cahaya polikromatik-monokromatik dialirkan melalui media transparan, maka sebagian cahaya akan ;

1. dipantulkan (*reflected*),
2. diserap media (*absorbed*), dan
3. dipancarkan (*transmitted*).

Besarnya penyerapan sebanding dengan tebalnya media dan kepekatan dari zat yang dipantulkan. Tiap media akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu tergantung pada senyawa atau warna yang ada.



Gambar 4.1 Ilustrasi berkas cahaya masuk melalui media transparan

Bila : I_o = intensitas cahaya mula-mula

I_a = intensitas cahaya yang diserap

I_r = intensitas cahaya yang dipantulkan

I_t = intensitas cahaya yang dipancarkan

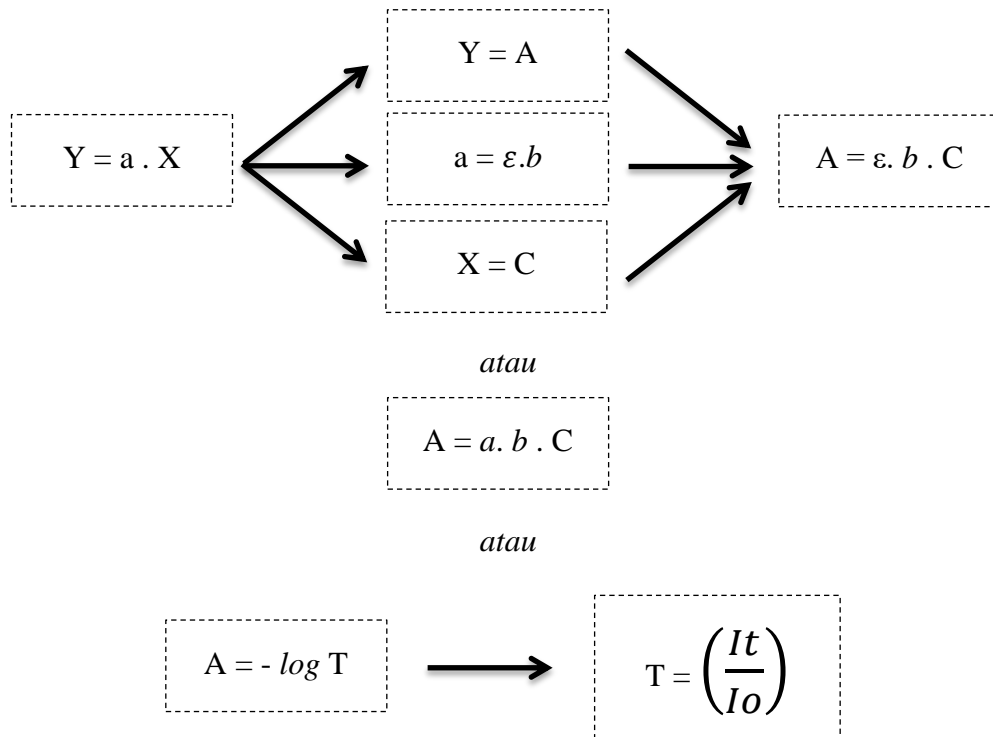
Maka,

$$I_o = I_a + I_r + I_t$$

Hukum yang mendasari spektrofotometri adalah Hukum Lambert-Beer :

” Bila suatu cahaya monokromator melalui suatu media transparan maka bertambah turunnya intensitas cahaya yang dipancarkan sebanding dengan bertambahnya tebal dan kepekatan suatu media “

Jika akan menetapkan suatu senyawa (contoh dan standar) serta memakai panjang gelombang (λ) yang sama maka harga serapan molar (ϵ) sama atau tetap. Dalam praktikum, ketebalan media adalah ketebalan kuvet (b) yang harganya sama atau tetap. Dengan demikian harga $\epsilon \cdot b$ adalah tetap sehingga Hukum Lambert-Beer analog dengan persamaan linier :



Ket : A = absorbansi (serapan)

ϵ = koefisien ekstingsi molar atau serapan molar ($M^{-1} \cdot cm^{-1}$)

(jika konsentrasi larutan yang diukur dalam molar)

a = tetapan absorptivitas ($ppm^{-1} \cdot cm^{-1}$)

(jika konsentrasi larutan yang diukur dalam ppm)

b = tebal kuvet (cm)

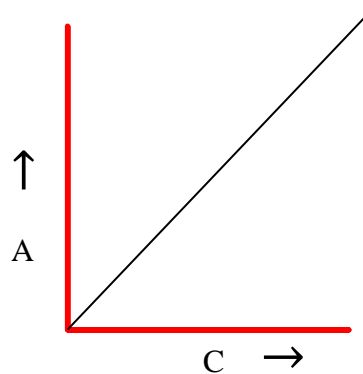
C = konsentrasi sampel (M)

T = transmitansi

I_0 = intensitas cahaya mula-mula

I_t = intensitas cahaya yang dipancarkan

Untuk membuat kurva kalibrasi, dibuat deret standar mulai dari kepekatan 0 (blanko) sampai kepekatan tertentu. Ditetapkan harga A untuk setiap larutan kemudian alurkan A terhadap C sehingga didapat kurva seperti pada gambar :



Gambar 4.2 Kurva kalibrasi spektrofotometri

Spektrofotometri terbagi dalam 4 bagian penting, yaitu :

1. Sumber cahaya (sinar)

Sebagai sumber cahaya yang dapat dipakai lampu wolfram yang menghasilkan panjang gelombang (λ) di atas 375 m μ atau lampu deuterium (D_2) yang memiliki λ di bawah 375 m μ . Dengan memilih salah satu dari keduanya dapat dilakukan pada daerah ultra violet atau daerah sinar tampak (*visible*). Sinar yang dipancarkan dipusatkan pada sebuah cermin datar yang kemudian dipantulkan dan diteruskan melalui monokromator.

2. Pemilihan panjang gelombang (monokromator)

Ada dua macam monokromator yang dapat digunakan untuk memilih sinar yang dipakai, yaitu :

- a) *Prisma* ; bila seberkas cahaya polikromatik melalui sebuah prisma maka akan terjadi penguraian atau dispersi cahaya.
- b) *Grating* ; terbuat dari suatu lempeng (biasanya aluminium) yang permukaannya berlekuk-lekuk seperti gergaji yang jumlah lekukannya dapat mencapai 15.000 s/d 30.000 garis per inci. Permukaan mengkilat dapat dilapisi resin. Bagian yang paling atas dilapisi suatu bahan yang tembus

cahaya. Bila ada cahaya jatuh maka cahaya itu akan didispersikan. Grating lebih baik daripada prisma karena mempunyai daya dispersi yang lebih besar dan dapat dipakai pada semua daerah spektra.

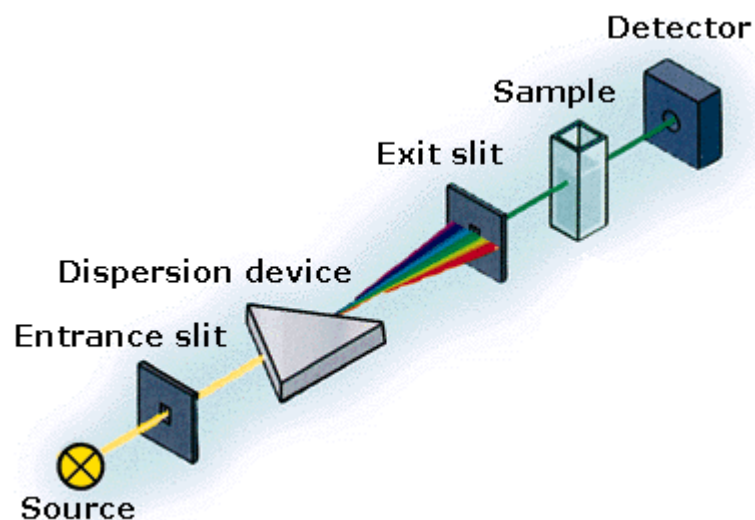
3. *Cuvet* (tempat contoh)

Cuvet untuk analisa spektrofotometer harus memenuhi beberapa syarat sebagai berikut ;

- a) Tidak berwarna sehingga dapat mentransmisikan semua cahaya.
- b) Permukaannya secara optis harus sejajar.
- c) Harus tahan (tidak bereaksi) terhadap bahan-bahan kimia.
- d) Tidak boleh rapuh.
- e) Mempunyai *design* sederhana.

4. Detektor

Sebagai detektor dapat dipakai *photo tube* atau *barier* layar sel yang keduanya dapat mengubah cahaya menjadi arus listrik (*photosensitive detector*).



Gambar 4.3 Cara kerja spektrofotometer

Berdasarkan sistem optiknya terdapat 2 jenis spektrofotometer :

1. Spektrofotometer *single beam* (berkas tunggal)

Pada spektrofotometer ini hanya terdapat satu berkas sinar yang dilewatkan melalui *cuvet*, blanko, larutan standar dan contoh diperiksa secara bergantian.

2. Spektrofotometer *double beam* (berkas ganda)

Pada alat ini sinar dari sumber cahaya dibagi menjadi 2 berkas oleh cermin yang berputar (*chopper*).

- Berkas pertama melalui *cuvet* berisi blanko.

- Berkas kedua melalui *cuvet* berisi standar atau contoh.

Blanko dan contoh diperiksa secara bersamaan. Blanko berguna untuk menstabilkan absorpsi akibat perubahan voltase atau I_0 dari sumber cahaya. Dengan adanya blanko dalam alat, tidak perlu lagi mengontrol titik nol-nya pada waktu-waktu tertentu.

Beberapa hal yang harus diperhatikan untuk melakukan analisa cara spektrofotometer :

1. Carilah reaksi yang spesifik

Misalnya bila menetapkan besi yang bercampur dengan kobalt, sebaiknya jangan memakai KCNS, tetapi pakailah cara ortofenantrolin. Reaksi yang bersifat spesifik biasanya sedikit sekali, akan tetapi dapat diatasi dengan mengatur pH, pemakaian *masking agent*, ekstraksi dengan pelarut atau cara lain. Usahakan zat lain tidak ikut bereaksi, apalagi menghasilkan senyawa yang mempunyai λ_{maks} berdekatan.

2. Tetapkan pada λ_{maks} .

λ_{maks} adalah λ di mana contoh memberikan serapan atau absorbansi maksimum. λ_{maks} dapat ditetapkan dengan mengalurkan A terhadap λ dari suatu larutan dalam deret standar.

Penetapan pada λ_{maks} akan memberikan keuntungan, antara lain :

- Kepekatan maksimum, karena pada perubahan konsentrasi larutan akan memberikan perubahan A yang paling besar (memperkecil kesalahan).
- Pada λ_{maks} akan didapatkan bentuk kurva kalibrasi yang linier sesuai dengan Hukum Lambert-Beer.

3. Waktu kestabilan reaksi

Suatu reaksi kimia ada yang berlangsung cepat ada pula yang lambat, bahkan setelah waktu tertentu akan terbentuk reaksi atau senyawa lain. Oleh karena itu, dalam mengukur A contoh hendaknya diperhatikan masalah waktu.

Pengukuran jangan dibiarkan setelah cukup lama atau terlalu cepat. Misalnya :

- Penetapan Al dengan eriochrom sianina R dan A ditetapkan setelah 30 menit.
- Penetapan Fe cara o-penantrolin harga A ditetapkan setelah 5-10 menit.

4. Penyesuaian dengan Hukum Lambert-Beer

Kurva kalibrasi menurut Hukum Lambert-Beer seharusnya linier. Pada kenyataannya bila makin pekat kurva akan melengkung. Sebaiknya membuat deret standar dengan *range* yang tidak terlalu jauh.

5. Pemilihan larutan

Pelarut yang dipakai hendaknya mempunyai kemurnian yang tinggi, karena :

- Tidak mengabsorpsi λ pada daerah pengukuran
- Tidak berinteraksi dengan contoh

6. Kesalahan relatif

Untuk mendapatkan kesalahan relatif yang kecil pengukuran sebaiknya pada absorbansi $0.2 \leq A \leq 0.7$

V. ALAT DAN BAHAN

A. ALAT

1. Instrumentasi spektrofotometer UV-VIS *single beam*
2. *Cuvet*
3. Neraca / timbangan
4. Labu ukur 100 ml
5. Pipet tetes
6. Buret 50 ml
7. Statif + klem
8. Gelas Ukur 50 ml

B. BAHAN

1. HCl 1 N
2. NH₄OH 6 N
3. Larutan sampel Cu(II)
4. Larutan standar Cu(II)
5. Aquadest

VI. DESKRIPSI PROSES

1. Pada saat Daring

- Login kedalam website <https://elearning.umj.ac.id/> lalu cari dan klik kelas Praktikum Kimia Analisa.
- Klik pertemuan yang dituju.

- Jika hendak mengupload pretest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.
- Jika hendak mengupload posttest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.

2. Pada saat Luring

Pembuatan Kurva Kalibrasi Cu(II)

1. Membuat larutan standar Cu(II) 1000 ppm.
 - 1.1 Timbang serbuk Cu(II) sebanyak 0.1 gram kemudian masukkan ke dalam labu ukur 100 ml.
 - 1.2 Larutkan dengan aquadest hingga 100 ml.
 - 1.3 Homogenisasikan larutan standar tersebut.
2. Membuat deret larutan standar dengan kadar 0, 5, 10, 15, 20 ppm.
 - 2.1 Masukkan larutan standar Cu(II) 1000 ppm sebanyak 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 ml kedalam labu ukur 100ml dengan menggunakan buret
 - 2.2 Tambahkan 29 ml HCl 1 N dan 20 ml NH₄OH 6 N dengan menggunakan gelas ukur ke dalam masing-masing larutan standar.
 - 2.3 Encerkan larutan standar tersebut hingga tanda batas
 - 2.4 Homogenisasikan larutan standar tersebut
3. Ukur absorbansi larutan standar pada panjang gelombang 580 nm dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis
4. Buat kurva kalibrasi larutan standar !
5. Ukur absorbansi larutan sampel pada panjang gelombang 580 nm dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

VII. DATA PENGAMATAN DAN PERHITUNGAN

A. Larutan Standar Kalibrasi ($\lambda = 580 \text{ nm}$)

No.	Kadar	Absorbansi

B. Larutan Sampel

Absorbansi Sampel = ($\lambda = 580 \text{ nm}$)

VIII. TUGAS

1. Apa perbedaan spektrofotometer *single beam* dan *double beam* ?
2. Sebutkan dan jelaskan rangkaian alat dari spektrofotometer !
3. Jelaskan cara kerja/alur kerja dari alat spektrofotometer !
4. Tentukan konsentrasi sampel dari hasil analisis yang diperoleh menggunakan regresi linier dan Hukum Lambert-Beer !
5. Buat kurva kalibrasi !

PERCOBAAN VIII

ANALISA PROTEIN

I. JUDUL PERCOBAAN : ANALISA PROTEIN

II. PRINSIP PERCOBAAN

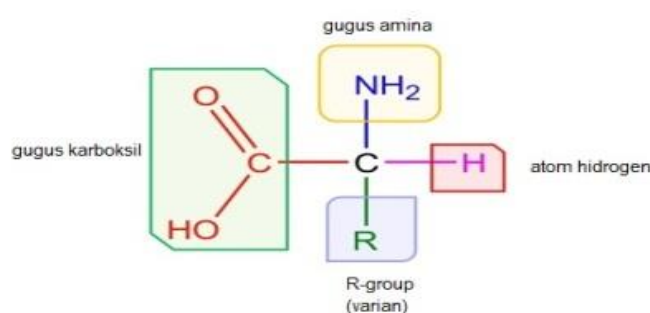
Berdasarkan uji kualitatif dengan metode reaksi biuret dan xantoprotein

III. MAKSUD DAN TUJUAN

Praktikan dapat mengamati apa yang terjadi dari uji kualitatif protein dengan beberapa macam pereaksi

IV. TEORI PERCOBAAN

Asam amino adalah senyawa organik yang memiliki gugus fungsional karboksil (-COOH) dan amina (biasanya -NH₂). Dalam biokimia seringkali pengertiannya dipersempit, keduanya terikat pada satu atom karbon (C) yang sama (disebut atom C “alfa” atau α). Gugus karboksil memberikan sifat asam dan gugus amina memberikan sifat basa. Dalam bentuk larutan, asam amino bersifat *amfoterik*, yaitu cenderung menjadi asam pada larutan basa dan menjadi basa pada larutan asam. Perilaku ini terjadi karena asam amino mampu menjadi *zwitter-ion*. Asam amino termasuk golongan senyawa yang paling banyak dipelajari karena salah satu fungsinya sangat penting dalam organisme yaitu sebagai penyusunan protein.

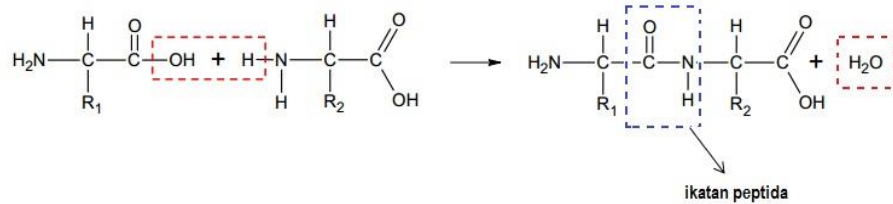


Gambar 7.1 Struktur asam α-amino

Struktur asam amino secara umum adalah suatu atom C yang mengikat empat gugus, yaitu gugus amina (-NH₂), gugus karboksil (-COOH), atom hidrogen (H), dan satu gugus sisa (R, dari *residue*) atau disebut juga gugus atau rantai samping yang membedakan satu amino dengan asam amino lainnya.

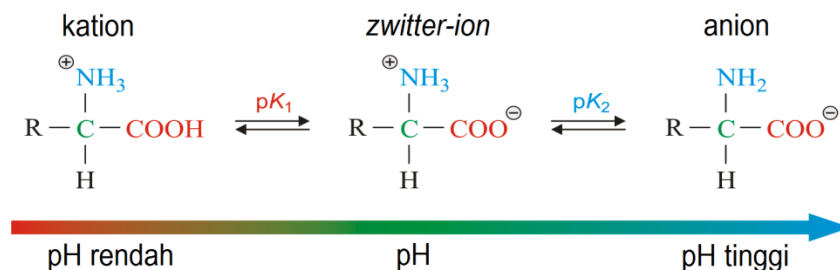
Asam amino biasanya diklasifikasikan berdasarkan sifat kimia rantai samping tersebut menjadi empat kelompok. Rantai samping dapat membuat asam amino bersifat asam lemah, basa lemah, hidrofilik jika polar, dan hidrofobik jika non-polar.

Pada polimerisasi asam amino, gugus $-OH$ yang merupakan bagian gugus karboksil satu asam amino dan gugus $-H$ yang merupakan bagian gugus amina asam amino lainnya akan terlepas dan membentuk air. Oleh sebab itu, reaksi ini termasuk dalam reaksi dehidrasi. Molekul asam amino yang telah melepaskan molekul air dikatakan disebut dalam bentuk residu asam amino.



Gambar 7.2 Reaksi kondensasi dua asam amino membentuk ikatan peptida

Karena asam amino memiliki gugus aktif amina dan karboksil sekaligus, zat ini dapat dianggap sebagai sekaligus asam dan basa (walupun pH alaminya biasanya dipengaruhi oleh gugus-R yang dimiliki). Pada pH tertentuyang disebut titik isolistrik, gugus amina pada asam amino menjadi bermuatan positif (terprotonasi, $-NH_3^+$), sedangkan gugus pada asam amino menjadi bermuatan positif (terdeprotonisasi, $-COO^-$). Titik isolistrik ini spesifik bergantung pada jenis asam aminonya. Dalam keadaan demikian, asam amino tersebut dikatakan berbentuk *zwitter-ion*. *Zwitter-ion* dapat diekstrak dari larutan asam amino sebagai struktur kristal putih yang bertitik lebur tinggi karena sifat dipolarnya. Kebanyakan asam amino bebas berada dalam bentuk *zwitter-ion* pada pH netral maupun pH fisiologis yang dekat netral.



Gambar 7.3 *zwitter-ion*

Asam amino diperlukan oleh makhluk hidup sebagai penyusun protein atau sebagai kerangka molekul-molekul penting. Ia disebut esensial bagi suatu spesies organisme apabila spesies tersebut memerlukannya tetapi tidak mampu

memproduksi sendiri atau selalu kekurangan asam amino yang bersangkutan. Untuk memenuhi kebutuhan ini, spesies itu harus memasoknya dari luar (lewat makanan). Istilah “asam amino esensial” berlaku hanya bagi organisme *heterotrof*.

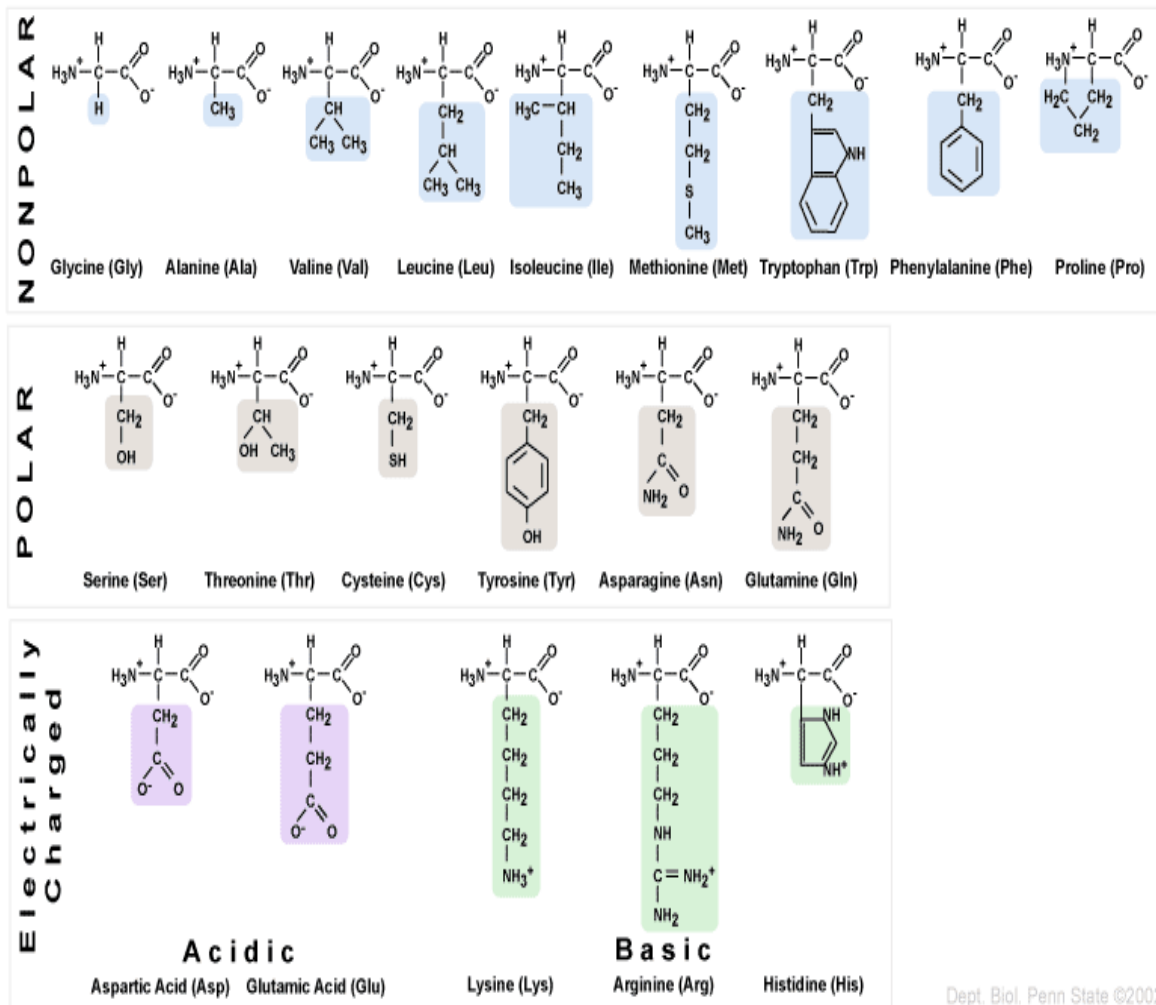
Bagi manusia, ada delapan (ada yang menyebut sembilan) asam amino esensial yang harus dipenuhi dari diet sehari-hari, yaitu isoleusin, leusin, lisin, metionin, fenilalanin, treonin, triptofan, dan valin. Histidin dan arginin disebut sebagai “setengah esensial” karena tubuh manusia dewasa sehat mampu memenuhi kebutuhannya. Asam amino karnitin juga bersifat “setengah esensial” dan sering diberikan untuk kepentingan pengobatan.

Protein (akar kata *protos* dari bahasa Yunani yang berarti “yang paling utama”) adalah senyawa organik kompleks berbobot molekul tinggi yang merupakan polimer dari monomer-monomer asam amino yang dihubungkan satu sama lain dengan ikatan peptida. Molekul protein mengandung karbon (C), hidrogen (H), oksigen (O), nitrogen (N) dan kadang kala sulfur (S) serta fosfor (P). Protein berperan penting dalam struktur dan fungsi semua sel makhluk hidup dan virus.

Kebanyakan protein merupakan enzim atau sub-unit enzim. Jenis protein lain berperan dalam fungsi struktural atau mekanis, seperti misalnya protein yang membentuk batang dan sendi sitoskeleton. Protein terlibat dalam sistem kekebalan (imun) sebagai antibodi, sistem kendali dalam bentuk hormon, sebagai komponen penyimpanan (dalam biji) dan juga dalam transportasi hara. Sebagai salah satu sumber gizi, protein berperan sebagai sumber asam amino bagi organisme yang tidak mampu membentuk asam amino tersebut (*heterotrof*).

Berikut adalah beberapa contoh asam amino penyusun protein :

Asam Amino Esensial	Asam Amino Non-Esensial
Valin (Val) Leusin (Leu) Isoleusin (Ile) Treonin (Thr) Metionin (Met) Fenilalanin (Phe) Arginin (Arg) Lisin (Lys) Histidin (His)	Glisin (Gly) Alanin (Ala) Serin (Ser) Sistein (Cys) Tirosin (Tyr) Triptofan (Trp) Asam aspartat (Asp) Asparagin (Asn) Glutamin (Gln) Asam glutamat (Glu) Hidroksilin (Hyl)



Beberapa metode uji protein yang sering dilakukan percobaan adalah :

1. Metode Kjeldahl

Metode Kjeldahl dikembangkan pada tahun 1883 oleh Johann Kjeldahl. Metode ini merupakan metode yang sederhana untuk penetapan nitrogen total pada asam amino, protein, dan senyawa yang mengandung nitrogen. Sampel didestruksi dengan asam sulfat dan dikatalisis dengan katalisator yang sesuai sehingga akan menghasilkan amonium sulfat. Setelah pembebasan alkali dengan kuat, amonia yang terbentuk disuling uap secara kuantitatif ke dalam larutan penyerap dan ditetapkan secara titrasi. Prinsip dasar yang sama masih digunakan hingga sekarang, walaupun dengan modifikasi untuk mempercepat proses dan mencapai pengukuran yang lebih akurat. Metode ini masih merupakan metode standar untuk penentuan kadar protein. Karena metode Kjeldahl tidak menghitung kadar protein secara langsung, diperlukan faktor konversi (F) untuk menghitung kadar protein total dan kadar nitrogen. Faktor konversi 6,25

(setara dengan 0,16 g nitrogen per gram protein) digunakan untuk banyak jenis makanan, namun angka ini hanya nilai rata-rata, tiap protein mempunyai faktor .

Adapun keuntungan dan kerugian pada metode ini adalah :

➤ Keuntungan :

- Metode Kjeldahl digunakan secara luas di seluruh dunia dan masih merupakan metode standar dibanding metode lain.
- Sifatnya yang universal, presisi tinggi dan reproduibilitas baik membuat metode ini banyak digunakan untuk penetapan kadar protein.

➤ Kerugian :

- Metode ini tidak memberikan pengukuran protein sesungguhnya, karena tidak semua nitrogen dalam makanan bersumber dari protein.
- Protein yang berbeda memerlukan faktor koreksi yang berbeda karena susunan residu asam amino yang berbeda.
- Penggunaan asam sulfat pada suhu tinggi berbahaya, demikian juga beberapa katalis

2. Uji Biuret

Reaksi biuret berdasarkan adanya ikatan peptida dalam protein, oleh karena itu reaksi biuret merupakan reaksi umum untuk semua jenis protein. Reaksi biuret positif terhadap dua buah ikatan peptida atau lebih tetapi negatif untuk asam amino bebas. Reaksi biuret juga positif terhadap senyawa yang mengandung gugus $-\text{CH}_2\text{NH}_2$, $-\text{CSNH}_2$, $-\text{C}(\text{NH})\text{NH}_2$ dan $-\text{CONH}_2$. Uji biuret positif ditandai dengan terbentuknya senyawa kompleks yang berwarna ungu (violet) akibat dari reaksi ion Cu^{2+} (dari pereaksi biuret) dalam suasana basa dengan polipeptida atau ikatan-ikatan peptida penyusun protein.

3. Reaksi Xantoprotein

Uji xantoprotein dilakukan untuk membuktikan adanya inti benzena dalam protein. Asam amino yang mempunyai cincin benzena yaitu asam amino tirosin, triptofan dan fenilalanin. Uji ini positif jika membentuk endapan putih ketika ditambahkan asam nitrat pekat dan berubah menjadi kuning sewaktu dipanaskan. Senyawa nitro yang terbentuk dalam suasana basa akan terionisasi dan warnanya berubah menjadi jingga.

V. ALAT DAN BAHAN

A. ALAT

1. Tabung reaksi
2. Pipet tetes
3. *Beaker glass*
4. Rak tabung reaksi
5. Penangas air
6. Penjepit kayu

B. BAHAN

1. Susu UHT
2. Kuning telur
3. Monosodium glutamat (MSG)
4. NaOH 40%
5. CuSO₄ 1%
6. HNO₃ pekat
7. Ammonia

VI. DESKRIPSI PROSES

1. Pada saat Daring

- Login kedalam website <https://elearning.umj.ac.id/> lalu cari dan klik kelas Praktikum Kimia Analisa.
- Klik pertemuan yang dituju.
- Jika hendak mengupload pretest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.
- Jika hendak mengupload posttest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.

2. Pada saat Luring

Uji Biuret

1. Pipet sebanyak 3 ml larutan protein ke dalam tabung reaksi.
2. Tambahkan 1 ml NaOH 40% dan 1 ml CuSO₄ 1%.
3. Amati perubahan yang terjadi dan catat !
4. Ulangi percobaan tersebut terhadap larutan protein lainnya.

Reaksi Xantoprotein

1. Pipet sebanyak 3 ml larutan protein ke dalam tabung reaksi.
2. Tambahkan 1 ml larutan HNO₃ pekat kemudian panaskan menggunakan penangas air, lalu dinginkan.
3. Ambil sebagian larutan tersebut ke dalam tabung reaksi lainnya dan tambahkan larutan ammonia secukupnya.
4. Amati perubahan yang terjadi dan catat !
5. Ulangi percobaan tersebut terhadap larutan protein lainnya.

VII. DATA PENGAMATAN

Uji Biuret

Larutan protein	Perubahan	
	Awal	Akhir

Reaksi Xantoprotein

Larutan protein	Perubahan	
	Awal	Akhir

VIII. TUGAS

1. Jelaskan apa yang dimaksud dengan ikatan peptida !
2. Apa yang dimaksud dengan sifat amfoterik ?

PERCOBAAN IX

ANALISA KARBOHIDRAT

I. JUDUL PERCOBAAN : ANALISA KARBOHIDRAT

II. PRINSIP PERCOBAAN

Berdasarkan uji kualitatif dengan metode reaksi molisch dan benedict

III. MAKSUD DAN TUJUAN

Praktikan dapat mengamati apa yang terjadi dari uji kualitatif karbohidrat dengan beberapa macam pereaksi.

IV. TEORI PERCOBAAN

Nama karbohidrat dapat diartikan sebagai karbon yang mengalami hidratisasi sehingga karbohidrat dapat ditulis dengan rumus empiris $C_n(H_2O)_n$, "n" merupakan angka bulat. Pada umumnya "n" mempunyai harga $3 \leq n \leq 7$. Yang paling banyak antara 5 dan 6. Karbohidrat meliputi polihidroksi aldehyd dan keton serta senyawa yang dapat diubah menjadi aldehyd atau keton dengan hidrolisis. Karbohidrat dapat diklasifikasi menjadi tiga kelompok :

1. Monosakarida

Monosakarida dapat berupa aldosa dan ketosa. Golongan aldosa mempunyai satu gugus aldehyd (-CH) dan beberapa gugus hidroksil (-OH), sedangkan golongan ketosa mempunyai satu gugus keton (-CO-) dan beberapa gugus hidroksil, maka aldosa adalah suatu polihidroksil pada jumlah atom karbon (3 = tri; 4 = tetra; 5 = penta; dan 6 = heksa). Dengan demikian terdapat 4 aldosa dan 4 ketosa.

2. Disakarida

Golongan karbohidrat ini mengandung satuan dasar $2 \leq n \leq 10$. Yang pertama dinamakan disakarida karena hanya mengandung dua buah satuan. Contoh yang terdapat di alam adalah :

- a. *Maltosa*, dihasilkan pada hidrolisa partikel dari amilum dengan asam hidrolisa ini dapat pula terjadi oleh enzim diartase. Sifat maltosa dapat mereduksi, dapat membentuk osazon, dan mengalami multarotasi. Pemecahan maltosa terjadi oleh hidrolisa asam oleh enzim maltase (*yeast* atau ragi).

- b. *Sellobiosa*, hidrolisis partikelnya menghasilkan suatu disakarida. Dapat mereduksi dan mengalami mutarotasi. Disusun oleh 2 satuan glukosa yang dihubungkan pada kedudukan $1 \text{ }^s\text{/}_d \text{ } 4$. Bedanya dengan maltosa, sellobiosa mempunyai ikatan $1 \text{ }^s\text{/}_d \text{ } 4 \beta$ -glikosida sedangkan maltosa $1 \text{ }^s\text{/}_d \text{ } 4 \alpha$ -glikosida.
- c. *Laktosa*, disusun oleh 1 mol galaktosa dan 1 mol glukosa terdapat dalam susu sebanyak 5%. Senyawa ini dapat mereduksi membentuk osazon dan mengalami mutarotasi.

3. Polisakarida

Polisakarida adalah molekul yang bila dihidrolisa akan menghasilkan banyak mol-mol monosakarida. Ada dua golongan polisakarida yang penting, yaitu heksosa (pati atau amilum, dan sellulosa), dan pentosa (arabinosa, dan inulin).

Reaksi-reaksi terhadap uji karbohidrat sebagai berikut :

1. Reaksi Molisch

Reaksi molisch adalah reaksi umum untuk karbohidrat untuk menunjukkan tes positif semua jenis karbohidrat. Sebagai pereaksi digunakan alfa-naftol 4 % dalam alkohol 96%. Karena pengaruh asam pekat, karbohidrat dihidrolisa menjadi monosakarida dan akhirnya menjadi furfural atau hidroksi metal furfural. Furfural atau deviratnya dengan alfa-naftol akan berkondensasi membentuk senyawa yang berwarna lembayung (violet).

2. Reaksi Anthrone

Reaksi ini juga merupakan reaksi umum dalam uji karbohidrat. Pereaksinya adalah anthrone 0.2% dalam asam sulfat pekat. Pada reaksi ini anthrone bereaksi dengan karbohidrat membentuk senyawa yang berwarna hijau hingga hijau abu-abu.

3. Reaksi Benedict

Reaksi benedict berdasarkan reduksi ion Cu^{2+} menjadi Cu^+ . Jadi reaksi ini khusus untuk gula-gula mereduksi yaitu semua monosakarida dan disakarida kecuali sukrosa dan trehalosa. Pada suasana alkali karbohidrat tersebut mempunyai bentuk enol yang reaktif hingga dapat mereduksi ion Cu^{2+} yang terdapat di dalam pereaksi menjadi ion Cu^+ dan dengan pemanasan lebih lanjut akan terbentuk endapan hijau hingga merah bata (Cu_2O). Pereaksi benedict berisi Na-sitrat ($\text{NaC}_6\text{H}_7\text{O}_7$), tembaga(II) sulfat (CuSO_4), dan natrium dikarbonat (Na_2CO_3). Na-sitrat untuk mencegah terbentuknya endapan $\text{Cu}(\text{OH})_2$.

4. Reaksi Selliwanof

Reaksi ini khusus untuk fruktosa. Pereaksinya adalah resorsinol 0.5% dalam HCl 5N. Fruktosa oleh HCl dalam keadaan panas akan diubah menjadi asam levulanat dan hidroksi metil furfural yang terbentuk berkondensasi dengan resorsinol membentuk senyawa berwarna merah.

5. Reaksi Hidrolisis

Karbohidrat bila dihidrolisis akan pecah menjadi molekul-molekul yang lebih kecil. Bila hidrolisisnya menggunakan asam hasil akhirnya menggunakan asam akhirnya adalah monosakarida. Bila asamnya pekat dan panas maka pentosa akan diubah lebih lanjut menjadi furfural dan heksosa menjadi hidroksi metil furfural.

V. ALAT DAN BAHAN

A. ALAT

1. Tabung reaksi
2. Rak tabung reaksi
3. Pipet tetes
4. Penangas air
5. Penjepit kayu

B. BAHAN

- | | |
|----------------------|---|
| 1. Larutan glukosa | 5. H ₂ SO ₄ pekat |
| 2. Larutan sukrosa | 6. Reagen benedict |
| 3. Larutan amilum | 7. Alfanaftol 5% |
| 4. Larutan arabinosa | |

VII. DESKRIPSI PROSES

1. Pada saat Daring

- Login kedalam website <https://elearning.umj.ac.id/> lalu cari dan klik kelas Praktikum Kimia Analisa.
- Klik pertemuan yang dituju.
- Jika hendak mengupload pretest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.
- Jika hendak mengupload posttest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.

2. Pada saat Luring

Reaksi Molisch

1. Siapkan 4 tabung reaksi pada rak, masing-masing tabung beri nomor (I), (II), (III), dan (IV).
2. Masukkan ke dalam tabung reaksi masing-masing 2 cc larutan sampel (I), (II), (III), dan (IV).
3. Kemudian semua tabung ditambahkan masing-masing 5 tetes alfa-naftol 5% (segar) dan dicampur.
4. Alirkan ke dalam tabung reaksi 2 cc H₂SO₄ pekat perlahan-lahan.
5. Amati perubahan yang terjadi dan catat !

Reaksi Benedict

1. Kedalam 4 tabung reaksi dimasukkan masing-masing 5 cc reagen benedict dan berturut-turut 0.5 ml larutan sampel (I), (II), (III), dan (IV).
2. Panaskan keempat tabung tersebut di dalam penangas air.
3. Amati perubahan yang terjadi dan catat !

VII. DATA PENGAMATAN

Reaksi Molisch

Tabung reaksi	Perubahan	
	Awal	Akhir

Reaksi Benedict

Tabung reaksi	Perubahan	
	Awal	Akhir

VII. TUGAS

1. Tentukan senyawa larutan sampel (I), (II), (III), dan (IV) !
2. Apa yang dimaksud dengan gugus pereduksi ?
3. Golongan Karbohidrat apa yang memiliki sifat gugus pereduksi dan sebutkan contoh senyawanya !

PERCOBAAN X

ANALISA LEMAK

I. JUDUL PERCOBAAN : ANALISA LEMAK

II. PRINSIP PERCOBAAN

Bilangan asam dinyatakan sebagai jumlah mg KOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 gr minyak atau lemak.

III. MAKSUD DAN TUJUAN

Menentukan bilangan asam yang terkandung dalam minyak kelapa dan minyak zaitun.

IV. TEORI PERCOBAAN

Lemak atau lipid tidak sama dengan minyak. Orang menyebut lemak secara khusus bagi minyak nabati atau hewani yang berwujud padat pada suhu ruang. Lemak juga biasanya disebutkan kepada berbagai minyak yang dihasilkan oleh hewan. Lepas dari wujudnya padat maupun cair.

Satu gram lemak dapat menghasilkan 39.06 kJoule atau 9.3 kkal. Lemak terdiri atas unsur-unsur karbon, hidrogen, dan oksigen. Karena struktur molekulnya yang kaya akan rantai unsur karbon (-CH₂-CH₂-CH₂-) maka lemak mempunyai sifat *hydrophob*. Ini menjadi alasan yang menjelaskan sulitnya lemak untuk larut di dalam air. Lemak dapat larut hanya di larutan yang bersifat non-polar atau organik seperti eter, kloroform, dan benzol.

Secara umum dapat dikatakan bahwa lemak biologis memenuhi 4 fungsi dasar bagi manusia, yaitu :

1. Penyimpanan energi
2. Transportasi metabolik sumber energi
3. Sumber zat untuk sintesis bagi hormon, kelenjar empedu serta menunjang proses pemberian sinyal.
4. Struktur dasar atau komponen utama dari membran semua jenis sel

Ada beberapa model klasifikasi berdasarkan kelas dari lemak atau lipid, antara lain :

Lipid	Fungsi Primer	Contoh
Asam lemak	Sumber energi, biologis, <i>percursor</i>	Asam palmitin Asam olein Asam linol
Gliserida	Penyimpanan energi	Trigeliserida
Fosfoliserida	Komponen dari membran	<i>Fosfatidylholin</i> <i>Fosfatidylserin</i> <i>Fosfatidyletanolamin</i>
Badan keton	Sumber energi	Aseton Asetoasetat β -Hidroksibutirat
Sfingolipid	Komponen dari membran	Sfingomielin (<i>ceramid</i>) Glikosfingolipid (<i>cerebosid, globosid</i>)
Eicosanoida	Modulator proses fisiologis	Prostaglandin Thromboxan Leukotriene HPETE
Cholesterin	Komponen dari membran	Cholesterin Cholesterinester
Hormon steroid	Modulator proses fisiologis	Aldosteron Cortisol Androgen

Minyak adalah istilah umum untuk semua cairan organik yang tidak larut atau bercampur dalam air. Dalam arti sempit, kata “minyak” biasanya mengacu ke minyak bumi (*petroleum*) atau bahkan produk olahannya : minyak tanah (*kerosene*). Namun demikian, kata ini sebenarnya berlaku luas, baik untuk minyak sebagai bagian dari diet makanan (misalnya minyak goreng), sebagai bahan bakar (misalnya minyak tanah), sebagai pelumas (misalnya minyak rem), sebagai medium pemindahan energi, maupun sebagai wangi-wangian (misalnya minyak nilam).

Perbedaan antara lemak dan minyak, antara lain :

Lemak	Minyak
Pada temperatur kamar berwujud padat	Pada temperatur kamar berwujud cair
Gliserida terdapat pada hewan	Gliserida terdapat pada tumbuhan
Komponen gliserida terdiri dari banyak asam lemak tak jenuh	Komponen gliserida terdiri dari banyak asam lemak jenuh

Klasifikasi lipid menurut Bloor :

1. *Lipid sederhana* ; senyawa ester asam lemak dengan berbagai alkohol.
 - a) Lemak, senyawa ester asam lemak dengan gliserol. Lemak yang berada dalam keadaan cair dikenal sebagai minyak.
 - b) Malam, senyawa ester asam lemak dengan alkohol monohidrat yang berbobot molekul lebih tinggi.
2. *Lipid kompleks* ; senyawa ester asal lemak yang mengandung gugus alkalis yang mengandung nitrogen dan substituen lain.
 - a) Fosfolipid, lipid mengandung residu asam fosfat, di luar asam lemak, dan alkohol. Lipid ini sering mempunyai basa mengandung N, dan substituen lain.
 - b) Glikolipid (glikosfingolipid), kelompok lipid yang mengandung asam lemak sfingosin dan karbohidrat.
 - c) Bentuk-bentuk lipid kompleks lainnya, kelompok lipid seperti sulfolipid dan aminolipid. Lipo-protein dapat pula dimasukkan ke dalam kategori ini.
3. *Lipid prekursor dan derivat* ; bentuk ini mencakup asam-asam lemak, gliserol, steroid, senyawa alkohol di samping gliserol serta serol, aldehis lemak, dan badan keton, hidrokarbon, vitamin larut lemak serta berbagai hormon. Karena tidak bermuatan, asilgliserol (gliserida), kolesterol, dan ester kolesteril dinamakan lipid netral.

Lemak dan minyak dapat dibedakan berdasarkan beberapa penggolongan, yaitu :

1. Berdasarkan kejenuhannya (ikatan rangkap)

a) Asam lemak jenuh

Nama asam	Struktur	Sumber
Butirat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CO}_2\text{H}$	Lemak susu
Palmitat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CO}_2\text{H}$	Lemak hewani dan nabati
Stearat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CO}_2\text{H}$	Lemak hewani dan nabati

b) Asam lemak tak jenuh

Nama asam	Struktur	Sumber
Palmitoleat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{H}$	Lemak hewani dan nabati
Oleat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{H}$	Lemak hewani dan nabati
Linoleat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{H}$	Minyak nabati
Linolenat	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{H}$	Minyak biji rami

Asam lemak jenuh merupakan asam lemak yang mengandung ikatan tunggal pada rantai hidrokarbonnya. Asam lemak jenuh mempunyai rantai zig-zag yang dapat cocok satu sama lain, sehingga gaya tarik *Van der Waals* tinggi, sehingga biasanya berwujud padat. Sedangkan asam lemak tak jenuh merupakan asam lemak yang mengandung satu ikatan rangkap pada rantai hidrokarbonnya. Asam lemak dengan lebih dari satu ikatan rangkap tidak lazim, terutama terdapat pada minyak nabati, minyak ini disebut poliunsaturat. Trigliserida tak jenuh ganda (poliunsaturat) cenderung berbentuk minyak.

2. Berdasarkan sifat mengering

Sifat	Keterangan
Minyak tidak mengering (non-drying oil)	- Tipe minyak zaitun, contoh : minyak zaitun, minyak buah persik, minyak kacang - Tipe minyak rape, contoh : minyak biji rape, minyak mustard

	- Tipe minyak hewani, contoh : minyak sapi
Minyak setengah mengering (semi-drying oil)	Minyak yang mempunyai daya mengering yang lebih lambat. Contohnya ; minyak biji kapas, minyak bunga matahari
Minyak nabati mengering (drying-oil)	Minyak yang mempunyai sifat dapat mengering jika kena oksidasi dan akan berubah menjadi lapisan tebal bersifat kental dan membentuk sejenis selaput jika dibiarkan di udara terbuka. Contoh : minyak kacang kedelai, minyak biji karet

3. Berdasarkan sumbernya

Sumber	Keterangan
Berasal dari tanaman (minyak nabati)	<ul style="list-style-type: none"> - Biji-biji palawija, contoh : minyak jagung, biji kapas - Kulit buah tanaman tahunan, contoh : minyak zaitun, minyak kelapa sawit - Biji-biji tanaman tahunan, contoh : kelapa, kakao, inti sawit
Berasal dari hewan (lemak hewani)	<ul style="list-style-type: none"> - Susu hewan peliharaan, contoh : lemak susu - Daging hewan peliharaan, contoh : lemak sapi, oleosterin - Hasil laut, contoh : minyak ikan sarden, minyak ikan paus

4. Berdasarkan sumbernya

Sumber	Keterangan
Berasal dari tanaman (minyak nabati)	<ul style="list-style-type: none"> - Biji-biji palawija, contoh : minyak jagung, biji kapas - Kulit buah tanaman tahunan, contoh : minyak zaitun, minyak kelapa sawit - Biji-biji tanaman tahunan, contoh : kelapa, kakao, inti sawit

Berasal dari hewan (lemak hewani)	<ul style="list-style-type: none"> - Susu hewan peliharaan, contoh : lemak susu - Daging hewan peliharaan, contoh : lemak sapi, oleosterin - Hasil laut, contoh : minyak ikan sarden, minyak ikan paus
--------------------------------------	---

V. ALAT DAN BAHAN

A. ALAT

- | | |
|--------------------------|------------------|
| 1. Tabung reaksi | 6. Pipet ukur |
| 2. Rak tabung reaksi | 7. Buret |
| 3. <i>Waterbath</i> | 8. Statif + klem |
| 4. Neraca atau timbangan | 9. Corong |

B. BAHAN

1. Larutan KOH 0.1 N
2. Larutan $(\text{COOH})_2$ 0.1 N
2. Minyak kelapa
3. Minyak zaitun
4. Etanol netral
5. Indikator PP

VI. DESKRIPSI PROSES

1. Pada saat Daring

- Login kedalam website <https://elearning.umj.ac.id/> lalu cari dan klik kelas Praktikum Kimia Analisa.
- Klik pertemuan yang dituju.
- Jika hendak mengupload pretest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.
- Jika hendak mengupload posttest maka klik bagian pretest, lalu submit jawaban anda.

2. Pada saat Luring

Penetapan Bilangan Asam dalam Minyak

1. Timbang masing-masing sampel minyak kelapa dan minyak zaitun sebanyak 5 gram ke dalam erlenmeyer.

2. Kemudian sampel dilarutkan dengan 25 ml larutan etanol netral, lalu dipanaskan hingga larutan berubah menjadi jernih.
3. Tambahkan beberapa tetes indikator PP, setelah itu dititar dengan larutan KOH 0.1 N hingga titik akhir berwarna merah muda seulas.

VII. DATA PENGAMATAN DAN PERHITUNGAN

Standardisasi larutan KOH menggunakan Asam Oksalat

Vol. (COOH)₂ = 10 ml

N. (COOH)₂ = 0.1 N

Pengerjaan	Vol. KOH (ml)	N. KOH
Simplo		
Duplo		
Triplo		
Rata-rata		

Penetapan Bilangan Asam dalam Minyak Kelapa

Pengerjaan	Bobot Minyak Kelapa	Vol. KOH (ml)	N. KOH
Simplo			
Duplo			
Triplo			
Rata-rata			

Penetapan Bilangan Asam dalam Minyak Zaitun

Pengerjaan	Bobot Minyak Zaitun	Vol. KOH (ml)	N. KOH
Simplo			
Duplo			
Triplo			
Rata-rata			

Perhitungan Bilangan Asam

$$BA = \frac{\text{ml KOH} \times \text{N.KOH} \times \text{Mr.KOH}}{\text{gram sampel}}$$

Ket : BA = bilangan asam

VIII. TUGAS

1. Tentukan nilai derajat asam dan kadar asam dari masing-masing sampel yang diujikan ! Diketahui bobot molekul minyak kelapa = 205 dan bobot minyak zaitun = 282 !

$$DA = \frac{100 \times \text{ml KOH} \times N.KOH}{\text{gram sampel}}$$

$$KA = \frac{\text{Bobot molekul minyak} \times \text{ml KOH} \times N.KOH}{\text{gram sampel}} \%$$

Ket : DA = derajat asam

KA = kadar asam

DAFTAR PUSTAKA

- Adiwarna. 2011. *Diktat Modul Praktikum Kimia Analisa (PTK I)*. Jakarta
- Basset, J. et al. 1994. *Buku Ajar Vogel : Kimia Kuantitatif Analitik Anorganik*. EGC : Jakarta
- R.A. Day & A.L. Underwood. 1998. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Erlangga : Jakarta