



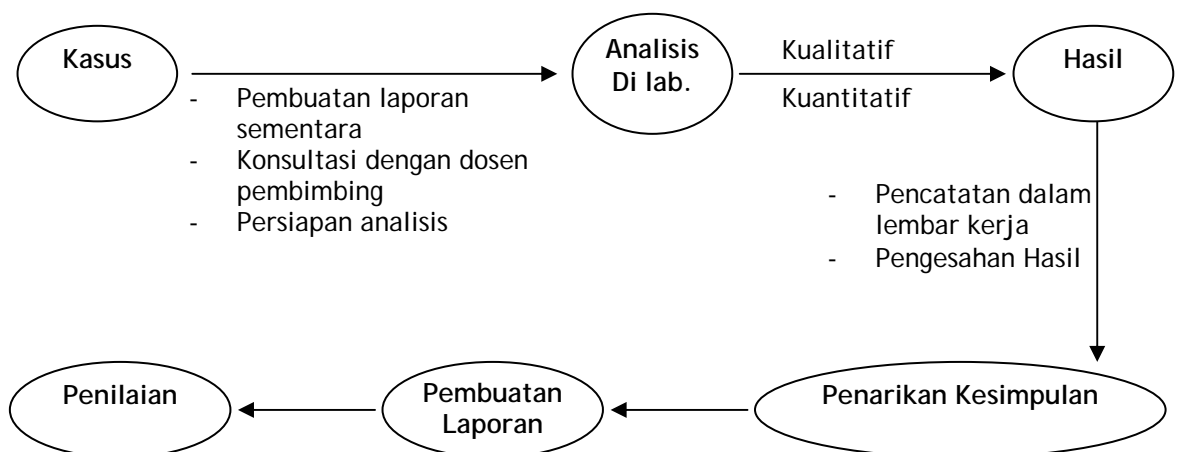
## DESAIN PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS

### Tujuan Pembelajaran (*Learning Objective*)

Praktikum Kimia Analisis 2008 merupakan pendukung Mata Kuliah Kimia Analisis, secara umum bertujuan untuk memberikan ketrampilan kepada mahasiswa dalam melakukan teknik analisis kualitatif dan kuantitatif dengan benar. Teknik analisis kualitatif meliputi cara-cara mencampur zat dengan pereaksi, mengendapkan, mencuci endapan, melarutkan endapan, menyaring endapan, memijarkan zat, memanaskan, serta teknik reaksi kristal dengan mikroskop. Teknik analisis kuantitatif meliputi cara pengenceran, pengukuran dan penimbangan dengan saksama, penggunaan buret, teknik titrasi, penentuan titik akhir, pembacaan volume titrasi, analisis data secara statistik sampai dengan penarikan kesimpulan hasil analisis.

### Desain Pelaksanaan

Praktikum Kimia Analisis 2008 didesain menggunakan pola *case based learning*, kegiatan analisis yang dilakukan mahasiswa didasarkan atas kasus tertentu. Pola ini dimaksudkan agar lebih aplikatif, membentuk pola pikir ilmiah mahasiswa sebagai calon *analytical pharmacist*, serta meningkatkan *self of belonging* terhadap praktikum itu sendiri. Secara skematis, desain praktikum dapat digambarkan sebagai berikut:



Gambar 1. Skema Desain Praktikum Kimia Analisis 2008



### Desain Penilaian

Penilaian Praktikum Kimia Analisis 2008 meliputi semua aspek, dari mulai Laporan sementara, konsultasi, test sebelum praktikum (pretest), teknik kerja pada saat praktikum (*self asesment*), laporan hasil, sampai dengan pelaksanaan responsi. Sistem yang digunakan adalah sistem standard mutlak dengan nilai akhir dalam bentuk huruf. Berikut adalah alokasi serta standard penilaian Praktikum Kimia Analisis 2008.

#### Alokasi Penilaian :

- Laporan Sementara : 5 %
- Konsultasi : 5 %
- Pretest : 5 %
- Teknik kerja : 40 %
- Laporan Hasil : 45 %
- Responsi memuat 60 % dari keseluruhan nilai praktikum

#### Standard Penilaian :

- 100 - 75 : A
  - 74 - 60 : B
  - 59 - 40 : C
  - 39 - 25 : D
  - < 25 : E
-



## TATA TERTIB PRAKTIKUM

Mahasiswa yang diperkenankan melakukan praktikum adalah mereka yang terdaftar secara akademik, yang selanjutnya disebut sebagai **Praktikan**.

Berikut tata tertib Praktikum Kimia Analisis 2008:

1. Praktikan melakukan konsultasi dengan dosen pembimbing 1 minggu sebelum hari H praktikum atau sesuai kesepakatan dengan dosen
2. Pada saat konsultasi, praktikan harus telah mempersiapkan segala sesuatu terkait materi praktikum, serta membuat laporan sementara yang akan disahkan setelah konsultasi
3. Praktikan wajib hadir 10 menit sebelum praktikum dimulai, keterlambatan lebih dari 10 menit sejak praktikum dimulai, praktikan dianggap tidak hadir
4. Jika berhalangan hadir, praktikan harus dapat memberikan keterangan tertulis dan resmi terkait dengan alasan ketidakhadirannya
5. Praktikan seperti no.2 diatas, jika akan mengganti praktikum pada hari lain, wajib meminta rekomendasi tertulis terlebih dahulu dari koordinator pengampu praktikum
6. Praktikan memasuki ruang laboratorium dengan telah mengenakan jas praktikum
7. Praktikan wajib membawa: laporan sementara yang sudah disahkan, laporan hasil (pada praktikum kedua dst.), lembar kerja praktikum, serbet, dan masker
8. Praktikan mengisi daftar absensi dengan menunjukkan segala sesuatu sesuai no.7 diatas

Sanksi terhadap pelanggaran tata tertib no.1 - 8 diatas adalah tidak diperbolehkan mengikuti praktikum pada hari itu.

9. Praktikan tidak diperbolehkan makan, minum, dan atau merokok di dalam laboratorium selama praktikum berlangsung
10. Praktikan tidak diperbolehkan bersenda gurau yang mengakibatkan terganggunya kelancaran praktikum

Sanksi terhadap pelanggaran tata tertib no.9 - 10 diatas adalah dikeluarkan dari laboratorium atau tidak diperkenankan melanjutkan praktikum.

---



11. Praktikan bertanggung jawab atas peralatan yang dipinjamnya, kebersihan meja masing-masing, serta lantai disekitarnya
12. Setelah menggunakan reagen, praktikan wajib meletakkan kembali pada tempatnya semula
13. Praktikan dilarang menghambur-hamburkan reagen praktikum dan membuang sisa praktikum dengan memperhatikan kebersihan dan keamanan
14. Jika akan meninggalkan ruang laboratorium, praktikan wajib meminta ijin kepada dosen atau asisten jaga
15. Praktikan melakukan analisis sesuai bagiannya masing-masing, mencatat hasilnya pada lembar kerja praktikum, serta memintakan "ACC" pada dosen atau asisten jaga, yaitu pada waktu:
  - setelah selesai analisis kualitatif
  - setelah selesai orientasi pada analisis kuantitatif
  - setelah selesai seluruh acara praktikum, termasuk penghitungan kadar dan penarikan kesimpulan

Sanksi terhadap pelanggaran tata tertib no.11 - 15 diatas adalah pengurangan nilai kedisiplinan

---



## TEKNIK KERJA LABORATORIUM

### Teknik Analisis Kualitatif

1. *Reaksi pembentukan warna atau pembentukan endapan.* Jika tidak dinyatakan lain, ambil kira-kira 1 ml (20 tetes) larutan sampel, masukkan tabung reaksi (jika masih ada proses selanjutnya) atau druppel plat (jika tidak ada proses selanjutnya), tambahkan pereaksi secukupnya secara bertetes-tetes sampai terjadi perubahan warna. Jika pereaksi yang digunakan sudah cukup banyak ( $\pm 1$  ml) tetapi tidak terjadi perubahan warna ataupun menghasilkan endapan, maka hasil reaksi dinyatakan negatif.

2. *Cara memanaskan zat dalam cawan porselin/erlenmeyer/gelas beker*

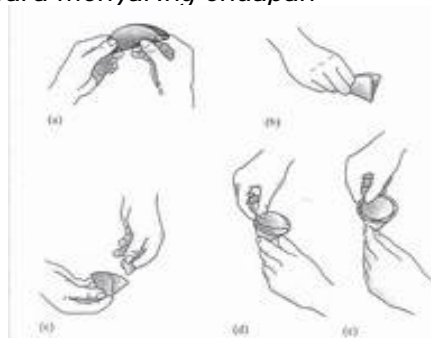


- ambillah kaki tiga dan letakkan kasa kawat di atasnya
- letakkan gelas kimia yang berisi larutan di atas kasa dan panaskan dengan pemanas spiritus

3. *Cara memanaskan zat dalam tabung reaksi*

- jepit tabung reaksi yang berisi larutan dengan penjepit kayu/besi,
- panaskan dengan nyala api spiritus, api pemanas hendaknya terletak pada bagian atas larutan
- goyangkan tabung reaksi agar pemanasan merata
- arahkan mulut tabung reaksi pada tempat yang aman agar percikannya tidak melukai orang lain maupun diri sendiri

4. *Cara menyaring endapan*



- gunakan kertas saring yang dibentuk seperti gambar disamping
- saringlah sedikit demi sedikit, kira-kira banyaknya larutan adalah sepertiga tinggi kertas



5. *Cara mencuci endapan pada kertas saring.* Arahkan aliran air dari sebuah botol pencuci pertama-tama di sekitar pinggir atas kertas saring menyusul gerakan spiral (memutar ke arah dalam) menuju endapan dan tiap pencucian kertas saring terisi antara separuh sampai dua pertiganya
6. *Cara reaksi kristal dengan mikroskop.* 1 tetes larutan *sampel pada objek glass*, tambahkan 1 tetes *pereaksi*, tutup dengan *deck glass*. Tempatkan pada mikroskop, atur perbesaran hingga gambar kristal terlihat jelas.

### Teknik Analisis Kuantitatif

1. *Pengendapan zat yang tidak akan dianalisis.* Gunakan pereaksi secukupnya sampai tidak terjadi endapan lagi. Untuk mengetahui apakah pereaksi sudah berlebihan atau tidak, dapat dilakukan dengan menguji cairan yang bening diatas endapan lagi menunjukkan pereaksi sudah berlebih
2. *Penimbangan.* Gunakan sendok untuk mengambil zat yang akan ditimbang.



Pilih timbangan yang tepat sesuai kapasitasnya. Jangan menimbang zat melebihi kapasitas maksimal timbangan yang digunakan. Catat hasil timbangan. Perhatikan contoh perintah penimbangan berikut:

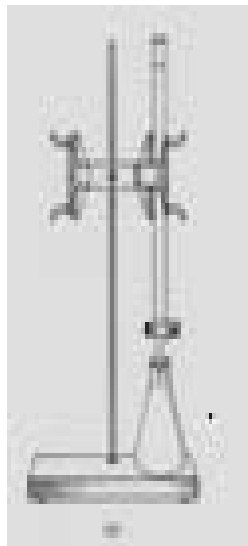
\* *"Timbang lebih kurang..."* artinya: jumlah yang harus ditimbang tidak boleh kurang dari 90% dan tidak boleh lebih dari 110% dari jumlah yang harus ditimbang.

\* *"Timbang dengan saksama..."* artinya: deviasi penimbangan tidak boleh lebih dari 0,1% dari jumlah yang ditimbang. Misalnya dengan pernyataan timbang seksama 500 mg, berarti batas kesalahan penimbangan tidak boleh lebih dari 0,5 mg. Oleh karena itu, penimbangan harus dilakukan dengan neraca analitik kepekaan minimal 0,5 mg. Penimbangan saksama dapat juga dinyatakan dengan menambahkan angka 0 dibelakang koma pada akhir bilangan bersangkutan. Misalnya, dengan pernyataan timbang 200,0 mg dimaksudkan bahwa penimbangan harus dilakukan dengan



3. *Pengukuran.* Pengukuran volume larutan bisa menggunakan gelas ukur, kecuali jika dinyatakan perintah "*ukur dengan saksama...*", dimaksudkan bahwa pengukuran dilakukan dengan memakai pipet standar dan harus digunakan sedemikian rupa sehingga kesalahannya tidak melebihi batas yang ditetapkan. Penggunaan pipet dapat diganti dengan buret yang sesuai dan memenuhi standar. Pengukuran saksama dapat juga dinyatakan dengan menambahkan angka 0 di belakang angka koma terakhir bilangan yang bersangkutan. Misalnya dengan pernyataan pipet 10,0 ml atau ukur 10,0 ml dimaksudkan bahwa pengukuran harus dilakukan dengan saksama.

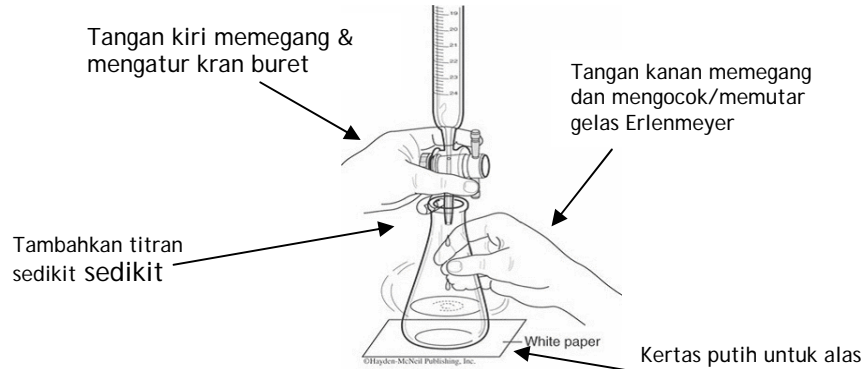
4. *Penggunaan buret*



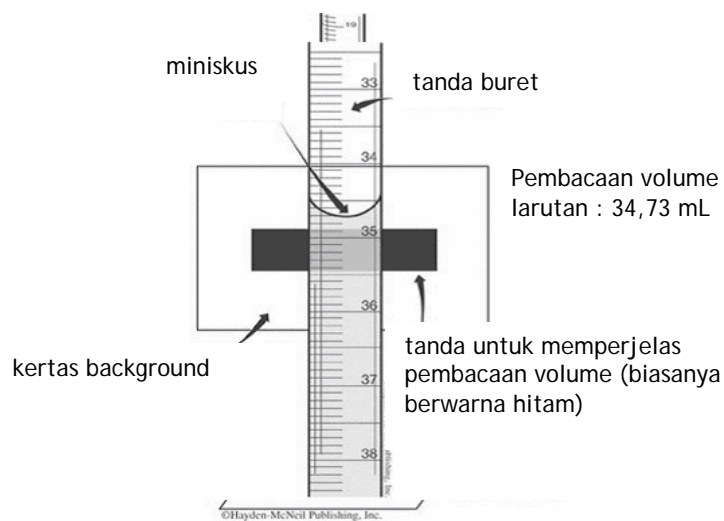
- Periksa terlebih dahulu apakah buret dalam kondisi baik (tidak pecah atau bocor), berikan sedikit saja vaselin pada kran agar pengaturan penetesan mudah dilakukan.
  - Bersihkan buret sebelum digunakan dengan air, bilaslah buret tersebut dengan sedikit zat kimia yang akan dimasukkan ke dalamnya.
  - Masukkan zat kimia yang akan digunakan ke dalam buret tersebut dengan menggunakan corong. Lakukan pengisian sampai seluruh bagian buret terisi (perhatikan bagian bawahnya !) dan tidak terdapat gelembung gas pada buret.
  - Pasang buret pada statif dan klem agar posisinya stabil seperti gambar diatas
5. *Pemilihan buret.* Lakukan titrasi orientasi terlebih dahulu menggunakan buret kapasitas 50,0 ml. Untuk selanjutnya, pada titrasi replikasi pemilihan buret harus berdasarkan ketentuan: Volume terukur yang teliti adalah sebanyak 30 - 70% dari kapasitas buret. Jadi, jika dari hasil orientasi didapat volume titrasi 10,0 ml, maka titrasi selanjutnya gantilah dengan buret kapasitas 25,0 ml
6. *Cara titrasi.* Zat yang akan dititrasi disebut sebagai titrat (ditampung dalam erlenmeyer), sedangkan larutan yang digunakan untuk menitrasi disebut
-



sebagai **titran** (dimasukkan ke dalam buret). Posisi tangan pada saat titrasi ditunjukkan seperti gambar dibawah.



7. *Pembacaan volume titrasi.* Mata harus sejajar miniskus, gunakan miniskus bawah untuk menentukan volume titrasi. Jangan lupa perhatikan skala buret, karena masing-masing kapasitas buret memiliki skala yang berbeda.



8. *Penetapan dalam duplo.* Lakukan penetapan paling sedikit dua kali. Jika kesesuaian hasilnya lebih dari 0,4 hasil tersebut tidak dapat dirata-rata. Jika digunakan volume larutan sampel yang sama, maka pembacaan buret tidak boleh berselisih lebih dari 0,05 ml. Jika syarat-syarat ini tidak tercapai, maka harus dilakukan titrasi ulang sampai diperoleh selisih yang tidak lebih dari 0,05 ml.



#### 9. Penulisan angka penting

Angka penting adalah semua digit dalam suatu bilangan (diperoleh dari pengukuran) yang bersifat pasti plus satu yang mengandung suatu ketidakpastian (perkiraan).

Penulisan angka hasil pengukuran, pada hakekatnya berkaitan dengan ketelitian alat yang dipakai. Cara penulisan angka penting mengikuti kaidah sebagai berikut :

- a. Secara umum, penulisan hasil pengukuran hanya terdapat satu angka yang harganya tak tentu (*uncertain*), yaitu angka terakhir.  
Contoh : penulisan hasil pembacaan buret makro dengan skala terkecil 0,1 ml seharusnya ditulis dua desimal, misalnya 12,65 ml. Angka 5 merupakan angka tidak pasti karena terletak antara 12,60-12,70 ml.
  - b. Banyaknya desimal hasil penjumlahan atau pengurangan sama dengan faktor yang mengandung desimal paling sedikit.
  - c. Banyaknya desimal hasil perkalian atau pembagian sama dengan satu angka lebih banyak daripada yang terdapat pada faktor yang mengandung desimal paling sedikit.
  - d. Penulisan hasil akhir yang memerlukan pembulatan angka desimal, maka angka desimal 5 atau lebih dibulatkan ke atas, sedangkan angka desimal < 5 dibulatkan ke bawah.
-



## KEAMANAN & KESELAMATAN KERJA LABORATORIUM

1. Rencanakan percobaan yang akan dilakukan sebelum memulai praktikum.
  2. Sediakanlah alat-alat yang akan dipakai di atas meja. Alat-alat yang tidak digunakan sebaiknya disimpan didalam almari supaya tidak mengganggu dalam bekerja
  3. Gunakan peralatan kerja seperti masker, jas laboratorium untuk melindungi pakaian dan sepatu tertutup untuk melindungi kaki.
  4. Zat yang akan dianalisis disimpan dalam tempat tertutup agar tidak kena kotoran yang mempersulit analisis
  5. Dilarang memakai perhiasan yang dapat rusak karena bahan kimia.
  6. Dilarang memakai sandal atau sepatu terbuka atau sepatu berhak tinggi.
  7. Hindari kontak langsung dengan bahan kimia.
  8. Hindari mengisap langsung uap bahan kimia, tetapi kipaslah uap tersebut dengan tangan ke muka anda
  9. Dilarang mencicipi atau mencium bahan kimia kecuali ada perintah khusus.
  10. Bahan kimia dapat bereaksi langsung dengan kulit menimbulkan iritasi (pedih atau gatal).
  11. Baca label bahan Kimia sekurang-kurangnya dua kali untuk menghindari kesalahan.
  12. Pindahkan sesuai dengan jumlah yang diperlukan, jangan menggunakan bahan Kimia secara berlebihan.
  13. Jangan mengembalikan bahan kimia ke dalam botol semula untuk mencegah kontaminasi.
  14. Biasakanlah mencuci tangan dengan sabun dan air bersih terutama setelah melakukan praktikum.
  15. Bila kulit terkena bahan kimia, janganlah digaruk agar tidak tersebar.
  16. Dilarang makan, minum dan merokok di laboratorium.
  17. Jagalah kebersihan meja praktikum, apabila meja praktiukm basah segera keringkan dengan lap
-



18. Hindarkan dari api bahan-bahan yang mudah terbakar seperti eter, kloroform, dsb.
  19. Hati-hati dalam menggunakan bahan-bahan yang adapat menimbulkan luka bakar, misalnya asam-asam pekat ( $H_2SO_4$ ,  $HNO_3$ ,  $HCl$ ), basa-basa kuat ( $KOH$ ,  $NaOH$ , dan  $NH_4OH$ ), dan oksidator kuat (air brom, iod, senyawa klor, permanganat)
  20. Percobaan dengan penguapan menggunakan asam-asam kuat dan menghasilkan gas-gas beracun dilakukan di almari asam
  21. Jangan memanaskan zat dalam gelas ukur/labu ukur
  22. Menetralkan asam/basa
    - asam pada pakaian: dengan amonia encer
    - basa pada pakaian : dengan asam cuka encer, kemudian amonia encer
    - asam/basa pada meja/lantai: dicuci dengan air yang banyak
    - asam, basa, dan zat-zat yang merusak kulit: dicuci dengan air, kemudian diberi vaselin
  23. Bila terjadi kecelakaan yang berkaitan dengan bahan kimia, laporkan segera pada dosen atau asisten jaga
-



## MATERI PENDAHULUAN

### BAGIAN I. ANALISIS KUALITATIF

Analisis kualitatif membahas tentang identifikasi suatu zat, fokus kajiannya adalah unsur apa yang terdapat dalam suatu sampel (contoh). Analisis kualitatif sampel terdiri atas golongan kation, anion dan Obat.

#### Analisis golongan kation

Pada analisis sistematis dari kation maka golongan logam-logam yang akan diidentifikasi dipisahkan menurut golongan berikut:

- Golongan I, Disebut golongan asam klorida terdiri atas:  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}^{2+}$
- Golongan II, disebut golongan hidrogen sulfida, terdiri atas: As, Sn, Sb, Cu,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$
- Golongan III, disebut golongan amonium sulfida terdiri atas: Al, Cr, Fe, Zn, MN, Co, dan Ni
- Golongan IV, disebut golongan amonium karbonat, terdiri atas: Ba, Sr, dan Ca
- Golongan V, disebut golongan sisa, terdiri atas: Mg, K,  $\text{NH}_4^+$

#### Analisis golongan anion

Analisis anion dilakukan dengan mengamati perubahan spesifik dari sampel yang diuji meliputi perubahan warna/terjadinya gas/bau dari sampel yang diuji, atas penambahan asam sulfat encer atau pekat. Untuk menganalisis anion dalam larutan, maka harus bebas dari logam berat dengan cara menambah larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  jenuh, lalu dididihkan. Dalam hal ini logam-logam tersebut akan terlarutkan sebagai garam karbonat, sedangkan anionnya terlarut sebagai garam natrium. Analisis anion meliputi uji:

- Uji untuk sulfat : Kepada 1 ml larutan sampel ditambah HCl encer hingga asam, tambahkan lagi 1 ml, dididihkan dan tambahkan 1 ml larutan  $\text{BaCl}_2$  jika terjadi endapan putih  $\text{BaSO}_4$ , berarti menunjukkan adanya sulfat
-



- Uji untuk reduktor: 1 ml larutan sampel diasamkan dengan asam sulfat encer, kemudian tambahkan 0,5 ml lagi. Setelah itu ditambah 1 tetes 0,05 N  $\text{KMnO}_4$ . Jika warna ungu hilang, maka ada sulfid, thiosianat, sulfida, nitrit, bromida, iodida, arsenit. Jika warna itu hilang pada pemanasan, maka ada oksalat
- Uji untuk oksidator: 1 ml larutan sampel ditambah 0,5 ml HCl pekat dan 1 ml larutan jenuh  $\text{MnCl}_2$ , jika larutan coklat atau hitam, menunjukkan adanya: nitrat, nitrit, klorat, kromat, ferisianida, bromat, iodat, permanganat. Jika hasil uji negatif, maka hanya sedikit nitrat dan nitrit
- Uji dengan larutan Perak Nitrat: Uji ini dilakukan untuk adanya thiosianat, iodida, Bromida, dan Klorida

#### Analisis golongan obat

Analisis golongan obat dilakukan melalui:

- pemeriksaan organoleptis yaitu pengamatan pendahuluan dengan menggunakan indera kita, dilihat, diraba kehalusannya dengan ujung jari, dibau dan dirasakan
  - Kelarutan. Zat dicoba diselidiki kelarutannya dengan bermacam-macam zat pelarut baik anorganik dan organik
  - fluoresensi dibawah lampu ultra violet. Bentuk serbuk dalam larutan dilihat dibawah lampu UV
  - Pengarangan dan pemijaran. Pengarangan bertujuan untuk mengetahui zat yang diperiksa organik atau anorganik, sedangkan pemijaran untuk mengetahui zat yang diperiksa mengandung anion atau kation
  - analisis elemen, dilakukan seperti pada praktikum kimia organik untuk mengetahui unsur-unsur penyusun senyawa tersebut : C, N, S, P atau unsur halogen : Cl, Br, I
  - analisis gugus, perlu diidentifikasi adanya inti benzen, fenol, alkohol polivalen, gugus mereduksi, aldehid, amina aromatik, gugus sulfon, gugus aldehid, dll
-



- analisis pendahuluan, hal ini untuk mengetahui termasuk golongan apa senyawa yang diselidiki, termasuk: golongan karbohidrat, Fenol/salisilat, anilin, barbiturat, pirazon, sulfonamid, alkaloid, atau piridin
- reaksi penjurusan, mengamati perubahan warna sampel setelah direaksikan dengan menggunakan pereaksi Fehling A dan B, Vanilin test, Fluoresensi larutan  $H_2SO_4$  encer, Murexide, Marquis, Virtali, Kufrifil Chen & Ko
- reaksi khusus meliputi : zwikker kardizol, Hexamin, Santosin, uji borat, dan pengamatan bentuk kristal melalui mikroskop

## BAGIAN II. ANALISIS KUANTITATIF

Analisis kuantitatif fokus kajiannya adalah penetapan banyaknya suatu zat tertentu (analit) yang ada dalam sampel. Analisis kuantitatif terhadap suatu sampel terdiri atas empat tahapan pokok:

1. Pengambilan atau pencuplikan sampel (sampling), yakni memilih suatu sampel yang mewakili dari bahan yang dianalisis.
2. Mengubah analit menjadi suatu bentuk sediaan yang sesuai untuk pengukuran.
3. Pengukuran.
4. Perhitungan dan penafsiran pengukuran.

Langkah pengukuran dalam suatu analisis dapat dilakukan dengan cara-cara kimia, fisika, biologi. Teknik laboratorium dalam analisis kuantitatif digolongkan ke dalam titrimetri (volumetri), gravimetri dan instrumental. Analisis titrimetri berkaitan dengan pengukuran volume suatu larutan dengan konsentrasi yang diketahui yang diperlukan untuk bereaksi dengan analit. Pada cara gravimetri pengukuran menyangkut pengukuran berat. Istilah analisis instrumental berhubungan dengan pemakaian peralatan istimewa pada langkah pengukuran.

Metode yang baik dalam suatu analisis kuantitatif seharusnya memenuhi kriteria yaitu:

---



1. Peka (*sensitive*), artinya metode harus dapat digunakan untuk menetapkan kadar senyawa dalam konsentrasi yang kecil. Misalnya pada penetapan kadar zat-zat beracun, metabolit obat dalam jaringan dan sebagainya.
2. Presisi (*Precise*), artinya dalam suatu seri pengukuran (penetapan) dapat diperoleh hasil yang satu sama yang lain hampir sama.
3. Akurat (*Accurate*), artinya metode dapat menghasilkan nilai rata-rata (*mean*) yang sangat dekat dengan nilai sebenarnya (*true value*).
4. Selektif, artinya untuk penetapan kadar senyawa tertentu, metode tersebut tidak banyak terpengaruh oleh adanya senyawa lain yang ada.
5. Praktis, artinya mudah dikerjakan serta tidak banyak memerlukan waktu dan biaya. Syarat ini perlu sebab banyak senyawa-senyawa yang tidak mantap apabila waktu penetapan terlalu lama.

Pemilihan metode yang memenuhi semua syarat di atas hampir tidak mungkin kita peroleh, sehingga perlu kita pilih kriteria yang sesuai dengan keadaan sampel yang kita uji. Faktor-faktor yang mempengaruhi pemilihan metode analisis adalah tujuan analisis, macam dan jumlah bahan yang dianalisis, ketepatan dan ketelitian yang diinginkan, lamanya waktu yang diperlukan untuk analisis, dan peralatan yang tersedia. Misalnya apabila sampel terlalu kecil kadarnya, maka sensitivitas menjadi dasar pemilihan metode analisis. Kriteria utama yang perlu diperhatikan dalam suatu analisis adalah ketepatan, ketelitian, dan selektifitas.

### Titrimetri

Analisa titrimetri merupakan satu bagian utama kimia analisis dan perhitungannya berdasarkan hubungan stoikiometri sederhana dari reaksi-reaksi kimia. Analisis titrimetri didasarkan pada reaksi kimia sebagai berikut:



dengan a adalah molekul analit A yang bereaksi dengan t molekul pereaksi T sampel. Pereaksi T, yang disebut titran, ditambahkan sedikit demi sedikit, biasanya dari dalam buret, dalam bentuk larutan yang konsentrasinya diketahui. Pereaksi T ini disebut larutan standar dan konsentrasinya ditetapkan oleh suatu proses yang disebut standardisasi. Penambahan titran diteruskan

---

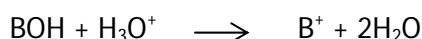
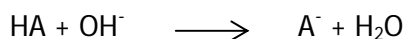


sampai sejumlah T yang secara kimia setara dengan A, sehingga dikatakan telah tercapai titik ekuivalensi dari titrasi itu. Untuk mengetahui akhir penambahan titran digunakan suatu zat yang disebut indikator, yang menandai kelebihan titran dengan perubahan warna. Perubahan warna ini dapat atau tidak dapat tepat pada titik ekuivalensi. Titik dalam titrasi pada saat indikator berubah warna disebut titik akhir. Tentu saja diinginkan agar titik akhir sedekat mungkin ke titik ekuivalensi. Dengan memilih indikator untuk menghimpitkan kedua titik itu merupakan salah satu aspek yang penting dari analisis titrimetri.

Istilah titrasi merujuk ke proses pengukuran volume titran yang diperlukan untuk mencapai titik ekuivalensi. Selama bertahun-tahun digunakan istilah analisa volumetri bukannya titrimetri. Tetapi dari titik pandang yang teliti, lebih disukai istilah "titrimetri" karena pengukuran volume tidaklah terbatas pada titrasi. Misalnya dalam analisis-analisis tertentu orang mungkin mengukur volume gas.

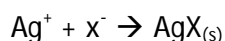
Berdasarkan reaksi kimianya, titrimetri dikelompokkan dalam empat jenis.

1. Asam-basa (netralisasi). Terdapat sejumlah besar asam dan basa yang dapat ditetapkan dengan titrimetri. Jika HA menyatakan asam yang akan ditetapkan dan BOH basanya, reaksinya adalah :



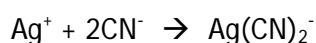
Umumnya titran adalah larutan standar elektrolit kuat, seperti NaOH dan HCl.

2. Oksidasi-reduksi (redoks). Reaksi kimia yang melibatkan oksidasi-reduksi digunakan secara meluas dalam analisis titrimetri.
3. Pengendapan. Pengendapan kation perak dengan anion halogen merupakan prosedur titrimetri yang meluas penggunaannya. Reaksinya adalah :



Dimana X<sup>-</sup> dapat berupa klorida, bromida, iodida, atau tiosianat (SCN<sup>-</sup>).

4. Pembentukan kompleks. Suatu contoh reaksi dimana terbentuk suatu kompleks stabil antara ion perak dengan sianida :





Pereaksi organik tertentu, seperti asam etilen diamina tetra asetat (EDTA), membentuk kompleks stabil dengan sejumlah ion logam dan digunakan secara meluas untuk penetapan titrimetri logam-logam ini.

Berdasarkan cara titrasinya, titrimetri dikelompokkan menjadi:

1. Titrasi langsung. Cara ini dilakukan dengan melakukan titrasi langsung terhadap zat yang akan ditetapkan
2. Titrasi tidak langsung. Cara ini dilakukan dengan cara penambahan titran dalam jumlah berlebihan, kemudian kelebihan titran dititrasi dengan titran lain, volume titrasi yang didapat menunjukkan jumlah ekuivalen dari kelebihan titran, sehingga diperlukan titrasi blanko.

#### Bobot Ekuivalen (BE)

Bobot ekuivalen adalah bobot satu ekuivalen suatu zat dalam gram.

Persamaan :

$$BE = \frac{BM}{\text{ekivalensi}}$$

Keterangan :

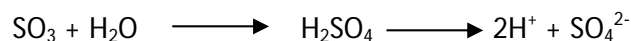
BM = Berat molekul

Ekivalensi = Jumlah mol ion hidrogen, elektron, atau kation univalen yang diberikan atau diikat oleh zat yang bereaksi.

Bobot ekuivalen suatu zat yang terlibat dalam suatu reaksi, yang digunakan sebagai dasar untuk suatu titrasi, didefinisikan sebagai berikut:

- a. *Asam-basa*. Bobot gram ekuivalen adalah bobot dalam gram (dari) suatu zat yang diperlukan untuk memberikan atau bereaksi dengan 1 mol H<sup>+</sup>

Contoh 1. Hitunglah bobot ekuivalen SO<sub>3</sub> yang digunakan sebagai asam dalam larutan air, asam ini akan memberikan dua proton



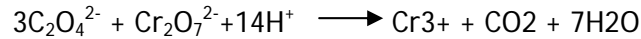
Karena 1 mol SO<sub>3</sub> berkewajiban memberikan 2 mol H<sup>+</sup>, maka

$$BE \text{ SO}_3 = \frac{BM \text{ SO}_3}{2} = \frac{80,06}{2} = 40,03g / ek$$

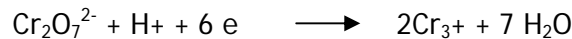
- b. *Redoks*. Bobot ekuivalen adalah bobot dalam gram (dari) suatu zat yang diperlukan untuk memberikan atau bereaksi dengan 1 mol elektron.
-



Contoh 2. Hitunglah bobot ekuivalen  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , zat pereduksi, dan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , zat pengoksid, dalam reaksi berikut:



Banyaknya alektron yang diperoleh atau diberikan dapat ditetapkan dari perubahan bilangan oksidasi atau reaksi paruh. Reaksi paruhnya adalah:



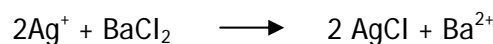
Ion oksalat memberikan dua elektorn dan ion dikromat memperoleh enam elektron, maka

$$\text{BE Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \frac{\text{BM}}{2} = \frac{134}{2} = 67,00 \text{ g / ek}$$

$$\text{BE K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \frac{\text{BM}}{6} = \frac{294,2}{6} = 49,03 \text{ g / ek}$$

- c. Pengendapan atau pembentukan kompleks. Bobot gram-ekuivalen adalah bobot dalam gram (dari) zat itu yang diperlukan untuk memberikan atau bereaksi dengan 1 mol kation univalen,  $\frac{1}{2}$  mol kation divalen,  $\frac{1}{3}$  kation trivalen dan seterusnya

Contoh 3. Hitunglah bobot ekuivalen  $\text{AgNO}_3$  dan  $\text{BaCl}_2$  dalam reaksi



Satu mol perak nitrat memberikan 1 mol kation univalen,  $\text{Ag}^+$ ; 1 mol  $\text{BaCl}_2$  bereaksi dengan 2 mol  $\text{Ag}^+$ , karena itu:

$$\text{BE AgNO}_3 = \frac{\text{BM}}{1} = \frac{169,9}{1} = 169,9 \text{ g / ek}$$

$$\text{BE BaCl}_2 = \frac{\text{BM}}{2} = \frac{208,2}{2} = 104,1 \text{ g / ek}$$

### Menyatakan Kadar Larutan

Kadar suatu zat yang terkandung dalam suatu sampel dapat dinyatakan dengan beberapa satuan, antara lain:

- persen bobot per bobot (% b/b), artinya jumlah gram zat dalam 100 gram larutan atau campuran
-



- persen bobot per volume (% b/v), artinya jumlah gram zat dalam 100 ml larutan, sebagai pelarut dapat digunakan air atau pelarut lain
- persen volume per volume (% v/v), artinya jumlah ml zat dalam 100 ml larutan

Pernyataan persen tanpa penjelasan lebih lanjut untuk campuran padat atau setengah padat, yang dimaksud adalah b/b, untuk larutan dan suspensi suatu zat padat dalam cairan yang dimaksud adalah b/v, untuk larutan cairan di dalam cairan adalah v/v, dan untuk larutan gas dalam cairan adalah b/v.

### Cara Perhitungan Kadar

Secara teoritis, titrasi dihentikan pada saat tercapai titik ekuivalensi. Pada saat titik tersebut, jumlah gram ekuivalensi (grek) titrat sama dengan jumlah gram ekuivalensi (grek) titran, sehingga dapat diturunkan rumus sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \text{grek titran} &= \text{grek titrat} \\ V_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} &= \text{mol} \times \text{ekuivalensi} \\ V_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} &= \text{gram} / \text{BM} \times \text{ekuivalensi} \\ \text{gram} &= \frac{V_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} \times \text{BM}}{\text{ekuivalensi}} \\ \text{gram}_{\text{zat}} &= V_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} \times \text{BE}_{\text{zat}} \\ \text{atau} \quad \text{mg}_{\text{zat}} &= \text{ml}_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} \times \text{BE}_{\text{zat}} \end{aligned}$$

jadi,

$$\text{kadar} = \frac{\text{mg}_{\text{zat}}}{\text{mg}_{\text{sampel}}} \times 100 \quad \% \text{ b / b}$$

$$\text{kadar} = \left( \frac{\text{ml}_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} \times \text{BE}_{\text{zat}}}{\text{mg}_{\text{sampel}}} \times 100 \right) \% \text{ b/b}$$

jika sampel dalam bentuk cairan, maka kadar dinyatakan dalam %b/v, sehingga rumus kadar menjadi:

$$\text{kadar} = \frac{\text{mg}_{\text{zat}}}{\text{ml}_{\text{sampel}} \times 1000} \times 100 \quad \% \text{ b / v}$$

$$\text{kadar} = \left( \frac{\text{ml}_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} \times \text{BE}_{\text{zat}}}{\text{ml}_{\text{sampel}} \times 1000} \times 100 \right) \% \text{ b/v}$$

---



### Cara Menyatakan Hasil

Diantara hasil yang diperoleh dari seri penetapan kadar terhadap satu sampel, adakalanya terdapat hasil yang sangat menyimpang bila dibandingkan dengan yang lain, tanpa diketahui kesalahannya.

Untuk mengetahui apakah harga ini ditolak atau diterima perlu dilakukan analisis secara statistika. Misalnya pada penetapan kadar natrium klorida diperoleh harga-harga 95,72%, 95,81%, 95,83%, 95,92% dan 96,18%. Jika diperhatikan harga 96,18% paling besar penyimpangannya terhadap yang lain, maka harga ini perlu dicurigai dan tidak dimasukkan dalam perhitungan, jadi puratanya =

$$\bar{x} = (95,72 + 95,81 + 95,83 + 95,92) : 4 = 95,82$$

x	$\bar{x}$	d([x- x] )	d <sup>2</sup>
95,72	95,82	0,10	0,0100
95,81		0,01	0,0100
95,83		0,01	0,0001
95,92		0,10	0,0100
		$\Sigma=0,22$	$\Sigma=0,0202$

$$d = 0,22/4 = 0,055$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0202}{3}} = 0,08$$

Harga ditolak jika  $\left| \frac{x - \bar{x}}{d} \right| > 2,5$ ; Pada contoh ini  $\left| \frac{96,18 - 95,82}{0,055} \right| > 2,5$

Jadi harga 96,18% ditolak.

Hasil akhir dapat dinyatakan: Kadar =  $\bar{x} \pm t \cdot SD / \sqrt{N}$

$\bar{x}$  = purata

t = suatu harga yang besarnya tergantung derajat kebebasan dan taraf kepercayaan yang dipilih.

N = jumlah penetapan

Untuk N = 4, p = 0,95 harga t = 3,182

Jadi kadar NaCl =  $95,82 \% \pm (3,182 \times 0,08 / \sqrt{4}) = 95,82 \% \pm 0,13$

---



BAB

1

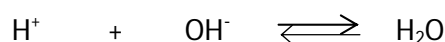
TI TRASI ASI DI -ALKALI METRI  
(REAKSI ASAM-BASA)

A. TUJUAN UMUM

Praktikan mampu mengidentifikasi zat dalam suatu sampel serta mampu menetapkan kadarnya menggunakan prinsip reaksi asam-basa.

B. MATERI TERKAIT

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



Asidimetri merupakan penetapan kadar secara kuantitatif terhadap senyawa-senyawa yang bersifat basa dengan menggunakan baku asam, sebaliknya alkalimetri adalah penetapan kadar senyawa-senyawa yang bersifat asam dengan menggunakan baku basa.

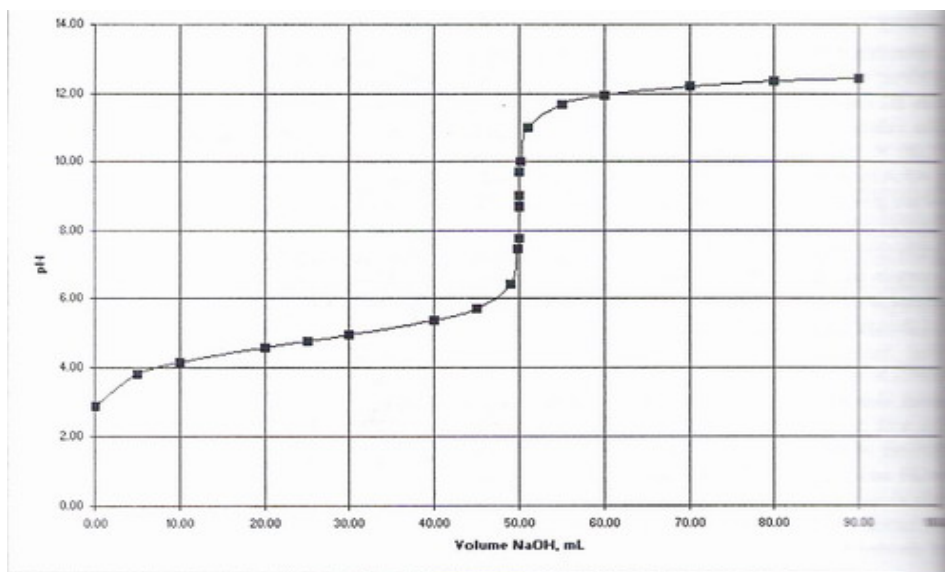
Untuk menetapkan titik akhir pada proses netralisasi ini digunakan indikator. Menurut W. Ostwald, indikator adalah suatu senyawa organik kompleks dalam bentuk asam (Hin) atau dalam bentuk basa (InOH) yang mampu berada dalam keadaan dua macam bentuk warna yang berbeda dan dapat saling berubah warna dari bentuk satu ke bentuk yang lain ada konsentrasi  $\text{H}^+$  tertentu atau pada pH tertentu.

Jalannya proses titrasi netralisasi dapat diikuti dengan melihat perubahan pH larutan selama titrasi, yang terpenting adalah perubahan pH pada saat dan di sekitar titik ekuivalen karena hal ini berhubungan erat dengan pemilihan indikator agar kesalahan titrasi sekecil-kecilnya.

---



### Kurva titrasi netralisasi



Pada kurva titrasi di atas, mula-mula nilai pH naik secara lambat kemudian bertambah lebih cepat pada saat menghampiri titik ekuivalen ( $\text{pH}=7$ ). Dari kurva ini juga dapat diketahui bahwa indikator yang dapat dipakai adalah indikator yang mempunyai perubahan warna antara  $\text{pH} 7 - 10$  karena kesalahan titrasinya kecil (belum berarti). Berikut adalah daftar indikator beserta perubahan warnanya pada rentang pH tertentu.

<b>Indicator</b>	<b>Colour Change</b>	<b>pH range</b>
Picrat acid	Colourless to yellow	0,1-0,8
Thymol blue	Red to yellow	1,2-2,8
2,6-Dinitrofenol	Colourless to yellow	2,0-4,0
Methyl yellow	Red to yellow	2,9-4,0
Bromphenol blue	Yellow to blue	3,0-4,6
Jingga metil	Red to yellow	3,1-4,4
Hijau bromkresol	Yellow to blue	3,8-5,4
Methyl orange	Red to yellow	4,2-6,2
Litmus	Red to blue	5,0-8,0
Methyl purple	Ungu to green	4,8-5,4
p-Nitrofenol	Colourless to yellow	5,6-7,6
Bromheksol purple	Yellow to purple	5,2-6,8
Bromthymol blue	Yellow to blue	6,0-7,6
Neutral red	Red to yellow	6,8-8,0
Phenol red	Yellow to red	6,8-8,4
p-a Naftoltalein	Yellow to red	7,0-9,0
Phenoltalein	Colourless to red	8,0-9,6
Thymoltalein	Colourless to blue	9,3-10,6
Alizarin yellow R	Yellow to purple	10,1-12,0
1, 3, 5-Trinitrobenzena	Colourless to orange	12,0-14,0



### C. PERCOBAAN

#### MODUL 1. Analisis Asam Sitrat

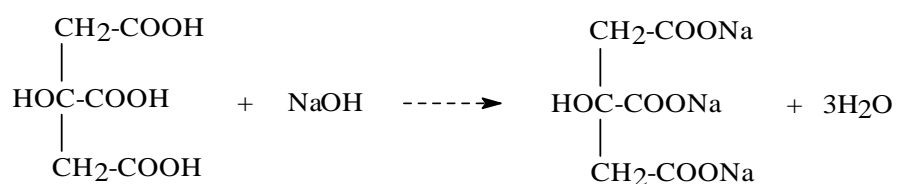
➤ *Kualitatif*

1. Reaksi pendahuluan = zat + FeCl<sub>3</sub> terbentuk warna kuning
2. Reaksi Cuprifil : sampel ditambah pereaksi kuprifil terbentuk warna biru muda
3. Hausler  
Zat + Vanilin dilarutkan dalam alkohol atau spiritus Fortior diuapkan sampai kering, tambahkan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat akan terbentuk warna biru hijau. Jika ditambah H<sub>2</sub>O warna akan hilang, sedangkan jika ditambah NH<sub>4</sub>OH diikuti dengan pemanasan akan terbentuk warna merah-merah coklat
4. Didihkan larutan sitrat dengan larutan raksa (II) sulfat P berlebih, jika perlu disaring, didihkan, tambahkan beberapa tetes larutan Kalium Permanganat P, warna hilang, terbentuk endapan putih

➤ *Kuantitatif*

Lebih kurang 300 mg sampel yang ditimbang seksama, larutkan dalam 100 ml air. Titrasi dengan NaOH 0,1 N menggunakan indikator phenolftalein hingga larutan berubah menjadi merah muda.

Reaksi :



#### MODUL 2. Analisis Asam Salisilat

➤ *Kualitatif*

1. Reaksi Pendahuluan : Zat + FeCl<sub>3</sub> terbentuk warna ungu + alkohol tetap ungu (stabil dalam alkohol)
  2. Reaksi Esterifikasi : Zat + Metanol + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat dipanaskan akan tercium bau gondopuro (metil Salisilat)
-

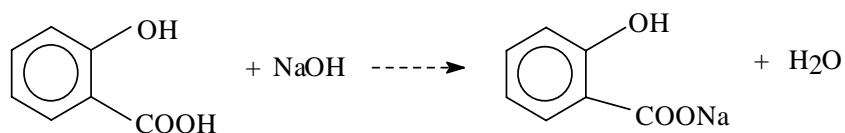


3. Reaksi Penegasan
  - a. Zat + Basa (NaOH 2 N ) akan larut
  - b. Zat ditambah asam HCl 2 N terbentuk endapan
  - c. Reaksi Marquis: Zat + Formalin + H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pekat terbentuk merah rose (carmin)
  - d. Reaksi Spica: Zat + HNO<sub>3</sub> pekat atau HNO<sub>3</sub> 5 % kemudian encerkan dengan NH<sub>4</sub>OH pekat berlebih terbentuk endapan kuning emas
  - e. Reaksi Kristal: Larutan zat dalam alkohol + zwikker B, panaskan terbentuk endapan hijau ke biru laut. Amati bentuk kristal di mikroskop
4. Pada larutan salisilat netral, tambahkan larutan FeCl<sub>3</sub> P, terjadi warna violet kemerahan yang intensif mantap dengan penambahan sedikit asam asetat P, tambahkan asam klorida encer P, warna hilang, terbentuk hablur putih asam salisilat
5. Satu mg zat dengan asam pikrat LP timbul kristal yang spesifik

➤ **Kuantitatif**

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

Reaksi :



Note:

Pembuatan etanol netral :

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

---



### MODUL 3. Analisis Sakarin

➤ *Kualitatif*

1. Larutan ditambah 1 ml asam klorida P. Terbentuk endapan hablur
2. Larutkan lebih kurang 100 mg dalam 5 ml larutan NaOH P, uapkan hingga kering, lebur residu hati-hati di atas api lemah sampai tidak lagi membebaskan amoniak. Biarkan residu dingin, larutkan dalam 20 ml air, netralkan dengan HCl 3 N, saring. Tambahkan pada filtrat 1 tetes  $\text{FeCl}_3$  LP; terjadi warna violet.

➤ *Kuantitatif*

Timbang saksama lebih kurang 500 mg sampel, larutkan dalam 40 ml etanol P, tambahkan 40 ml air, campur. Tambahkan indikator PP, titrasi dengan NaOH 0,1 N.

### MODUL 4. Analisis Natrium tetraborat (Boraks)

➤ *Kualitatif*

Pada 0,5 ml larutan sampel tambahkan:

1. Asam sulfat pekat dan alkohol atau metanol pada drupelplat, jika dibakar akan memberikan nyala hijau
2. Perak nitrat, akan terjadi endapan putih dari perak metaborat. Pada pemanasan akan terjadi endapan  $\text{Ag}_2\text{O}$  yang berwarna hitam
3. Barium klorida jenuh, akan terjadi endapan putih barium metaborat

➤ *Kuantitatif*

Timbang saksama lebih kurang 500 mg sampel, larutkan dalam 50 ml air tambahkan indikator merah metil, titrasi dengan HCl 0,1 N.

### MODUL 5. Analisis Natrium bikarbonat ( $\text{NaHCO}_3$ )

➤ *Kualitatif*

\*identifikasi Natrium:

1. Sampel serbuk diletakkan dalam cawan porselin ditambah alkohol, dibakar memberikan nyala kuning
-



2. Sampel larutan dikeringkan dulu, sampai didapatkan kristal dalam cawan porselin berisi alkohol, dibakar nyala kuning
3. Larutan sampel yang mengandung Na ditambah  $\text{NBB}/\text{Bi}(\text{NO}_3)_2$  ditambah  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat 1 tetes diperoleh kristal (amati dengan mikroskop). Bentuk kristal = batang korek api.
4. Asamkan larutan garam natrium dengan asam asetat P, saring jika perlu, tambahkan larutan magnesium uranyl asetat P berlebih, terbentuk hablur kuning. Lihat bentuk kristal bentuk diamond di mikroskop
5. Filtrat diuapkan sampai kering, larutkan dalam sedikit air suling: 1-2 tetes larutan pada obyek gelas, ditambah 1 tts reagen Zn Uranyl Acetat, akan terbentuk endapan kristal kuning spesifik seperti berlian (secara parallel lakukan blangko menggunakan pereaksi Zn uranyl asetat ditambah aquadest, tanpa penambahan analit)

\*identifikasi Bikarbonat:

1. Larutan ditambah  $\text{MgSO}_4$ , kemudian didihkan, akan terbentuk endapan putih magnesium karbonat
2. Larutan ditambah  $\text{CaCl}_2$  berlebih, jika ada endapan saring, kemudian tambahkan amoniak ke dalam filtrat; akan terbentuk endapan atau kekeruhan putih.

➤ ***Kuantitatif***

Timbang saksama lebih kurang 500 mg sampel, campur dengan 100 ml air, tambahkan indikator merah metil, titrasi dengan HCl 0,1 N hingga larutan berwarna merah muda lemah. Panaskan larutan hingga mendidih, dinginkan dan lanjutkan titrasi sampai warna merah muda lemah tidak hilang setelah dididihkan.

---



BAB  
2

## TI TRASI OKSI DASI -REDUKSI (REAKSI REDOKS)

### A. TUJUAN UMUM

Praktikan mampu mengidentifikasi zat dalam suatu sampel serta mampu menetapkan kadarnya menggunakan prinsip reaksi oksidasi dan reduksi.

### B. MATERI TERKAIT

Oksidasi adalah pelepasan satu atau lebih elektron dari suatu atom, ion atau molekul. Sedang reduksi adalah penangkapan satu atau lebih elektron oleh suatu atom, ion atau molekul. Tidak ada elektron bebas dalam sistem kimia, dan pelepasan elektron oleh suatu zat kimia selalu disertai dengan penangkapan elektron oleh bagian yang lain, dengan kata lain reaksi oksidasi selalu diikuti reaksi reduksi.

Dalam reaksi oksidasi reduksi (redoks) terjadi perubahan valensi dari zat-zat yang mengadakan reaksi. Disini terjadi transfer elektron dari pasangan pereduksi ke pasangan pengoksidasi.

Kedua reaksi paro dari suatu reaksi redoks umumnya dapat ditulis sbb :



di mana red menunjukkan bentuk tereduksi (disebut juga reduktan atau zat pereduksi), oks adalah bentuk teroksidasi (oksidan atau zat pengoksidasi), n adalah jumlah elektron yang ditransfer dan e adalah elektron.

Reaksi redoks secara luas digunakan dalam analisa titrimetri dari zat-zat anorganik maupun organik. Untuk menetapkan titik akhir pada titrasi redoks dapat dilakukan secara potensiometrik atau dengan bantuan indikator.

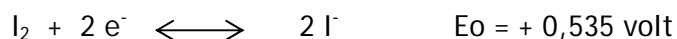
Analisis volumetri yang berdasarkan reaksi redoks diantaranya adalah bromatometri, yodometri, yodimetri, yodatometri, permanganometri dan serimetri.

---



## Yodometri dan Yodimetri

Yodida merupakan oksidator yang relatif lemah. Oksidasi potensial sistem yodium yodida ini dapat dituliskan sebagai reaksi berikut ini :

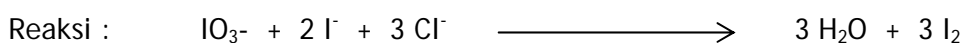


Yodimetri merupakan titrasi langsung dengan baku yodium terhadap senyawa dengan potensial oksidasi yang lebih rendah, yodometri merupakan titrasi tidak langsung, metode ini diterapkan terhadap senyawa dengan potensial oksidasi yang lebih besar dari sistem yodium yodida. Yodium yang bebas dititrasi dengan natrium tiosulfat.

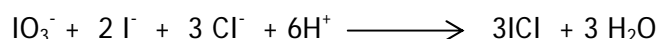
Satu tetes larutan yodium 0,1 N dalam 100 ml air memberikan warna kuning pucat. Untuk menaikkan kepekaan titik akhir dapat digunakan indikator kanji. Yodium dilihat dengan kadar yodium  $2 \times 10^{-4}$  M dan yodida  $4 \times 10^{-4}$  M. Penyusun utama kanji adalah amilosa dan amilopektin. Amilosa dengan yodium membentuk warna biru, sedangkan amilopektin membentuk warna merah. Sebagai indikator dapat pula digunakan karbon tetraklorida. Adanya yodium dalam lapisan organik menimbulkan warna ungu.

## Yodatometri

Kalium yodat merupakan oksidator yang kuat. Dalam kondisi tertentu kalium yodat dapat bereaksi secara kuantitatif dengan yodida atau yodium. Dalam larutan yang tidak terlalu asam, reaksi yodat dengan garam yodium, seperti kalium yodida, akan berhenti jika yodat telah tereduksi menjadi yodium.



$I_2$  yang terbentuk dapat dititrasi dengan natrium tiosulfat baku. Jika konsentrasi asamnya tinggi yaitu lebih dari 4 N, yodium yang terbentuk pada reaksi diatas akan dioksidasi oleh yodat menjadi ion yodium,  $I^+$ . Konsentrasi ion klorida yang tinggi menyebabkan terbentuknya yodium monoklorida yang stabil terhadap hidrolisis karena adanya asam klorida.



Pada reaksi ini untuk mengamati titik akhir reaksi dapat digunakan kloroform atau karbon tetraklorida. Pada awal titrasi timbul yodium sehingga larutan kloroform berwarna ungu. Pada titrasi selanjutnya yodium yang

---

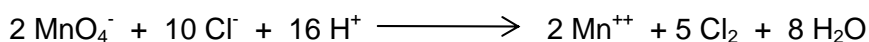


terbentuk akan dioksidasi lagi menjadi  $I^-$  dan warna lapisan kloroform menjadi hilang.

### Permanganometri

Permanganometri adalah penetapan kadar zat berdasar atas reaksi oksidasi reduksi dengan  $KMnO_4$ . Dalam suasana asam reaksi dapat dituliskan sebagai berikut:  $MnO_4^- + 8 H^+ + 5 e \longrightarrow Mn^{++} + 4 H_2O$

Dengan demikian berat ekuivalennya seperlima dari berat molekulnya atau 31,606. Asam sulfat merupakan asam yang paling cocok karena tidak bereaksi dengan permanganat. Sedangkan dengan asam klorida terjadi reaksi sebagai berikut:



Untuk larutan tidak berwarna, tidak perlu menggunakan indikator, karena 0,01 ml kalium permanganat 0,1 N dalam 100 ml larutan telah dapat dilihat warna ungunya. Untuk memperjelas titik akhir dapat ditambahkan indikator redoks seperti ferroin, asam N-fenil antranilat. Penambahan indikator ini biasanya tidak diperlukan, kecuali jika menggunakan kalium permanganat 0,01 N .

### C. PERCOBAAN

#### MODUL 6. Analisis Iod bebas

##### ➤ *Kualitatif*

Tambahkan 1 tetes larutan pada campuran 1 ml kanji dan 9 ml air; terjadi warna biru tua

##### ➤ *Kuantitatif*

Pipet 5,0 ml larutan sampel, tambahkan 15 ml air, tutup erlenmeyer dan gojok. Segera titrasi dengan Natrium tiosulfat 0,1 N dan tambahkan 3 ml indikator kanji pada waktu mendekati titik akhir. Lakukan titrasi blanko.

#### MODUL 7. Analisis Vitamin C

##### ➤ *Kualitatif*

1. Reaksi Pendahuluan: Zat +  $FeCl_3$  dipanaskan akan terjadi perubahan warna dari ungu kemudian hilang
-

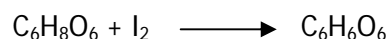


2. Reaksi Kuprifil Positif  
Zat ditambah larutan campuran ( $\text{CuSO}_4 + \text{NaOH } 2\text{N}$ ) akan terbentuk endapan kuning coklat, ada hijaunya
3. Reaksi Penegasan
  - Zat + NaOH + Luff terbentuk endapan  $\text{Cu}_2\text{O}$  warna merah bata
  - Zat + Barfoed akan terbentuk endapan  $\text{Cu}_2\text{O}$  merah bata
  - Zat ditambah Fehling A dan B akan terbentuk endapan  $\text{Cu}_2\text{O}$  merah bata
4. Reaksi sifat reduktor kuat :
  - Sampel + alkohol + pereaksi Parri+  $\text{NH}_4\text{OH}$  terbentuk warna violet
  - Sampel + Iodium warna hilang
  - Sampel +  $\text{KmnO}_4$  maka warna akan luntur terbentuk endapan putih
5. Reaksi Szest Gyirgyl : Zat + air + NaOH 0,1 N sampai asam lemah + 1 tetes  $\text{FeSO}_4$  akan terbentuk warna ungu
6. Zat + air + NaOH sampai basa, kemudian tambahkan Cu Asetat maka terbentuk endapan jingga
7. Zat ditambah  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  akan keluar  $\text{CO}_2$  kemudian ditambah  $\text{FeSO}_4$  hingga warna ungu
8. Zat +  $\text{K}_3(\text{Fe}(\text{CN})_6 + \text{FeCl}_3$  akan terbentuk warna biru

➤ ***Kuantitatif***

Lebih kurang 400 mg sampel yang ditimbang saksama dilarutkan dalam campuran yang terdiri dari 50 ml air bebas  $\text{CO}_2$  dan 10 ml asam sulfat encer. Titrasi segera dengan yodium 0,1 N menggunakan indikator kanji 1 ml hingga terjadi warna biru mantap selama 1 menit.

Reaksi :





### **MODUL 8. Analisis Metampiron**

➤ **Kualitatif**

1. 3 ml larutan sampel ditambahkan 1 ml HCl encer, ditambah 1 ml larutan  $\text{FeCl}_3$ , terbentuk warna biru yang bila dibiarkan menjadi merah, kemudian tak berwarna
2. 1 ml larutan sampel ditambah 1 ml larutan  $\text{AgNO}_3$ , terbentuk warna ungu dengan endapan perak metalik (lihat pada mikroskop medan gelap)
3. Reaksi kristal dengan  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$

➤ **Kuantitatif**

Timbang saksama lebih kurang 400mg sampel, larutkan dalam 25 ml air, tambahkan 1 ml HCl 0,1 N. Segera titrasi dengan Iodium 0,1 N menggunakan indikator kanji, dengan sekali-sekali dikocok hingga terjadi warna biru mantap selama 2 menit.

### **MODUL 9. Analisis Ion Iodida (I<sup>-</sup>)**

➤ **Kualitatif**

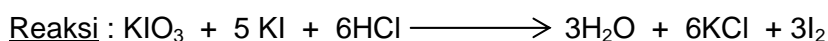
1. Larutan sampel yang mengandung  $\text{I}^-$  ditambah larutan Argentum Nitrat terjadi endapan kuning
  2. Larutan sampel yang mengandung  $\text{I}^-$  ditambah asam sulfat pekat akan timbul uap ungu. Uap ini dapat dibuktikan dengan:- Kedalam larutan ditambahkan kloroform maka lapisan kloroform akan berwarna ungu. Kertas saring yang dibasahi larutan amilum akan menjadi biru jika diletakkan di atas tabung reaksi tersebut
  3. Pada larutan Iodida tambahkan larutan perak nitrat P; terbentuk endapan kuning yang praktis tidak larut dalam ammonia encer P dan dalam asam nitrat
  4. Pada larutan iodida, tambahkan larutan Kalium Iodat P dan asam asetat encer P, terjadi Iodium yang memberikan warna violet kemerahan dengan kloroform P, dan warna biru dengan larutan kanji
-



5. Pada larutan iodida, tambahkan larutan raksa (II) Klorida P, terbentuk endapan merah yang agak sukar larut dalam pereaksi diatas dan mudah larut dalam larutan kalium Iodida P

➤ *Kuantitatif*

Pipet 5,0 ml larutan sampel, tambahkan 17,5 ml asam klorida pekat dan 5 ml kloroform, titrasi dengan kalium yodat 0,05 sampai warna ungu dari yodium hilang dari kloroform. Tambahkan bagian terakhir dari larutan yodat tetes ini, sambil labu dikocok kuat-kuat dan terus-menerus. Setelah lapisan kloroform tak berwarna, biarkan campuran selama 5 menit. Jika lapisan kloroform berwarna ungu lagi, titrasi lagi dengan larutan yodat.



**MODUL 10. Analisis Ion Ferro ( $\text{Fe}^{2+}$ )**

➤ *Kualitatif*

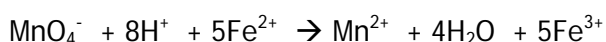
Sebanyak 1 ml larutan sampel, tambahkan:

1. larutan natrium hidroksida; terbentuk endapan putih  $\text{Fe}(\text{OH})_2$ , jika dibiarkan akan teroksidasi menjadi berwarna coklat kemerahan. Pada kondisi biasa tampak sebagai endapan hijau kotor
2. larutan amonia; terbentuk endapan putih  $\text{Fe}(\text{OH})_2$
3. hidrogen sulfida, tambahkan larutan natrium asetat; terjadi endapan hitam  $\text{FeS}$
4. larutan amonium sulfida; terbentuk endapan hitam  $\text{FeS}$ , jika dibiarkan dalam keadaan basah akan menjadi coklat
5. larutan kalium heksasianoferat(III); diperoleh endapan biru tua

➤ *Kuantitatif*

Timbang saksama lebih kurang 500 mg sampel, tambahkan 20 ml asam sulfat encer. Titrasi dengan Kalium permanganat 0,1 N hingga timbul warna merah jambu tetap.

Reaksi:





BAB  
3

TI TRASI ARGENTOMETRI  
(REAKSI PENGENDAPAN)

A. TUJUAN UMUM

Praktikan mampu mengidentifikasi zat dalam suatu sampel serta mampu menetapkan kadarnya menggunakan prinsip reaksi pengendapan.

B. MATERI TERKAIT

Argentometri merupakan metode umum untuk menetapkan kadar halogenida dan senyawa-senyawa lain yang membentuk endapan dengan perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) pada suasana tertentu. Metode argentometri disebut juga dengan metode pengendapan karena pada argentometri memerlukan pembentukan senyawa yang relatif tidak larut atau endapan.

Metode-metode dalam titrasi argentometri

1. Metode Mohr; metode ini dapat digunakan untuk menetapkan kadar klorida dan bromida dalam suasana netral dengan larutan baku perak nitrat dengan penambahan larutan kalium kromat sebagai indikator. Pada permulaan titrasi akan terjadi endapan perak klorida dan setelah titik ekuivalen, maka penambahan sedikit perak nitrat akan bereaksi dengan kromat dengan membentuk endapan perak kromat yang berwarna merah.
  2. Metode Volhard; Perak dapat ditetapkan secara teliti dalam suasana asam dengan larutan baku kalium atau amonium tiosianat, kelebihan tiosianat dapat ditetapkan secara jelas dengan garam besi (III) nitrat atau besi (III) amonium sulfat sebagai indikator yang membentuk warna merah dari kompleks besi (III) tiosianat dalam lingkungan asam nitrat 0,5 - 1,5 N. Titrasi ini harus dilakukan dalam suasana asam, sebab ion besi (III) akan diendapkan menjadi  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  jika suasananya basa, sehingga titik akhir tidak dapat ditunjukkan.
  3. Metode K.Fajans; Pada metode ini digunakan indikator adsorpsi, sebagai kenyataan bahwa pada titik ekuivalen indikator teradsorpsi oleh endapan. Indikator ini tidak memberikan perubahan warna kepada larutan, tetapi pada permukaan endapan. Endapan harus dijaga sedapat mungkin dalam bentuk koloid.
-



4. Metode Liebig; Pada metode ini titik akhir titrasinya tidak ditentukan dengan indikator, akan tetapi ditunjukkan dengan terjadinya kekeruhan. Ketika larutan perak nitrat ditambahkan kepada larutan alkali sianida akan terbentuk endapan putih, tetapi pada penggojokan larut kembali karena terbentuk kompleks sianida yang stabil. Jika reaksi telah sempurna, penambahan larutan perak nitrat lebih lanjut akan menghasilkan endapan perak sianida. Titik akhir ditunjukkan oleh terjadinya kekeruhan yang tetap. Kesukaran dalam memperoleh titik akhir yang jelas disebabkan karena sangat lambatnya endapan melarut pada saat mendekati titik akhir.

### C. PERCOBAAN

#### MODUL 11. Analisis Ion Kalium (K<sup>+</sup>) dalam KCl

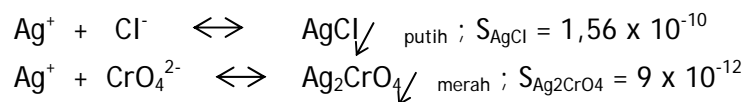
➤ *Kualitatif*

1. Sampel larutan dikeringkan dulu, sampai didapatkan kristal dalam cawan porselin berisi alkohol, dibakar nyala ungu
2. Larutan sampel yang mengandung ion K<sup>+</sup> ditambah larutan Natrium cobaltnitrit, dipanaskan terjadi endapan kuning
3. Reaksi Kristal amati bentuk kristal di mikroskop
  - Zat + Asam pikrat
  - Zat ditambah asam tartrat

➤ *Kuantitatif*

Pipet 10,0 ml larutan sampel. Tambahkan 10 ml air. Titrasi dengan larutan baku AgNO<sub>3</sub> 0,1 N dengan menggunakan indikator kalium kromat 1 ml hingga pertama kali terbentuk endapan merah dalam latar belakang endapan putih.

Reaksi:



#### MODUL 12. Analisis Ion Bromida (Br<sup>-</sup>)

➤ *Kualitatif*

1. Larutan sampel ditambah argentum nitrat terjadi endapan kuning muda
-

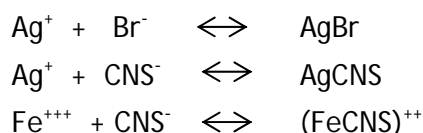


2. Larutan sampel ditambah asam nitrat pekat dipanaskan larutan menjadi coklat merah. Kemudian timbul uap berwarna coklat merah.
3. Kedalam larutan ditambahkan kloroform maka lapisan kloroform akan berwarna coklat merah

➤ **Kuantitatif**

Pipet 5,0 larutan sampel, tambahkan 5 ml asam nitrat pekat, tambahkan 15,0 ml perak nitrat 0,1 N. Titrasi dengan ammonium tiosianat 0,1 N menggunakan indikator besi (III) ammonium sulfat. Lakukan titrasi blangko.

Reaksi:



**MODUL 13. Analisis Ion Sianida (CN<sup>-</sup>)**

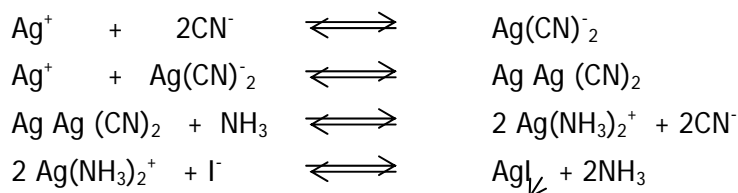
➤ **Kualitatif**

1. Larutan sampel ditambah perak nitrat; terbentuk endapan putih perak sianida
2. Larutan sampel ditambah asam sulfat pekat, panaskan; akan dilepaskan karbon monoksida, yang dapat dinyalakan dan terbakar dengan nyala biru
3. Larutan sampel ditambah HgNO<sub>3</sub>; terbentuk endapan abu-abu merkurium logam

➤ **Kuantitatif**

Pipet 5,0 ml sampel, tambahkan 5 ml air, tambahkan 5 ml amonia encer dan 1 tetes larutan kalium iodida. Titrasi dengan AgNO<sub>3</sub> 0,1 N hingga terjadi kekeruhan lemah yang mantap.

Reaksi:





**MODUL 14. Analisis Ion Iodida (I<sup>-</sup>)**

➤ **Kualitatif**

(lihat Modul 9.)

➤ **Kuantitatif**

Lebih kurang 150 mg sampel yang ditimbang saksama, larutkan dalam 25 ml air, tambahkan 1,5 ml asam asetat 6%. Titrasi dengan perak nitrat 0,1 N menggunakan 2 tetes indikator eosin hingga warna endapan yang terbentuk berubah menjadi merah.



**MODUL 15. Analisis Vitamin B1(Tiamin HCl)**

➤ **Kualitatif**

1. Larutkan 5 mg zat dalam 5 ml NaOH, tambahkan 0,5 ml kalium ferisianida ditambah 1 ml alkohol dan gojok kuat-kuat. Biarkan memisah, lapisan amil alkohol akan berfluoresensi biru terang.
2. Larutan sampel ditambah asam pikrat memberikan endapan, periksa kristalnya
3. Panaskan serbuk sampel pada cawan porselin, berbau khas
4. Larutan sampel dengan pereaksi Luff pada keadaan dingin terjadi warna hijau kemudian endapan kuning
5. Larutan sampel dengan pereaksi meyer terjadi endapan putih kekuningan

➤ **Kuantitatif**

Lebih kurang 100 mg sampel yang ditimbang saksama larutkan dalam 20 ml air. Asamkan dengan asam nitrat encer dan tambahkan 10,0 ml AgNO<sub>3</sub>. Endapan yang terjadi saring dan cuci dengan air sampai tidak mengandung klorida. Titrasi dengan amonium tiosianat 0,1 N menggunakan indikator besi (III) amonium sulfat.

---



BAB  
4

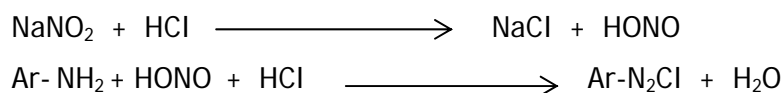
TI TRASI NITRIMETRI  
(REAKSI DIAZOTASI)

A. TUJUAN UMUM

Praktikan mampu mengidentifikasi zat dalam suatu sampel serta mampu menetapkan kadarnya menggunakan prinsip reaksi diazotasi.

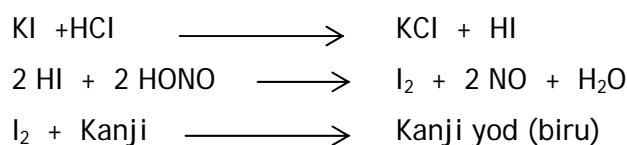
B. MATERI TERKAIT

Metode nitrimetri ini didasarkan pada reaksi antara amina aromatik primer dengan natrium nitrit dalam suasana asam membentuk garam diazonium (dikenal dengan reaksi diazotasi).



Reaksi dilakukan dibawah  $15^{\circ}$ , sebab pada suhu yang lebih tinggi garam diazonium akan terurai menjadi fenol dan nitrogen. Reaksi diazonasi dapat dipercepat dengan menambahkan kalium bromida.

Titik akhir dapat ditunjukkan dengan menggunakan pasta kanji yodida atau kertas kanji yodida sebagai indikator luar. Ketika larutan digoreskan pada pasta, adanya kelebihan nitrit akan timbul warna biru segera. Kejadian ini dapat ditunjukkan setelah larutan didiamkan 1 menit.



Penetapan titik akhir dapat juga ditunjukkan dengan campuran tropiolin OO dan biru metilen sebagai indikator dalam. Titik akhir dapat juga ditunjukkan secara potensiometri dengan menggunakan elektroda kalomel platina.

---



### C. PERCOBAAN

#### MODUL 16. Analisis Sulfadiazin

##### ➤ *Kualitatif*

##### 1. Reaksi Pendahuluan

- Zat + HCL 2N lalu kedalamnya dicelupkan batang korek api akan timbul warna jingga pada batang korek
- Zat + DAB HCl terbentuk endapan kuning lama-lama jingga

##### 2. Reaksi Spesifik

Reaksi Diazotasi: zat ditambah HCL 2N + air + NaNO<sub>2</sub> dan teteskan larutan β- naftol dalam 2 ml NaOH, larutan jernih terbentuk endapan jingga ke merah darah,. Jika yang ditambahkan α naftol akan terbentuk warna merah ungu

##### 3. Reaksi Penegasan

- Reaksi Gugus Sulfon Zat + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 3 % tambahkan 1 tetes FeCl<sub>3</sub> 0,5 N + HNO<sub>3</sub> pekat tambahkan BaCl<sub>2</sub> 0,5 N terbentuk endapan BaSO<sub>4</sub>
- Reaksi Cuprifil : zat ditambah 2 ml air panaskan hingga mendidih, tambahkan 2 tetes NaOH terbentuk endapan, netralkan kemudian tambahkan HCL 2 N + CuSO<sub>4</sub> akan timbul warna kuning lama-lama violet
- Reaksi Parri: Zat + alkohol + pereaksi parry + NH<sub>4</sub>OH, akan terjadi perubahan warna hijau kotor ke ungu

##### 4. Reaksi Kristal

- Sampel + aceton + air
- Sampel + alkohol + air
- Sampel + pereaksi Dragendorf
- Sampel + asam pikrat
- Zat + pereaksi DAB HCl

##### ➤ *Kuantitatif*

Lebih kurang 400 mg sampel yang ditimbang saksama, larutkan dalam 75 ml air dan 10 ml asam klorida P, dinginkan. Titrasi perlahan-lahan dengan natrium nitrit 0,05 M pada suhu tidak lebih

---



dari 15°C hingga 1 tetes larutan segera memberikan warna biru pada kertas kanji yodida. Titrasi dianggap selesai jika titik akhir dapat ditunjukkan lagi setelah larutan dibiarkan selama 1 menit.

Reaksi :



## MODUL 17. Analisis Isoniazid

### ➤ *Kualitatif*

1. Reaksi mayer : sampel ditambah HCl 0,5 N dan pereaksi mayer terjadi endapan berwarna kuning
  2. Reaksi Boucardat : sampel ditambah HCl 0,5 N dan pereaksi Boucardat terjadi endapan warna coklat yang larut dalam alkohol berlebihan
  3. Reaksi umum  
Inti piridin = zat ditambah asam sitrat dan asam asetat anhidrat dipanaskan terjadi warna merah violet
  4. Reaksi Penegasan
    - Zat + Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dipijarkan tercium bau piridin
    - Zat + NaOH dipanaskan keluar gas/bau NH<sub>3</sub>, dibuktikan lakmus merah menjadi biru
    - Zat + FeCl<sub>3</sub> timbul endapan coklat merah (larutan kuning jingga)
    - Zat + Pereaksi Luff timbul endapan biru hitam
    - Zat + Pereaksi Fehling (A & B) timbul warna biru
    - Zat ditambah AgNO<sub>3</sub> timbul coklat hitam (mereduksi dengan pemanasan)
    - Sifat Reduktor : larutan sampel ditambah KMnO<sub>4</sub>, warna ungu hilang
    - Sifat Reduktor : larutan sampel ditambah Iodium, warna ungu hilang
    - Zat ditambah reaksi korek api terjadi warna kuning
    - Zat + DAB HCl terjadi warna jingga kuning
    - Zat + Vanilin + Metanol + HCl terjadi warna kuning hijau
-



5. Reaksi kristal =
- zat ditambah asam pikrat
  - Zat ditambah pereaksi Dragendorf
  - Zat ditambah HgCl<sub>2</sub>

➤ ***Kuantitatif***

Timbang saksama lebih kurang 100 mg sampel, larutkan dalam 50 ml campuran 1 bagian kalium bromida dan 10 bagian asam klorida, dinginkan. Titrasi perlahan-lahan dengan natrium nitrit 0,05 M pada suhu tidak lebih dari 15°C hingga 1 tetes larutan segera memberikan warna biru pada kertas kanji yodida. Titrasi dianggap selesai jika titik akhir dapat ditunjukkan lagi setelah larutan dibiarkan selama 1 menit.

**MODUL 18. Analisis Natrium Siklamat**

➤ ***Kualitatif***

Larutkan 100 mg dalam 10 ml air, tambahkan 1 ml HCl dan 2 ml larutan BaCl<sub>2</sub>; larutan tetap jernih. Tambahkan 1 ml NaNO<sub>2</sub> P 10%; terbentuk endapan putih.

➤ ***Kuantitatif***

Lebih kurang 400 mg sampel yang ditimbang saksama, larutkan dalam campuran 50 ml air dan 5 ml HCl. Titrasi pada suhu kamar dengan Natrium nitrit 0,05 M menggunakan indikator kertas kanji iodida. Lakukan percobaan blanko.

**MODUL 19. Analisis Benzokain**

➤ ***Kualitatif***

1. Reaksi diazo positif: sedikit zat dilarutkan dalam 10 tetes HCl encer tambahkan NaNO<sub>3</sub> dan larutan β-naftol dalam NaOH, terjadi warna merah
  2. Sedikit sampel ditambah 1 ml asam asetat ditambah asam pikrat jenuh, dipanaskan kemudian didinginkan, terjadi kristal yang
-



larut lagi pada pemanasan dan setelah didinginkan lagi terbentuk kristal yang bagus

3. Sampel ditambah 2 tetes asam asetat dan 5 tetes asam sulfat pekat, panaskan; terjadi bau etil asetat (seperti balon)

➤ ***Kuantitatif***

Pipet 5,0 ml larutan sampel, tambahkan 15 ml HCl encer, dinginkan. Titrasi perlahan-lahan dengan Natrium nitrit 0,05 M pada suhu tidak lebih dari 15°C hingga 1 tetes larutan segera memberikan warna biru pada kertas kanji yodida. Titrasi dianggap selesai jika titik akhir dapat ditunjukkan lagi setelah larutan dibiarkan selama 1 menit.

**MODUL 20. Analisis Primakuin Fosfat**

➤ ***Kualitatif***

\*identifikasi terhadap Fosfat:

Ambil 0,5 ml larutan sampel, masukan ke dalam tabung reaksi dan tambahkan:

1. Perak nitrat, lalu panaskan; akan terjadi endapan kuning perak fosfat yang larut dalam asam nitrat dan amonia
2. Amonium molibdat, lalu asamkan dengan asam nitrat, biarkan sampai timbul endapan kuning dari amonium fosfomolibdat. Untuk mempercepat reaksi, dapat dipanaskan
3. Barium nitrat; akan terjadi endapan putih barium fosfat
4. Besi (III) korida; akan terjadi endapan putih kekuningan feri fosfat

➤ ***Kuantitatif***

Timbang saksama lebih kurang 100 mg sampel, larutkan dalam 25 ml air, tambahkan 10 ml HCl, dinginkan. Titrasi perlahan-lahan dengan Natrium nitrit 0,05 M pada suhu tidak lebih dari 15°C hingga 1 tetes larutan segera memberikan warna biru pada kertas kanji yodida. Titrasi dianggap selesai jika titik akhir dapat ditunjukkan lagi setelah larutan dibiarkan selama 1 menit.

---



BAB  
5

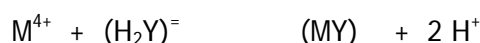
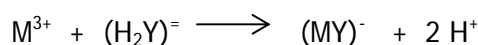
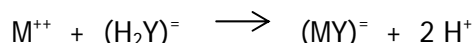
## TI TRASI KOMPLESOMETRI (REAKSI PEMBENTUKAN KOMPLEKS)

### A. TUJUAN UMUM

Praktikan mampu mengidentifikasi zat dalam suatu sampel serta mampu menetapkan kadarnya menggunakan prinsip reaksi pembentukan kompleks.

### B. MATERI TERKAIT

Titration kompleksometri adalah titration berdasarkan pembentukan senyawa kompleks antara kation dengan zat pembentuk kompleks. Salah satu zat pembentuk kompleks yang banyak digunakan dalam titration kompleksometri adalah garam dinatrium etilendiamina tetraasetat (dinatrium EDTA). Senyawa ini dengan banyak kation membentuk kompleks dengan perbandingan 1 : 1, beberapa valensinya:



M adalah kation (logam) dan  $(H_2Y)^{4-}$  adalah garam dinatrium edetat.

Kestabilan dari senyawa kompleks yang terbentuk tergantung dari sifat kation dan pH dari larutan, oleh karena itu titration dilakukan pada pH tertentu. Pada larutan yang terlalu alkalis perlu diperhitungkan kemungkinan mengendapnya logam hidroksida.

Penetapan titik akhir titration digunakan indikator logam, yaitu indikator yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan ion logam. Ikatan kompleks antara indikator dan ion logam harus lebih lemah dari pada ikatan kompleks antara larutan titer dan ion logam. Larutan indikator bebas mempunyai warna yang berbeda dengan larutan kompleks indikator. Indikator yang banyak digunakan dalam titration kompleksometri adalah:

#### a. Hitam eriokrom

Indikator ini peka terhadap perubahan kadar logam dan pH larutan. Pada pH 8 -10 senyawa ini berwarna biru dan kompleksnya berwarna merah anggur. Pada pH 5 senyawa itu sendiri berwarna merah, sehingga titik akhir sukar diamati, demikian juga pada pH 12. Umumnya titration dengan indikator ini dilakukan pada pH 10.



b. Jingga xilenol

Indikator ini berwarna kuning sitrun dalam suasana asam dan merah dalam suasana alkali. Kompleks logam-jingga xilenol berwarna merah, karena itu digunakan pada titrasi dalam suasana asam.

c. Biru Hidroksi Naftol

Indikator ini memberikan warna merah sampai lembayung pada daerah pH 12 -13 dan menjadi biru jernih jika terjadi kelebihan edetat.

Titrasi kompleksometri umumnya dilakukan secara langsung untuk logam yang dengan cepat membentuk senyawa kompleks, sedangkan yang lambat membentuk senyawa kompleks dilakukan titrasi kembali.

### C. PERCOBAAN

#### MODUL 21. Analisis MgSO<sub>4</sub>

➤ *Kualitatif*

\*identifikasi adanya Mg<sup>2+</sup>:

1. Larutan sampel ditambah NaOH, akan terbentuk endapan putih Mg(OH)<sub>2</sub>
2. Larutan sampel ditambah ammonium karbonat, akan terbentuk endapan putih magnesium karbonat basa
3. Larutan sampel ditambah NH<sub>4</sub>Cl, NH<sub>4</sub>OH dan dinatrium hidrogen fosfat, terjadi endapan putih
4. Larutan sampel ditambah NaOH dan difenilkarbasida, saring, endapan dicuci dengan air panas maka akan terjadi kompleks teradsorpsi warna ungu
5. Larutan sampel ditambah NH<sub>4</sub>Cl kristal, aduk-aduk ditambah asam sitrat. Kemudian dipanaskan sampai larut, aduk serta ditambah dengan NH<sub>4</sub>OH pekat. Terjadi kristal berbentuk butiran kemudian berubah seperti urat daun.

\*identifikasi adanya SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>:

1. Sampel ditambah argentums sitrat tidak ada perubahan
2. Sampel ditambah BaCl<sub>2</sub> terjadi endapan putih, yang tidak larut dalam asam-asam didalam aqua regia
3. Larutan sampel ditambah Pb (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> terjadi endapan putih, yang larut dalam

➤ *Kuantitatif*

Timbang saksama lebih kurang 250 mg sampel, larutkan dalam 100 ml air, tambahkan sedikit HCl 3 N hingga larutan jernih. Atur hingga

---



pH 7 dengan penambahan NaOH 1 N menggunakan kertas indikator pH, tambahkan 5 ml dapar amoniak dan 0,15 ml indikator hitam eriokrom. Titrasi dengan Dinatrium edetat 0,05 M sampai warna biru.

#### MODUL 22. Analisis Ion Kalsium ( $Ca^{2+}$ )

➤ *Kualitatif*

1. Larutan sampel ditambah larutan ammonium oxalate terjadi endapan putih
2. Larutan sampel ditambah larutan asam klorida encer ditambah larutan Na<sub>2</sub>S terjadi endapan putih

➤ *Kuantitatif*

Timbang saksama lebih kurang 200 mg sampel, masukkan ke dalam gelas piala 250 ml, basahkan dengan beberapa ml air, tambahkan tetes demi tetes asam klorida 3N secukupnya hingga larut sempurna. 50 ml natrium hidoksida 1 N dan indikator biru hidroksi naftol. Titrasi dengan dinatrium edetat 0,05 M sampai titik akhir warna biru.

Reaksi :



#### MODUL 23. Analisis Ion Alumunium ( $Al^{3+}$ )

➤ *Kualitatif*

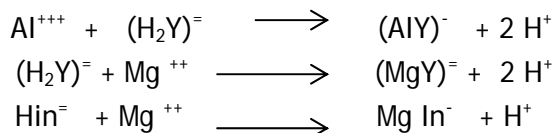
1. Larutan sampel ditambah larutan Natrium Sulfida, terjadi endapan putih
  2. Larutan sampel ditambah larutan ammonium hidoksida pekat ditambah larutan Na Alisarin Sulfonat terjadi endapan merah
  3. Pada larutan sampel tambahkan larutan ammonium klorida P dan ammonia encer P, terbentuk endapan gel putih, yang larut dalam asam klorida P,
  4. Larutkan 2,5 g dalam air, encerkan dengan air secukupnya hingga 50,0 ml,. Kocok 10 ml dengan natrium bikarbonat P berlebihan, saring. Pada 2 ml filtrat tambahkan 10 tetes larutan jenuh asam tartrat P, biarkan selama beberapa detik; terbentuk endapan hablur putih
  5. Sampel + BaCl<sub>2</sub> membentuk endapan putih yang tidak larut dalam asam nitrat atau HCl Pekat
-



➤ *Kuantitatif*

Lebih kurang 200 mg sampel yang ditimbang seksama, larutkan dalam 20 ml air. Tambahkan 15,0 ml dinatrium edetat 0,05 M, panaskan diatas penangas air selama 10 menit, dinginkan, tambahkan 2,5 g heksamin. Titrasi dengan magnesium sulfat 0,05 M menggunakan indikator 0,4 ml jingga xilenol.

Reaksi:



**MODUL 24. Analisis ZnO**

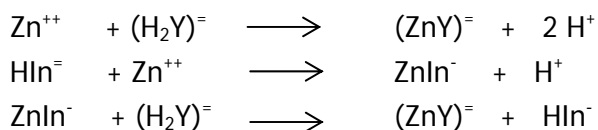
➤ *Kualitatif*

3. Sampel dipanaskan kuat-kuat terbentuk warna kuning, jika didinginkan warna akan hilang
4. Zat ditambah HCL 2 N dinetralkan akan menunjukkan reaksi zink positif
5. Zat ditambah H<sub>2</sub>S dan Na acetat akan terbentuk endapan putih, tidak larut dalam asam asetat tetapi larut dalam HCL 3 N
6. Zat ditambah ammonium sulfida akan terbentuk endapan putih
7. Zat ditambah Kalium Heksacianoferat akan terbentuk endapan putih yang tidak larut dalam HCL 3 N
8. Zat dipijarkan : Sisa pijar ditambah H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat dan CuSO<sub>4</sub> serta Reagen zink akan terbentuk endapan ungu
9. Pada sampel yang mengandung Zn<sup>2+</sup> ditambah Natrium Sulfida terjadi endapan putih

➤ *Kuantitatif*

Lebih kurang 350 mg sampel yang ditimbang saksama, larutkan dalam asam klorida encer. Tambahkan larutan dengan natrium hidroksida hingga terbentuk kabut yang mantap, tambahkan 5 ml dapar amonia. Titrasi dengan dinatrium edetat 0,05 M menggunakan indikator hitam eriokrom hingga warna biru.

Reaksi:





**MODUL 25. Analisis Ion Timbal ( $Pb^{2+}$ )**

➤ **Kualitatif**

Sebanyak 0,5 ml larutan sampel tambahkan:

1. asam klorida; terjadi endapan putih timbal klorida
2. natrium hidroksida; akan terjadi endapan putih timbal hidroksida yang larut dalam basa berlebih
3. kalium kromat; akan terjadi endapan kuning timbal kromat yang larut dalam asam nitrat encer
4. asam sulfida; akan terjadi endapan hitam timbal sulfida
5. kalium yodida; akan terjadi endapan kuning timbal yodida
6. asam sulfat; akan terjadi endapan putih timbal sulfat

➤ **Kuantitatif**

Pipet 10,0 ml larutan sampel, tambahkan 2 ml asam asetat P, tambahkan 5 g heksamina P, titrasi dengan Dinatrium edetat 0,05 M menggunakan indikator 0,2 ml larutan jingga xilenol P hingga larutan menjadi kuning terang pucat.

---



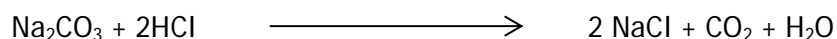
## PEMBUATAN LARUTAN BAKU

### ☞ PEMBUATAN DAN PEMBAKUAN ASAM KLOORIDA 0,1 N

**Pembuatan:** Masukkan ke dalam botol bersih bersumbat kaca kira-kira 1 L air suling. Dengan gelas ukur atau pipet ukur, tambahkan sekitar 8,5 ml HCl pekat ke dalam air. Sumbat botol tersebut, campur dengan mengguncang dan membalikkan.

**Pembakuan:** Lebih kurang 100 mg natrium karbonat anhidrat ditimbang seksama, yang sebelumnya telah dikeringkan pada suhu 270-300°C selama setengah jam. Larutkan dalam 50 - 75 ml air. Titrasi langsung dengan larutan asam klorida 0,1 N menggunakan indikator jingga metil hingga warna kuning berubah menjadi merah.

**Reaksi:**



**Perhitungan:**

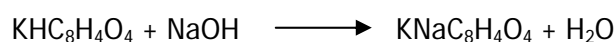
$$\text{Normalitas HCl} = \frac{\text{mg Na}_2\text{CO}_3}{\text{BE Na}_2\text{CO}_3 \times V \text{ HCl (ml)}}$$

### ☞ PEMBUATAN DAN PEMBAKUAN NATRIUM HIDROKSIDA 0,1 N

**Pembuatan:** Sejumlah natrium hidroksida dilarutkan dalam air bebas CO<sub>2</sub> secukupnya hingga tiap 1000 ml larutan mengandung 4,001 g NaOH.

**Pembakuan:** Lebih kurang 300 mg kalium biftalat secara seksama yang sebelumnya sudah dikeringkan, masukkan dalam erlenmeyer. Tambah 75 ml air bebas CO<sub>2</sub>, tutup erlenmeyer kocok-kocok hingga larut sempurna. Titrasi dengan larutan natrium hidroksida dengan indikator pp hingga warna berubah menjadi merah.

**Reaksi :**



**Perhitungan**

$$\text{Normalitas NaOH} = \frac{\text{mg Kalium biftalat}}{\text{ml NaOH} \times \text{BE kalium biftalat}}$$



**Catatan:** Untuk pembakuan natrium hidroksida, selain menggunakan kalium biftalat dapat digunakan asam klorida atau asam oksalat.

#### ☞ PEMBUATAN DAN PEMBAKUAN NATRIUM TIOSULFAT 0,1 N

**Pembuatan:** Sejumlah larutan natrium tiosulfat dilarutkan dalam air secukupnya hingga tiap 1000 ml larutan mengandung 24,82 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ . Gunakan air yang telah dididihkan, jika akan digunakan selama beberapa hari, tambahkan 0,1 g natrium karbonat atau 3 tetes kloroform untuk tiap 1 liter.

#### **Pembakuan:**

1. Buatlah larutan Kalium Yodat 0,1 N (tepat kadarnya) sebanyak 50 ml. Timbang kristal Kalium yodat dengan botol timbang sebanyak  $\pm 0,1783$  gram, masukkan dalam labu takar 50 ml. Tambahkan aqua kocok hingga larut. Setelah larut, tambahkan aquadest sampai tanda batas 50 ml.
2. Pipet 10 ml larutan  $\text{KIO}_3$ , masukkan ke dalam erlenmeyer. Tambahkan 10 ml larutan  $\text{KI}$  10 %, dan 4-5 ml  $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_4$  2 N. Titrasi dengan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ , sampai larutan kuning muda, kemudian tambah 1 ml indikator amilum 1 %. Titrasi dilanjutkan sampai larutan tidak berwarna.

#### **Perhitungan:**

$$\text{Normalitas } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{(N \times V) \text{ Kalium yodat}}{\text{Volume } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$$

#### ☞ PEMBUATAN DAN PEMBAKUAN LARUTAN YODIUM 0,1 N

**Pembuatan :** Larutkan 20 g kalium yodida dalam 30 ml air dalam labu bertutup. Timbang sekitar 12,7 g yodium dalam gelas arloji, tambahkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan kalium yodida pekat. Tutup labu dan kocok sampai yodiumnya larut. Diamkan larutan pada suhu kamar dan tambahkan air hingga 1000 ml.

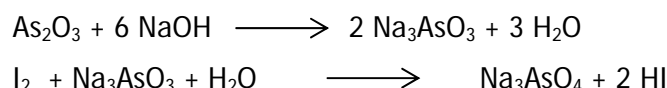
**Pembakuan:** Lebih kurang 100 mg arsen trioksida yang ditimbang seksama dilarutkan dalam 20 ml  $\text{NaOH}$  1 N, jika perlu dipanaskan. Encerkan dengan 40 ml air, tambahkan 2 tetes jingga metil dan lanjutkan dengan

---



penambahan asam klorida encer hingga warna kuning berubah menjadi jingga. Kemudian tambahkan 2 gram Na. Bicarbonat, 20 ml air, dan 3 ml larutan kanji. Titrasi larutan dengan baku yodium perlahan-lahan hingga timbul warna biru tetap.

**Reaksi :**



**Perhitungan :**

$$\text{Normalitas I}_2 = \frac{\text{mg As}_2\text{O}_3}{\text{ml Yodium} \times \text{BE As}_2\text{O}_3}$$

#### ☞ PEMBUATAN DAN PEMBAKUAN KALIUM YODAT 0,05 M

**Pembuatan :** Lebih kurang 10,7000 g kalium yodat yang telah dikeringkan pada 110-120 °C selama 1 jam, ditimbang dengan saksama, larutkan dalam air hingga 1000 ml.

**Pembakuan :** Kalium yodat sangat stabil dan kita peroleh dalam sediaan yang murni, maka larutan bakunya dapat diperoleh hanya dengan menghitung berat yang dilarutkan dalam sejumlah air.

**Perhitungan :**

$$\text{Molaritas KIO}_3 = \frac{\text{g KIO}_3}{\text{BE KIO}_3 \times \text{vol yang dibuat (ltr)}}$$

#### ☞ PEMBUATAN DAN PEMBAKUAN LARUTAN KMnO<sub>4</sub> 0,1 N

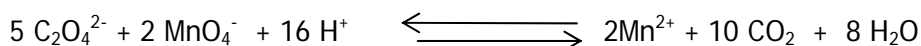
**Pembuatan:** Sejumlah kalium permanganat dilarutkan ke dalam air secukupnya hingga tiap 1000 ml larutan mengandung 3,161 g KMnO<sub>4</sub>. Panaskan larutan sampai mendidih, pelan-pelan selama 15-30 menit, dinginkan pada suhu kamar. Saring larutan melalui corong yang diberi *glasswool*, atau melalui *Krus Gooch* yang diberi asbes atau dengan penyaringan kaca masir. Tampung lapisan dalam botol yang telah dicuci dengan campuran asam kromat dan telah dibilas. Kemudian simpan dalam botol coklat.

---



**Pembakuan:** Lebih kurang 100 mg natrium oksalat yang ditimbang saksama dilarutkan dalam 50 ml air. Tambahkan 7 ml asam sulfat P, panaskan sekitar 70°C. Titrasi pelan-pelan dengan  $\text{KMnO}_4$  0,1 N dengan diaduk sampai timbul warna ungu mantap selama 15 detik. Suhu akhir titrasi tidak boleh kurang dari 60°C.

**Reaksi :**



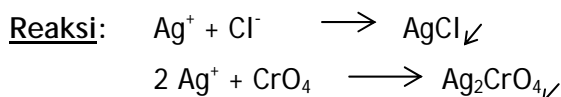
**Perhitungan :**

$$\text{Normalitas } \text{KMnO}_4 = \frac{\text{mg Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{\text{ml KMnO}_4 \times \text{BE Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}$$

#### ☞ PEMBUATAN DAN PEMBAKUAN PERAK NITRAT 0,1 N

**Pembuatan :** Sejumlah perak nitrat P larutkan dalam air secukupnya hingga tiap 1000 ml larutan mengandung 16,99 g  $\text{AgNO}_3$ .

**Pembakuan:** Sejumlah natrium klorida P keringkan pada suhu 100 - 120°C. Timbang saksama lebih kurang 250 mg, larutkan dalam 50 ml air. Titrasi dengan perak nitrat 0,1 N menggunakan indikator 1 ml kalium kromat 5%, hingga terbentuk warna coklat merah lemah.



**Perhitungan:**

$$\text{Normalitas } \text{AgNO}_3 = \frac{\text{mg NaCl}}{\text{ml AgNO}_3 \times \text{BE NaCl}}$$

#### ☞ PEMBUATAN DAN PEMBAKUAN LARUTAN AMONIUM TIOSIANAT 0,1 N

**Pembuatan:** Sejumlah ammonium tiosianat P larutkan dalam air secukupnya hingga tiap 1000 ml larutan mengandung 7,612 g  $\text{NH}_4\text{CNS}$ .

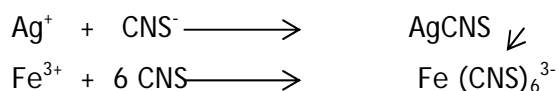
**Pembakuan:** Masukkan 25 ml perak nitrat 0,1 N yang ditakar saksama dalam labu Erlenmeyer, encerkan dengan 50 ml air, tambahkan 2 ml asam nitrat P.

---



Titration with ammonium thiocyanate solution using 2 ml iron (III) ammonium sulfate LP indicator, until a reddish-brown color occurs.

**Reaksi:**



**Perhitungan:**

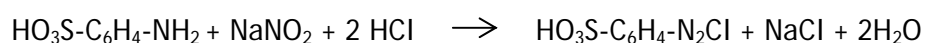
$$\text{Normalitas NH}_4\text{CNS} = \frac{\text{ml AgNO}_3 \times N \text{ AgNO}_3}{\text{ml NH}_4\text{CNS}}$$

☞ **PEMBUATAN DAN PEMBAKUAN NATRIUM NITRIT 0,05 M**

**Pembuatan:** A certain amount of sodium nitrite is dissolved in water so that each 1000 ml of solution contains 3.5g NaNO<sub>2</sub>.

**Pembakuan:** Weigh approximately 100 mg of sulfanilic acid, which has been dried at 120°C to constant weight, into a glass beaker, add 0.2 g of sodium bicarbonate and a little water, stir until dissolved. Dilute with 100 ml of water, add 10 ml of phosphoric acid. Cool to a temperature not above 15°C. Titrate slowly with 0.1 M sodium nitrite until a blue color appears on starch paper. Titration is considered complete when the blue color can be shown again after the solution is left for 2 minutes.

**Reaksi:**



**Perhitungan :**

$$\text{Molaritas NaNO}_2 = \frac{\text{mg asam sulfanilat}}{V \text{ NaNO}_2 \times \text{BE asam sulfanilat}}$$

☞ **PEMBUATAN DAN PEMBAKUAN DINATRIUM EDETAT 0,05 M**

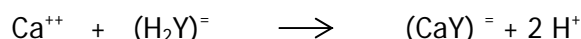
**Pembuatan :** A certain amount of disodium edetate is dissolved in water so that each 1000 ml contains 18.61 g of C<sub>10</sub>H<sub>14</sub> N<sub>2</sub>.Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>.2H<sub>2</sub>O

---



**Pembakuan** : Timbang saksama lebih kurang 100 mg kalsium karbonat yang telah dikeringkan pada suhu 200°C selama 4 jam. Larutkan dalam 50 ml air dan sejumlah asam klorida encer hingga larut . Tambahkan 15 ml natrium hidroksida 2 N. Titrasi dengan dinatrium edetat 0,05 M menggunakan indikator biru hidoksi naftol, hingga larutan berwarna biru tua. (BM  $\text{CaCO}_3 = 100,09$ )

**Reaksi** :



**Perhitungan** :

$$\text{Molaritas dinatrium EDTA} = \frac{\text{mg CaCO}_3}{\text{BE CaCO}_3 \times V \text{ EDTA}}$$

#### ☞ PEMBUATAN DAN PEMBAKUAN MAGNESIUM SULFAT 0,05 M

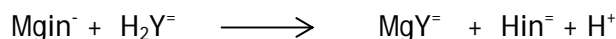
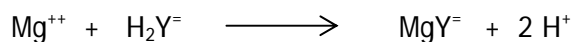
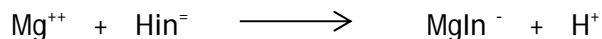
**Pembuatan dapar amonia pH 10**

Dapar amonia pH 10: Larutkan 6,75 g amonium klorida dalam 57 ml amonia pekat dan encerkan dengan air secukupnya hingga 100 ml.

**Pembuatan**: Sejumlah magnesium sulfat larutkan dalam air secukupnya hingga tiap 1000 ml larutan mengandung 12,324 g  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

**Pembakuan**: Encerkan 10,0 ml larutan Dinatrium Edetat dengan 50 ml air, tambahkan 10 ml dapar amonia. Titrasi dengan dinatrium edetat 0,05 M dengan menggunakan indikator hitam eriokrom.

**Reaksi** :



**Perhitungan** :

$$\text{Molaritas MgSO}_4 = \frac{\text{ml EDTA} \times \text{M EDTA}}{\text{ml. MgSO}_4}$$

---



## DAFTAR PUSTAKA

- Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta
- Farmakope Indonesia*, 1979, Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- Farmakope Indonesia*, 1995, Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta
- Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7<sup>th</sup> Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America
- Sudjadi & Rohman, A., 2004, *Analisis obat dan Makanan*, Pustaka Pelajar, Yogyakarta
- Vogel, 1985, *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro*, Edisi V, diterjemahkan oleh: Setiono & Pudjaatmaka, PT Kalman Media Pustaka, Jakarta
-



*Format Laporan Sementara Praktikum*

LAPORAN SEMENTARA PRAKTIKUM*	
KIMIA ANALISIS	
	<u>nilai</u>
<u>Identitas</u>	10
Kelompok :	
Anggota :	
Hari / Tgl Praktikum :	
Dosen Pembimbing :	
Uraian Kasus :	10
A. Analisis Kualitatif	40
1. Senyawa yang diduga :	
2. Alat dan Bahan :	
3. Skema Prosedur Identifikasi :	
B. Analisis Kuantitatif	40
1. Metode Penetapan Kadar :	
2. Alat dan Bahan :	
3. Skema Prosedur Penetapan Kadar :	
4. Reaksi :	
5. Rumus Perhitungan Kadar :	
	Ttd.
Acc Dosen Pembimbing	Calon Praktikan

\* Laporan sementara praktikum ditulis tangan diatas kertas folio/kwarto, tanpa cover, dibawa pada saat konsultasi

---



### Format Laporan Hasil Praktikum

\* cover (diktik)

<p>Laporan Hasil Praktikum Kimia Analisis ANALISIS KASUS ..... DENGAN METODE TITRASI .....</p> <p>LOGO UMS</p> <p>Disusun Oleh: Kelompok ..... Anggota : ..... Korektor : .....</p> <p>LABORATORIUM KIMIA ANALISIS FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH SURAKARTA 2008</p>
---

\*Isi (ditulis tangan)

- A. Judul Praktikum
- B. Tujuan Praktikum (5)
- C. Uraian Kasus (5)
- D. Senyawa yang diduga (5)
- E. Prosedur Kerja (10)
  1. Analisis Kualitatif
    - a. Alat dan Bahan yang digunakan
    - b. Skema Prosedur Identifikasi
  2. Analisis Kuantitatif
    - a. Alat dan Bahan yang digunakan
    - b. Skema Prosedur Penetapan Kadar
- F. Hasil Analisis
  1. Analisis Kualitatif (10)
    - a. Pemerian sampel
    - b. Hasil Identifikasi dan Reaksi

Langkah Identifikasi	Hasil	Reaksi



2. Analisis Kuantitatif (15)

- a. Metode penetapan kadar
- b. Kapasitas buret yang digunakan
- c. Titran
- d. BE zat yang dianalisis
- e. Rumus penetapan kadar
- f. Hasil titrasi dan perhitungan kadar

Replikasi	Data Penimbangan/ Pengukuran sampel	Vol. Titrasi (ml)	Vol. Blanko (ml) (jika ada)	Kadar (%...)

- g. Analisis data statistik

G. Pembahasan

1. Analisis Kualitatif (10)

- Hal yang mendukung diduganya senyawa tersebut
- Penjelasan reaksi identifikasi yang spesifik

2. Analisis Kuantitatif (25)

- Metode penetapan kadar
- Penjelasan alasan pemilihan metode tersebut
- Penjelasan maksud setiap langkah penetapan kadar
- Penjelasan mekanisme reaksi yang terjadi
- Penjelasan pemilihan indikator dan penentuan titik akhir
- Uraian hasil statistik

H. Kesimpulan (5)

".....mengandung senyawa.....dengan kadar ....."

I. Informasi yang dapat diberikan (5)

Uraikan informasi/saran yang dapat anda berikan kepada *klien* anda atas hasil analisis yang telah anda lakukan

J. Daftar Pustaka (min. 3 ref.) (5)

---





- Data Penimbangan / Pengukuran
 

Berat kertas	=	
Berat kertas + zat	=	
Berat kertas + zat sisa	=	_____
Berat zat	=	

Atau

Pemipetan sampel	=	
Pengenceran (jika ada)	=	
  
- Data titrasi
 

Titran	:		BM zat	:	
Volume titrasi	:		ek.	:	
Perhitungan kadar	:				

Acc Hasil Orientasi : \_\_\_\_\_

Catatan : \_\_\_\_\_

3. Replikasi:
- |                               |   |  |        |   |  |
|-------------------------------|---|--|--------|---|--|
| Buret yang digunakan          | : |  | Titran | : |  |
| Penimbangan/Pengukuran sampel | : |  | BE zat | : |  |

Rep.	Data Penimbangan/Pengukuran	Volume titrasi	Volume Blanko	Kadar
I				
II				
III				
IV				
Kadar rata-rata				

Kesimpulan Hasil Analisis Kuantitatif:.....  
.....

Acc Hasil Praktikum : \_\_\_\_\_

ttd.  
Praktikan

.....



PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS 2008  
*Self Assesment Card*

Nama : Kasus :  
NIM : Dugaan Senyawa :  
Kelompok: Metode :

\*) Lingkari point yang sesuai

**KEDISIPLINAN**

- |                                   |   |    |   |   |
|-----------------------------------|---|----|---|---|
| 1. Datang tepat waktu             | <table border="1"><tr><td>0</td><td>3</td><td>5</td></tr></table> | 0  | 3 | 5 |
| 0                                 | 3   | 5  |   |   |
| 2. Membawa serbet                 | <table border="1"><tr><td>-2</td><td>5</td></tr></table>          | -2 | 5 |   |
| -2                                | 5   |    |   |   |
| 3. Membawa lembar kerja praktikum | <table border="1"><tr><td>-2</td><td>5</td></tr></table>          | -2 | 5 |   |
| -2                                | 5   |    |   |   |

**TEKNIK LABORATORIUM**

- |  |   |   |   |
|--|---|---|---|
| 1. Menimbang/Mengukur dengan benar       | <table border="1"><tr><td>0</td><td>5</td></tr></table> | 0 | 5 |
| 0  | 5   |   |   |
| 2. Menitrasi dengan benar                | <table border="1"><tr><td>0</td><td>5</td></tr></table> | 0 | 5 |
| 0  | 5   |   |   |
| 3. Membaca volume buret dengan benar     | <table border="1"><tr><td>0</td><td>5</td></tr></table> | 0 | 5 |
| 0  | 5   |   |   |
| 4. Menetapkan pilihan buret dengan benar | <table border="1"><tr><td>0</td><td>5</td></tr></table> | 0 | 5 |
| 0  | 5   |   |   |
| 5. Menetapkan titik akhir dengan benar   | <table border="1"><tr><td>0</td><td>5</td></tr></table> | 0 | 5 |
| 0  | 5   |   |   |

**KEBERSIHAN & KETERTIBAN**

- |   |   |    |    |   |
|---|---|----|----|---|
| 1. Tidak bersenda gurau/bercanda/ramai/<br>berbicara keras/mengganggu teman | <table border="1"><tr><td>-3</td><td>-1</td><td>5</td></tr></table> | -3 | -1 | 5 |
| -3  | -1  | 5  |    |   |
| 2. Meja, alat, sekitar meja bersih  | <table border="1"><tr><td>0</td><td>3</td><td>5</td></tr></table>   | 0  | 3  | 5 |
| 0   | 3   | 5  |    |   |