Institut Teknologi Indonesia

PENUNTUN PRAKTIKUM KIMIA ANALITIK

TIM PENYUSUN

Dr.Ir. Kudrat Sunandar, M.T

Drs. Singgih Hartanto, M. Si

Dra. Lin Marlina, M.Si

Adam Malik, S.T

Laboratorium

PROGRAM STUDI

TEKNIK KIMIA

PENUNTUN

PRAKTIKUM KIMIA ANALITIK

Tim Penyusun :

1. Dr. Ir. Kudrat Sunandar, M.T
2. Drs. Singgih Hartanto, M.Si
3. Dra. Lin Marlina, M.Si
4. Adam Malik, S.T

PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA

INSTITUT TEKNOLOGI INDONESIA

SERPONG

2018

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, Segala Puji Hanya untuk Allah SWT Tuhan Yang Maha Berilmu, karena atas berkat dan rahmat-Nya kami dapat menyelesaikan Diktat **Penuntun Praktikum Kimia Analitik** ini dengan baik. Diharapkan dengan adanya diktat ini, Mahasiswa mendapatkan panduan dalam Praktikum Kimia Analitik pada Program Studi Teknik Kimia – Institut Teknologi Indonesia.

Materi yang ditulis dalam diktat ini berisi sebanyak delapan modul praktikum. Di dalamnya berisi tentang pemahaman dan konsep dasar tentang cara menganalisa sampel. Isi buku ini disusun mulai dari tujuan praktikum, teori penunjang/dasar teori, percobaan yang akan dikerjakan, serta matriks percobaan untuk memudahkan mahasiswa menuliskan hasil pengamatan. Dengan mengacu pada diktat praktikum ini Mahasiswa diharapkan dapat memahami dan mengerti akan konsep dasar tentang cara menganalisa sampel. Diharapkan nantinya bisa menjadi bekal untuk menjadi seorang sarjana teknik kimia yang dapat mengerti cara menganalisa sampel dengan baik dimasa mendatang.

Kami menyadari bahwa diktat ini masih banyak kekurangan, oleh karena itu saran dan kritik sangat kami harapkan untuk semakin menyempurnakannya pada kesempatan mendatang. Terima Kasih.

Tangerang Selatan, September 2018

Penulis

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR i
DAFTAR ISI ii
TATA TERTIB LABORATORIUM KIMIA ANALITIK iii
MODUL 1. CHEMICAL OXYGEN DEMAND 1
MODUL 2. ALKALINITAS 6
MODUL 3. ARGENTOMETRI 12
MODUL 4. DISSOLVED OXYGEN METODE WINKLER 17
MODUL 5. TOTAL ORGANIC MATTER (TOM) 22
MODUL 6. THIN LAYER CHROMATOGRAPHY (TLC) 27
MODUL 7. ANALISA VITAMIN C (ASAM ASKORBAT) 32
MODUL 8. SPEKTROFOMETRI UV-VIS 36
DAFTAR PUSTAKA 42

TATA TERTIB LABORATORIUM KIMIA ANALITIK

1. PRAKTIKAN

a. Hanya mahasiswa yang telah memenuhi syarat-syarat (baik syarat akademik maupun syarat administratif) yang dapat mengikuti praktikum.

b. Hanya praktikan yang telah menyelesaikan semua kewajiban dilaboratorium (termasuk pengembalian/penggantian alat-alat yang rusak) untuk mendapatkan nilai evaluasi hasil praktikum.

c. Setiap praktikan diwajibkan memiliki buku harian (*log book*) laboratorium untuk mencatat hasil dan segala hal yang berhubungan dengan praktikum.

d. Setiap praktikan diwajibkan membawa tissue dan lap.

2. PRAKTIKUM

a. Sebelum melakukan percobaan semua hal yang berhubungan dengan teori, alat-alat, bahan dan pelaksanaan praktikum harus dipahami benar-benar.

b. Pengarahan dan test awal dilaksanakan sebelum praktikum oleh dosen penanggung jawab modul (teori) dan pada hari praktikum oleh asisten (lisan tentang cara kerja). Praktikan harus membuat laporan awal yang berisi pendahuluan sampai dengan matrik data percobaan.

c. Data yang diperoleh dari hasil percobaan perlu dicatat pada laporan awal oleh masing masing praktikan dan harus ditandatangani oleh asisten.

d. Selama praktikum dilaksanakan, aturan-aturan yang ada harus diperhatikan dan ditaati, antara lain :

- Dilarang makan, merokok dan menggunakan HP selama praktikum di dalam laboratorium.
- Diwajibkan menggunakan perlengkapan khusus sesuai dengan keperluannya (misalnya : sepatu tertutup, jaslab, masker dan sarung tangan).
- Melaporkan segala hal / kejadian di laboratorium yang cenderung membahayakan secepat mungkin kepada asisten , staf laboran yang terdekat.

- Melaporkan segala kerusakan / ketidakberesan di labotarorium terutama yang berkaitan dengan sarana pendukung (air, listrik dll) kepada asisten / staf laboran.
- Tidak diperbolehkan meninggalkan laboratorium tanpa ijin dsari asisten.

e. Waktu Praktikum adalah : Senin, Rabu dan Kamis, jam 12.30 – 16.00, dianjurkan praktikan hadir 15 menit sebelum praktikum dimulai. Keterlambatan hanya diberi toleransi selama 15 menit dengan alasan yang dapat dipertanggungjawabkan.

f. Setelah selesai praktikum, praktikan diwajibkan :
- Membersihkan alat-alat yang dipakai praktikum
- Membersihkan meja-meja
- Merapikan kursi-kursi
- Mematikan semua sarana pendukung yang digunakan (misalnya : mematikan kran, mematikan aliran listrik dll).

g. Sisipan diberikan 1 (satu) kali hanya bagi mahasiswa yang sakit atau halangan lain yang diijinkan dengan terlebih dahulu memberitahunkan secara tertulis.

h. Setiap kejadian pelanggaran selama praktikum akan dicatat pada buku pelanggaran. Pelanggaran pertama dan kedua akan mengurangi penilaian sedangkan pelanggaran ke 3 akan dikenai sangsi tidak diperbolehkan melanjutkan praktikum dan diberi nilai E untuk praktikum tersebut.

3. ALAT DAN BAHAN

a. Peminjamam alat dan bahan dilakukan oleh praktikan , dengan menggunakan bon peminjaman yang ditandatangani oleh asisten.

b. Dalam bon peminjaman alat/permintaan bahan harus dicantumkan jumlah serta spesifikasi alat/bahan yang diminta.

c. Semua alat (baik instrument ataupun barang gelas) yang dipinjam menjadi tanggungjawab praktikan yang bersangkutan, dan harus dikembalikan dalam keadaan bersih dan baik. Dalam hal barang gelas yang dikembalikan telah kotor sehingga tidak dapat dibersihkan lagi dianggap sebagai alat rusak dan harus diganti sesuai dengan aturan penggantian alat.

d. Dalam hal alat yang dipinjam merupakan satu set lengkap, harus kembali dalam keadaan satu set lengkap pula.

e. Dalam hal menggunakan alat yang telah tersedia di laboratorium seperti timbangan, oven harus sesuai dengan petunjuk pemakaian masing-masing serta seizin asisten/petugas yang bertanggung jawab terhadap alat tersebut.

f. Semua alat yang dipinjam tidak boleh dipindah tangankan.

g. Pengambilan bahan-bahan kimia harus menggunakan alat-alat yang bersih. Bahan kimia yang rusak karena kelalaian dalam pemakaian, dianggap rusak dan harus diganti.

h. Penyelesaian peminjaman/penggantian alat/bahan harus diselesaikan pada praktikum terakhir.

4. LAPORAN.

a. Setiap praktikum harus dilaporkan dalam jenis laporan, format sesuai dengan yang telah ditentukan.

b. Laporan awal dibawa pada saat akan mulai praktikum

c. Laporan akhir dikumpulkan pada :

- Praktikum Kimia Analitik selama 2 hari setelah praktikum.
- Praktikum Kimia Fisika selama 2 hari setelah praktikum.
- Praktikum Kimia Organik selama 3 hari setelah praktikum.
- Praktikum Teknik Kimia I selama 4 hari setelah praktikum
- Praktikum Teknik Kimia II selama 4 hari setelah praktikum

d. Waktu pengumpulan laporan dari jam 09.00 s.d 14.00 WIB

e. Bagi yang tidak mengumpulkan laporan tidak boleh mengikuti praktikum selanjutnya.

f. Setiap kali praktikum dan mengumpulkan laporan, kartu praktikum harus ditandatangani oleh asisten yang membimbing praktikum dan penerima laporan (dalam hal ini staf laboratorium)

5. LAIN-LAIN

a. Hal-hal lain yang belum diatur dalam aturan ini akan diatur kemudian.

b. Segala perubahan atau perbaikan terhadap isi peraturan ini hanya dapat dilakukan dengan persetujuan Ka.Lab. Teknik Kimia.

MODUL 1. CHEMICAL OXYGEN DEMAND

1.1 Tujuan

Mengetahui jumlah oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi zat-zat organik dalam sampel secara kimia.

1.2 Tinjauan Pustaka

1.2.1 COD

COD adalah jumlah oksigen (mg O_2) yang dibutuhkan untuk mengoksidasi zat-zat organis yang ada dalam 1 liter sampel air, dimana pengoksidasi $K_2Cr_2O_7$ digunakan sebagai sumber oksigen (*oxidizing agent*).

COD adalah jumlah oksigen yang diperlukan agar bahan buangan yang ada dalam air dapat teroksidasi melalui reaksi kimia baik yang dapat didegradasi secara biologis maupun yang sukar didegradasi. Bahan buangan organik tersebut akan dioksidasi oleh kalium dikromat yang digunakan sebagai sumber oksigen (*oxidizing agent*) menjadi gas CO_2 dan gas H_2O serta sejumlah ion krom.

Prinsip reaksinya sebagai berikut :

$$H^+_{(g)} + C_xH_yO_{z(g)} + Cr_2O_7^{2-}{}_{(l)} \xrightarrow[\text{Katalis}]{} CO_{2(g)} + H_2O_{(g)} + Cr^{3+}_{(s)}$$

Jika pada perairan terdapat bahan organik yang resisten terhadap degradasi biologis, misalnya tannin, fenol, polisakarida dan sebagainya, maka lebih cocok dilakukan pengukuran COD daripada BOD.Kenyataannya hampir semua zat organik dapat dioksidasi oleh oksidator kuat seperti kalium permanganat dalam suasana asam, diperkirakan 95% - 100% bahan organik dapat dioksidasi.

Seperti pada BOD, perairan dengan nilai COD tinggi tidak diinginkan bagi kepentingan perikanan dan pertanian.Nilai COD pada perairan yang tidak tercemar biasanya kurang dari 20 mg/L, sedangkan pada perairan tercemar dapat lebih dari 200 mg/L dan pada limbah industri dapat mencapai 60.000 mg/L.

1.2.2 Analisis COD

Prinsip pengukuran COD adalah penambahan sejumlah tertentu kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$) sebagai oksidator pada sampel (dengan volume diketahui) yang telah

ditambahkan asam sulfat pekat dan katalis perak sulfat, kemudian dipanaskan selama beberapa waktu. Selanjutnya, kelebihan kalium dikromat ditera dengan cara titrasi. Dengan demikian kalium bikromat yang terpakai untuk oksidasi bahan organik dalam sampel dapat dihitung dan nilai COD dapat ditentukan.

1.2.3 Metode Analisa COD

Kepedulian akan aspek kesehatan lingkungan mendorong perlunya peninjauan kritis metode standar penentuan COD tersebut, karena adanya keterlibatan bahan-bahan berbahaya dan beracun dalam proses analisisnya. Berbagai usaha telah dilakukan untuk mencari metode alternatif yang lebih baik dan ramah lingkungan.Perkembangan metode-metode penentuan COD dapat diklasifikasikan menjadi dua kategori. Pertama, metode yang didasarkan pada prinsip oksidasi kimia secara konvensional dan sederhana dalam proses analisisnya. Kedua, metode yang berdasarkan pada oksidasi elektrokatalitik pada bahan organik dan disertai pengukuran secara elektrokimia.

Angka COD merupakan ukuran bagi pencemaran air oleh zat-zat organik yang secara ilmiah dapat dioksidasikan melalui proses mikrobiologis dan mengakibatkan berkurangnya oksigen terlarut dalam air, namun tidak semua zat-zat organik dalam air bungan maupun air permukaan dapat dioksidasikan melalui test COD antara lain :

- Zat organik yang dapat diuraikan seperti protein, glukosa
- Senyawa-senyawa organik yang tidak dapat teruraikan seperti NO^{2-}, Fe^{2+}, S^{2-}, dan Mn^{3+}
- Homolog senyawa aromatik dan rantai hidrokarbon yang hanya dapat dioksidasi oleh adanya katalisator Ag_2SO_4.

Dalam tes COD digunakan larutan $K_2Cr_2O_7$ untuk mengoksidasikan zat-zat organik dalam keadaan asam yang mendidih dengan reaksi :

$$H^+_{(g)} + C_xH_yO_{z(g)} + Cr_2O_7^{2-}{}_{(l)} \xrightarrow[Ag_2SO_4]{} CO_{2(g)} + H_2O_{(g)} + Cr^{3+}_{(s)}$$

Dimana perak sulfat (Ag_2SO_4) berperan sebagai katalisator yang berfungsi untuk mempercepat reaksi (katalis) sedangkan $HgSO_4$, ditambah untuk menghilangkan ion klorida yang ada dalam air buangan.

Keunggulannya antara lain:

- Sanggup menguji air limbah industri yang beracun dan tidak dapat diuji dengan pengujian BOD karena bakteri akan mati.
- Analisa COD hanya memakan waktu kurang lebih 3 jam, sedangkan analisa BOD memerlukan waktu 5 hari.
- Untuk menganalisa COD antara 50 sampai 800 mg/L, tidak dibutuhkan pengenceran sampel sedan pada umumnya analisa BOD selalu membutuhkan pengenceran.
- Ketelitian dan ketepatan tes COD adalah 2 sampai 3 kali lebih tinggi dari tes BOD.
- Gangguan dari zat yang bersifat racun terhadap mikroorganisme pada tes BOD, tidak menjadi soal menjadi tes COD.

Kekurangannya antara lain :

Tes COD hanya merupakan suatu analisa yang menggunakan suatu reaksi oksidasi kimia yang menirukan oksidasi biologis (yang seharusnya terjadi di alam), sehingga merupakan suatu pendekatan saja, karena hal tersebut diatas maka tes COD tidak dapat membedakan antara zat-zat yang sebenarnya tidak teroksidasi (inert) dan zat-zat yang teroksidasi secara biologis.

1.3 Alat dan Bahan

Alat :

- Alat Refluks
- Gelas kimia
- Buret
- Gelas ukur
- Erlenmeyer
- Labu Ukur
- Pipet Ukur
- Kondensor
- Hot Plate

Bahan :

- Batu didih
- Ferroin
- $K_2Cr_2O_7$ 0,25 N
- $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$ 0,25 N
- H_2SO_4 pekat
- $HgSO_4$

1.4 Cara Kerja

1. Disediakan 4 botol refluks
2. Diisi 2 botol refluks dengan 20 mL air suling sebagai blangko dan 2 botol lagi dengan 20 mL air sampel.
3. Ditambahkan ke dalam masing-masing botol 0.2 gr $HgSO_4$ dan 15 mL $K_2Cr_2O_7$ 0,25 N, 15 mL H_2SO_4 pekat, dan beberapa butir batu didih.
4. Direfluks botol-botol tersebut selama 1 jam (dihitung mulai dari mendidih)
5. Dibuat larutan $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$ 0,25 N sebanyak 100 mL dalam labu ukur. Dilarutkan dalam sedikit aquadest dan ditambahkan beberapa mL H_2SO_4 pekat, diencerkan sampai 100 mL.
6. Didinginkan larutan hasil refluks
7. Dititrasi masing-masing larutan dalam botol dengan $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$ 0,25 N dengan diberi 4 tetes indikator ferroin.
8. Dihitung angka COD masing-masing larutan

1.5 Matriks Percobaan

Nama Sampel	Volume sampel	Volume FAS

1.6 Perhitungan

$$COD = \frac{(\text{mL blangko titrasi} - \text{mL sample titrasi}) \times N\ (NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \times BE\ O_2 \times 1000}{\text{mL sampeL}}$$

MODUL 2. ALKALINITAS

2.1 Tujuan

Menentukan alkalinitas, kesadahan total, kesadahan kalsium dan kesadahan magnesium dari sampel air.

2.2 Teori

Alkalinitas merupakan penyangga (buffer) perubahan pH air dan indikasi kesuburan yang diukur dengan kandungan karbonat. Alkalinitas adalah kapasitas air untuk menetralkan tambahan asam tanpa penurunan nilai pH larutan. Alkalinitas mampu menetralisir keasaman di dalam air. Secara khusus alkalinitas sering disebut sebagai besaran yang menunjukkan kapasitas pembufferan dari ion bikarbonat, dan tahap tertentu ion karbonat dan hidroksida dalam air. Ketiga ion tersebut dalam air akan bereaksi dengan ion hidrogen sehingga menurunkan kemasaman dan menaikkan pH. Alkalinitas optimal pada nilai 90-150. Alkalinitas rendah diatasi dengan pengapuran dosis 5 ppm. Dan jenis kapur yang digunakan disesuaikan dengan kondisi pH air sehingga pengaruh pengapuran tidak membuat pH air tinggi, serta disesuaikan dengan keperluan dan fungsinya.

Perbedaan antara basa tingkat tinggi dengan alkalinitas yang tinggi adalah sebagai berikut :

1. Tingkat basa tinggi ditunjukkan oleh pH tinggi.
2. Alkalinitas tinggi ditunjukkan dengan kemampuan menerima proton tinggi

Kadar Alklinitas dengan tingkat dibandingkan dengan kadar Ca^{2+} dan Mg^{2+} (kesadahan) maka air menjadi agresif dan menyebabkan karat pada pipa. Sebaliknya, bila kadar alkalinitasnya rendah dapat menyebabkan kerak $CaCO_3$ pada dinding pipa yang dapat memperkecil penampang basah pipa. Pada air buangan, khusunya dari industri, kadar alkalinitas yang tinggi menunjukkan adanya senyawa garam dari asam lemah seperti asam asetat, propionate, amoniak dan sulfit. Alkalinitas juga sebagai parameter pengontrol anaerobic digestes dan instalasi Lumpur aktif.

MODUL 2. ALKALINITAS

Alkalinitas adalah kapasitas air untuk menetralkan tambahan asam tanpa menurunkan pH larutan. Alkalinitas terdiri dari ion-ion bikarbonat (HCO^{3-}), karbonat (CO^{3-}) dan hiroksida (OH^{-}) yang merupakan buffer terhadap pengaruh pengasaman.

Alkalinitas secara umum menunjukkan konsentrasi basa atau bahan yang mampu menatralisir kemasaman dalam air. Secara khusus, alkalinitas sering disebut sebagai besaran yang menunjukkan kapasitas pem-buffer-an dari ion bikarbonat, dan sampai tahap tertentu ion karbonat dan ion hidroksida dalam air. Ketiga ion tersebut di dalam air akan berekasi dengan ion hidrogen sehingga menurunkan kemasaman dan menaikkan pH. Alkalinitas biasanya dinyatakan dalam satuan ppm (mg/l) kalsium karbonat ($CaCO_3$). Air dengan kandungan kalsium karbonat lebih dari 100 ppm disebut alkalin, sedangkan air dengan kandungan kurang dari 100 ppm disebut sebagai lunak atau tingkat alkalinitas sedang.

Air bukan merupakan sumber nutrient, namun sangat esensial dalam kelangsungan proses biokimia organisme hidup. Sumber air dapat digolongkan menjadi dua yaitu :

a. Air permukaan, misalnya : air danau, sungai, bendungan, air tanah. Dapat terjadi kandungan bahan organik dan mikrobanya tinggi, tetapi kadar mineralnya rendah.
b. Air dalam tanah, misalnya sumur dan artesis. Air sumur dapat memiliki kandungan bahan organil dan mikroba yang tinggi, sedangkan kadar mineralnya biasanya rendah. Kualitas air untuk keperluan ditentukan berdasarkan faktor-faktor sebagai berikut:
   - Sifat Fisik : Warna, bau, rasa, dan kekeruhan.
   - Sifat kimia : Padatan, gas terlarut, pH dan kesadahan

Peraturan yang berkaitan dengan Alkalinitas

Nilai alkalinitas berkisar antara 30-500 mg/l. Nilai alkalinitas diperairan berkisar antara 5 hingga ratusan mg/l. Nilai Alkalinitas yang alami pada perariran adalah 400 mg/l. Perairan dengan nilai >40 mg/l disebut sadah, sedangkan perairan dengan nilai <40 mg/l disebut lunak.

Standar baku konsentrasi alkalinitas pada air baku menurut PP no. 82 tahun 2001 yaitu 500 mg/l. Antara kesadahan, alkalinitas pH saling berhubungan. Jika alkalinitas tinggi maka kesadahan dan pHnya juga tinggi, dan menandakan air diperairan tersebut bersifat basa.

Perairan dengan nilai alkalinitas yang terlalu tinggi tidak terlalu disukai oleh organisme akuatik karena biasanya diikuti dengan nilai kesadahan yang tinggi atau kadar garam natrium tinggi. Berikut table kualitas air berdasarkan alkalinitas :

Tabel 2.1 Kualitas air berdasarkan alkalinitas

Alkalinitas (mg/l)	Kondisi Perairan
0 – 10	Tidak dapat dimanfaatkan
10 – 50	Alkalinitas rendah, kematian mungkin terjadi, CO_2 rendah, pH bervariasi, dan perairan kurang produktif
50 – 200	Alkalinitas sedang, pH bervariasi, CO_2 sedang, produktivitas sedang
> 500	Stabil, Produktivitas rendah, ikan terancam

Sumber : Aquarina Limbong, 2008

Kapasitas air untuk menetralkan asam, atau basa juga diartikan sebagai kapasitas penyangga (*buffer capacity*) terhadap perubahan pH. Perairan mengandung alkalinitas ≥20 mg/l menunjukkan bahwa perairan tersebut relative stabil terhadap perubahan asam/basa sehingga kapasitas buffer atau basa lebih stabil. Selain bergantung pada pH, alkalinitas juga dipengaruhi oleh komposisi mineral, suhu, dan kekuatan ion. Nilai alkalinitas alami tidak pernah melebihi 500 mg/liter $CaCO_3$.

2.3 Alat dan Bahan

Alat :
- Batang Pengaduk
- Gelas Kimia 1000 ml
- Buret 50 ml
- Gelas Kimia 50 ml
- Botol semprot
- Cawan Penguapan

- Corong
- Labu erlemeyer 250 ml
- pH meter
- Pipet Ukur 5 ml
- Pipet ukur 25 ml
- Termometer 110°C
- Gelas Ukur 10 ml
- Penjepit
- Pipet tetes
- Pipet Ukur 10 ml
- Propipet

Bahan :
- Aquadest
- Methyl Orange
- Phenoptalein
- Lar. EDTA 0,01 n
- Indikator EBT
- Murexide
- Buffer pH 10
- H_2SO_4 0,02 N

2.4 Cara Kerja

a. Menentukan padatan terlarut :
   1. Keringkan sebuah cawan dan timbang
   2. Ke dalam tersebut dimasukkan 25 ml sampel. Keringkan di atas pemanas sampai seluruh air menguap
   3. Kemudian cawan kering ditimbang kembali
   4. Jumlah padatan yang terlarut dalam sampel dapat dihitung.

b. Menentukan alkalinitas sampel
   1. Ke dalam labu Erlenmeyer 250 ml, masukkan 50 ml sampel, tambahkan 3 tetes indikator ppt. Jika larutan barubah warna menjadi merah, maka harus dititrasi dengan H_2SO_4 0,02 N sampai warna merah tersebut hilang. Jika larutan tidak berubah warna, maka ppt alkalinity sama dengan 0.
   2. Ke dalam labu Erlenmeyer yang lain masukkan 50 ml sampel
   3. Tambahkan 10 tetes indicator methyl orange, titrasi dengan larutan H_2SO_4 0,02 N sampai timbul warna jingga. Lakukan dua kali (duplo).

c. Menentukan kesadahan total
   1. Ke dalam labu Erlenmeyer dimasukkan 25 ml sampel air, ditambah 5 ml larutan buffer pH 10 dan 5 tetes indicator EBT.
   2. Lalu panaskan sampai 40°C, kemudian titrasi dengan larutan EDTA 0,01 N sampai timbul warna biru muda.

d. Menentukan kesadahan kalsium
   1. Ke dalam dua Erlenmeyer dimasukkan 25 ml sampel, ditambah 1 ml larutan NaOH 8% dan indicator Murexide.
   2. Kedua labu dipanaskan sampai 40°C. Masing-masing dititrasi dengan larutan EDTA 0,01 N sampai timbul warna jingga.

e. Menentukan kesadahan magnesium
   a. Dilakukan dengan perhitungan dimana kesadahan total dikurangi kesadahan kalsium.

2.5 Matriks Percobaan

A. Kadar Alkalitias

Nama Sampel	Volume sampel	N H_2SO_4	Volume H_2SO_4

B. Kesadahan Total dan Kesadahan Kalsium

Nama Sampel	Volume sampel	N EDTA	Volume EDTA

2.6 Perhitungan

2.6.1 Menentukan Alkalinitas

$$\text{Alkalinitas} = \frac{N_{H_2SO_4} \text{ x } V_{H_2SO_4} \text{ x } 1000 \text{ X BE } CaCO_3}{V_{Sampel}}$$

2.6.2 Menentkan Kesadahan Total dan Kesadahan Kalsium

$$\text{Kesadahan total \& } kalsium = \frac{N_{EDTA} \text{ x } V_{EDTA} \text{ x } 1000 \text{ x BE } CaCO_3}{V_{sampel}}$$

2.6.3 Menentukan kesadahan Magnesium

Kesadahan Magnesium = Kesadahan total – kesadahan Ca

MODUL 3. ARGENTOMETRI

3.1 Tujuan

Memahami prinsip dan reaksi yang terjadi dalam titrasi Argentometri, memilih indikator yang tepat dan mengerjakan perhitungan dalam titrasi Argentometri.

3.2 Teori

DAY, R.A., Jr; Underwood, A.L (1986). Istilah Argentometri diturunkan dari bahasa latin Argentum, yang berarti perak. Jadi, Argentometri merupakan salah satu cara untuk menentukan kadar zat dalam suatu larutan yang dilakukan dengan titrasi berdasar pembentukan endapan dengan ion Ag+. Pada titrasi argentometri, zat pemeriksaan yang telah dibubuhi indikator dicampur dengan larutan standar garam perak nitrat ($AgNO_3$). Dengan mengukur volume larutan standar yang digunakan sehingga seluruh ion Ag^+ dapat tepat diendapkan, kadar garam dalam larutan pemeriksaan dapat ditentukan.

Argentometri adalah suatu proses titrasi yang menggunakan garam argentum nitrat ($AgNO_3$) sebagai larutan standard. Dalam titrasi argentometri, larutan $AgNO_3$ digunakan untuk menetapkan garam-garam halogen dan sianida karena kedua jenis garam ini dengan ion Ag^+ dari garam standard $AgNO_3$ dapat memebentuk suatu endapan atau suatu senyawa kompleks sesuai dengan persamaan reaksi berikut ini :

$NaX + Ag^+ \rightarrow AgX + Na^+$ (X = halida)

$KCN + Ag^+ \rightarrow AgCN + K^+$

$KCN + AgCN \rightarrow K\{Ag(CN)2\}$

Garam AgNO3 mempunyai kemurnian yang tinggi, sehingga garam tersebut dapat digunakan sebagai larutan standard primer. Larutan standard $AgNO_3$ 0,1 N dapat dibuat dengan melarutkan 16,99 gram $AgNO_3$ dalam 1 liter aquades.

Titrasi pengendapan tidak terlampau banyak digunakan dibandingkan dengan titrasi-titrasi redoks atau asam basa. Hal ini disebabkan tidak adanya indikator-indikator yang sesuai untuk menentukan titik akhir titrasi. Umumnya titrasi pengendapan terjadi pada reaksi-reaksi antara kation Ag^+ dengan anion-anion halida, tiosianat dan sianida. Pereaksi pengendap yang banyak digunakan dalam titrasi pengendapan adalah perak nitrat, yang dikenal dengan titrasi argentometri.

MODUL 3. ARGENTOMETRI

Setiap reaksi pengendapan yang berlangsung cepat dan tersedianya indikator merupakan dasar titrasi pengendapan. Akan tetapi hanya sedikit reaksi pengendapan yang berlangsung cukup cepat. Juga sedikit indikator yang memenuhi syarat untuk titrasi pengendapan. Suatu reaksi pengendapan berlangsung berkesudahan bila endapan yang terbentuk mempunyai kelarutan yang cukup kecil. Pada titik ekivalensi akan terjadi perubahan yang cukup besar dari konsentrasi yang dititrasi.

Banyak sekali reaksi yang digunakan dalam analisis anorganik kualitatif melibatkan pembentukan endapan. Endapan adalah zat yang memisahkan diri sebagai suatu fase padat keluar dari larutan. Endapan mungkin berupa Kristal atau koloid, dan dapat dikeluarkan dari larutandengan penyaringan atau pemusingan. Endapan terbentuk jika larutn menjadi terlalu jenuh dengan zat yang bersangkutan. Kelarutan suatu endapan,menurut defenisi adalah sama dengan konsenterasi molar dari larutan jenuhnya. Kelarutan tergantung pada berbagai kondisi,seperti suhu,tekanan,konsentrasi bahan-bahan lain dalam larutan itu,dan pada komposisi pelarutnya.

Metode Titrasi Argentometri

Argentometri merupakan titrasi pengendapan sampel yang dianalisis dengan menggunakan ion perak, biasanya ion-ion yang ditentukan dalam titrasi ini adalah ion iodide (Cr-,Br-,P-). Hasil kali konsentrasi ion-ion yang terdapat dalam suatu larutan jenuh dari garam yang sukar larut pada suhu tertentu adalah konstan. Dasar titrasi argento adalah pembentukan endapan yang tidak mudah larut antara titran dengan analis. Berdasarkan jenis indikator yang dipakai dalam penetapan khlor secara argentometri ada tiga macam cara penetapan, yaitu :

a. Cara Mohr

Menurut cara mohr indikator yang dipakai adalah larutan kalium kromat encer, indikator ini dengan $AgNO_3$ menghasilkan endapan merah bata.

Reaksi : $NaCl + AgNO_3 \longrightarrow AgCl + NaNO_3$ (i)

$2\ AgNO_3 + K_2CrO_4 \longrightarrow Ag_2CrO_4 + 2\ KNO_3$ (ii)

Penetapan khlor secara argentometri cara mohr pada dasarnya adalah reaksi pengendapan semua Cl, dan barulah kelebihan $AgNO_3$ akan bereaksi dengan K_2CrO_4. Titik akhir reaksi tercapai jika mulai terbentuk endapan merah bata dari Ag_2CrO_4. Pengendapan bertahap ini terjadi karena larutan Ag_2CrO_4.

b. Cara Fajans

Dalam argentometri menurut cara fayans digunakan zat warna fluorescein sebagai indikator berdasarkan sifat bahwa suatu endapan mempunyai kecenderungan untuk menyerap ion-ion yang sejenis.

c. Cara Volhard

Metode ini digunakan untuk menentukan kandungan perak dalam suasana asam dengan larutan standar kalium atau amonium tiosianat berlebih. 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 suasana asam nitrat 0,5 – 1,5 N. Titrasi ini harus dilakukan dalam suasana asam, sebab ion besi (III) akan diendapkan menjadi $Fe(OH)_3$ jika suasananya basa, sehingga titik akhir tidak dapat diamati.

Untuk menentukan berakhirnya suatu reaksi pengendapan dipergunakan indikator yang baru menghasilkan suatu endapan bila reaksi dipergunakan dengan berhasil baik untuk titrasi pengendapan ini. Dalam titrasi yang melibatkan garam-garam perak ada tiga indikator yang telah sukses dikembangkan selama ini yaitu metode Mohr menggunakan ion kromat, CrO42-, untuk mengendapkan Ag2CrO4 coklat. Metode Volhard menggunakan ion Fe3+ untuk membentuk sebuah kompleks yang berwarna dengan ion tiosianat, SCN. Dan metode Fajans menggunakan indikator adsorpsi.

3.3 Alat dan Bahan

Alat :
- Buret 50 ml
- Labu ukur 250 ml
- Labu Ukur 100 ml
- Pipet ukur 10 ml
- Botol semprot
- Erlenmeyer 300 ml
- Gelas Kimia 100 ml
- Corong biasa
- Pipet Tetes
- Klem buret

Bahan :
- $AgNO_3$ hablur murni
- NaCl Murni
- NaCl murni
- K_2CrO_4

3.4 Cara Kerja

1. Pembuatan Larutan $AgNO_3$ 0,1 N :
   - $AgNO_3$ murni yang dipanaskan terlebih dahulu pada suhu 120°C selama 2 jam.
   - Masukkan kedalam labu ukur 250ml,
   - larutkan sampai tanda batas labu dengan air suling.
2. Pembuatan Larutan NaCl 0,1 N
   - Ditimbang 0,585 gr NaCl dengan teliti
   - Masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan air suling sampai tanda batas.
3. Penetapan Kadar Khlor secara Mohr
   - Dipipet 10 ml NaCl 0,1 N dan tambahkan beberapa tetes larutan K_2CrO_4.
   - Kemudian titrasi dengan larutan $AgNO_3$ 0,1 N sampai terjadi perubahan warna merah bata.
   - 10 ml larutan contoh dimasukkan kedalam Erlenmeyer 300ml, tambahkan 10ml larutan NaCl 0,1N dan tambahkan beberapa tetes larutan K_2CrO_4. Kemudian dititrasi dengan larutan $AgNO_3$ 0,1N sampai terjadi perubahan warna merah bata.
   - Penetapan dilakukan dua kali (duplo)
   - Hitung kadar Cl^- dalam sampel (dalam ppm).

3.5 Matriks Percobaan

Nama Sampel	Volume sampel	N $AgNO_3$	Volume $AgNO_3$

3.6 Perhitungan

$$Cl^- = \frac{V\ AgNO_3 \text{ x } N\ AgNO_3 \text{x } BE\ Cl^- \text{x } 1000}{V\ sampel}$$

MODUL 4. DISSOLVED OXYGEN METODE WINKLER

4.1 Tujuan

Mengetahui jumlah oksigen terlarut dalam sampel air.

4.2 Teori

Oksigen terlarut (DO) adalah jumlah oksigen terlarut dalam air yang berasal darifotosintesa dan absorbsi atmosfer/udara. Oksigen terlarut di suatu perairan sangat berperan dalam proses penyerapan makanan oleh mahkluk hidup dalam air. Oksigen terlarut (dissolved oxygen, disingkat DO) atau sering juga disebut dengan kebutuhan oksigen (Oxygen demand) merupakan salah satu parameter penting dalam analisis kualitas air.

Kehidupan mikroorganisme, seperti ikan dan hewan air lainnya, tidak terlepas dari kandungan oksigen yang terlarut di dalam air, tidak berbeda dengan manusia dan mahluk hidup lainnya yang ada di darat yang juga memerlukan oksigen dari udara agar tetap dapat bertahan hidup, karena air yang tidak mengandung oksigen tidak dapat memberikan kehidupan bagi mikroorganisme, ikan dan hewan air lainnya.

Tanaman yang ada di dalam air, dengan bantuan sinar matahari melakukan fotosintesis yang menghasilkan oksigen dimana oksigen yang dihasilkan dari akan larut di dalam air. Selain itu, oksigen yang ada di udara dapat masuk pula ke dalam air melalui proses difusi yang secara lambat menembus permukaan air. Konsentrasi oksigen yang terlarut di dalam air tergantung pada tingkat kejenuhan air itu sendiri, kejenuhan air dapat disebabkan oleh koloidal yang melayang di dalam air oleh jumlah larutan limbah yang terlarut di dalam air, selain itu suhu air dan tekanan udara juga dapat mempengaruhi konsentrasi oksigen yang terlarut di dalam air dikarenakan tekanan udara mempengaruhi kecepatan difusi oksigen dari udara ke dalam air.

Kandungan oksigen terlarut (DO) minimum adalah 2 ppm dalam keadaan normal dan tidak tercemar oleh senyawa beracun (toksik). Kandungan oksigen terlarut minimum ini sudah cukup mendukung kehidupan organism. Idealnya, kandungan oksigen terlarut tidak boleh kurang dari 1,7 ppm selama 8 jam dengan sedikitnya pada tingkat kejenuhan sebesar 70 %.

MODUL 4. DISSOLVED OXYGEN METODE WINKLER

Kemampuan air untuk membersihkan pencemaran secara ilmiah banyak tergantung pada cukup tidaknya kadar oksigen terlarut. Oksigen terlarut dalam air berasal dari udara dan dari proses fotosintesa tumbuhan air. Terlarutnya oksigen di dalam air tergantung pada faktor-faktor sebagai berikut :

1. Temperatur
2. Tekanan barometik udara
3. Kadar Mineral dalam air.

Untuk menganalisis oksigen terlarut, ada dua metoda yang banyak digunakan yaitu :

1. Metoda titrasi Winkler (skala laboratorium)

   Metode titrasi dengan cara Winkler secara umum banyak digunakan untuk menetukan kadar oksigen terlarut. Prinsipnya dengan menggunakan titrsi Iodometri. Sampel yang dianalisis terlebih dahulu ditambahkan $MnCl_2$ dan NaOH – KI, sehingga akan terjadi endapan MnO_2. Dengan menambahkan H_2SO_4 atau HCl maka endapan yang terjadi akan larut kembali dan juga akan membebaskan molekul iodium (I_2) yang ekivalen dengan oksigen terlarut. Iodium yang dibebaskan ini selanjutnya dititrasi dengan larutan standar natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) dan menggunakan iondukator amilum (kanji). Reaksi kimia yang terjadi, sebagai berikut :

   $MnCl_2 + NaOH \longrightarrow Mn(OH)_2 + 2NaCl$

   $2Mn(OH)_2 + O_2 \longrightarrow 2MnO_2 + 2H_2O$

   $MnO_2 + 2KI + 2H_2O \longrightarrow Mn(OH)_2 + I_2 + 2KOH$

   $I_2 + 2Na_2S_2O_3 \longrightarrow Na_2S_4O_6 + 2NaI$

   Kelemahan metode Winkler

   a. Penambahan indicator amilum harus dilakukan pada saat mendekati titik akhir titrasi agar amilum tidak membungkus I_2 karena menyebabkan amilum sukar berekasi untuk kembali ke senyawa semula.
   b. Proses titrasi harus dilakuakn sesegera mungkin, hal ini disebabkan karena I_2 mudah menguap dan ada yang harus diperhatikan dari titrasi iodometri yang biasa

dapat menjadi kesalahn pada titrasi iodometri yaitu penguapan I_2, oksidasi udara, dan adsorpsi I_2 oleh endapan.

2. Metoda elektrokimia dengan DO-meter

Cara penentuan oksigen terlarut dengan menggunakan elektrokimia adalah salah satu cara langsung untuk menetukan oksigen terlaut dengan alat DO meter. Prinsip kerjanya adalah menggunakan probe oksigen yang terdiri dari katoda dan anoda yang direndam dalam larutan elektolit. Pada alat DO meter, probe ini biasanya menggunakan katoda perak (Ag0 dan anoda timbale (pb). Secara keseluruhan, elektroda ini dilapisi dengan membrane palstik yang bersifat semi permeable terhadap oksigen. Rekasi kimia yang akan terjadi adalah :

Katoda : $O_2 + 2H_2O + 4^- \longrightarrow 4HO^-$

Anoda : $Pb + 2\ HO^- \longrightarrow PbO + H_2O + 2e^-$

Aliran rekasi yang terjadi tersebut tergantung dari hasil aliran oksigen pada katoda. Difusi oksigen dari sampel ke elektroda berbanding lurus terhadap konsentrasi oksigen terlarut.

Penentuan oksigen terlarut (DO) dengan cara titrasi berdasarkan metode Winkler lebih analitis apabila dibandingkan dengan cara alat DO meter. Hal yang perlu diperhatikan dalam titrasi iodometri ialah penentuan titik akhir titrasinya, standarisasi larutan tiosulfat dan pembuatan larutan standar kalium bikromat yang tepat. Dengan mengikuti prosedur penimbangan kalium bikromat dan standariasi tiosulfat secara analitis, akan diperoleh hasil penentuan oksigen terlarut yang lebih akurat. Sedangkan penentuan oksigen terlarut dengan cara DO meter, harus diperhatikan suhu dan salinitas sampel yang akan diperiksa. Peranan suhu dan salinitas ini sangat vital terhadap akurasi penentuan oksigen terlarut dengan cara DO meter. Disamping itu, sebagaiman lazimnya alat yang digital, peranan kalibrasi alat sangat menentukan akurasinya hasil penentuan.

4.3 Alat dan Bahan

Alat :
- Batang Pengaduk
- Gelas Kimia 100 ml
- Botol semprot
- Buret 50 ml
- Gelas ukur 100 ml
- Labu Erlenmeyer 250 ml
- Pemanas
- Pipet ukur 10 ml
- Spatula
- Gelas Kimia 50 ml
- Botol BOD 250 ml
- Botol timbang
- Corong
- Labu Erlenmeyer 100 ml
- Labu takar 250 ml
- Pipet tetes
- Propipet

Bahan :
- Amilum
- KI/NaOH
- $MnSO_4$
- H_2SO_4 pekat
- Na_2SO_4

4.4 Cara Kerja

- Botol BOD diisi penuh dengan sampel air
- Ditambahkan 2 ml larutan $MnSO_4$ dan 2 ml larutan KI/NaOH. Penambahan dilakukan dibawah permukaan air/cairan dan untuk masing-masing larutan digunakan pipet yang berbeda. Botol ditutup, dikocok dan didiamkan sampai suspensinya menegndap.
- Ditambahkan 2 ml larutan H_2SO_4 pekat diatas permukaan air lalu ditutup dan dikocok.
- Diambil 100 ml larutan dan dipindahkan ke dalam labu ukur Erlenmeyer 250 ml. (lakukan duplo).
- Buat larutan $Na_2S_2O_3$ 0,025 standar dengan cara : larutkan 1,55 gr $Na_2S_2O_3$ dalam 250 ml air suling.
- Larutan sampel dititrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ sampai berwarna kuning muda. Ditambahakan 1 tetes amilum lalu dititrasi kembali samapi warna biru yang ada tepat hilang.

4.5 Matriks Percobaan

Nama Sampel	Volume sampel	N $Na_2S_2O_3$	Volume $Na_2S_2O_3$

4.6 Perhitungan

Penentuan nilai DO :

$$DO = \frac{V\ Na_2\ S_2O_3\ x\ N\ Na_2\ S_2O_3\ x\ BM\ O_2\ x\ 1000}{V\ sampel}$$

BM O_2 = 8

MODUL 5. TOTAL ORGANIC MATTER (TOM)

5.1 Tujuan

Menentukan angka permanganate sampel air secara permanganometri.

5.2 Teori

Bahan organik terlarut total atau Total Organik Matter (TOM) menggambarkan kandungan bahan organik total suatu perairan yang terdiri dari bahan organik terlarut, tersuspensi (*particulate*) dan koloid. Bahan organik merupakan bahan bersifat kompleks dan dinamis berasal dari sisa tanaman dan hewan yang terdapat di dalam tanah yang mengalami perombakan. Bahan ini terus-menerus mengalami perubahan bentuk karena dipengaruhi oleh faktor fisika, kimia dan biologi. Dekomposisi bahan organik di pengaruhi oleh beberapa faktor antara lain susunan residu, suhu, pH, dan ketersediaan zat hara dan oksigen.

Sebagian besar bahan buangan organik dapat diuraikan oleh organisme mikro yang berada di sekitar perairan. Tetapi beberapa komponen organik seperti lignin, selulosa dan batubara tidak dapat atau sulit diuraikan oleh organisme. Komponen-komponen yang sulit terurai tersebut akan menutupi daerah perairan dan memperdangkal perairan dan dapat juga mengakibatkan turunnya konsentrasi oksigen terlarut dalam air.

Adapun klasifikasi pencemaran bahan organik dalam perairan menurut, sebagai berikut:

a. Polusi bahan organik kelas I (sedikit). Pada dasar perairan tidak terbentuk endapan atau lapisan hitam dari Ferosulfida (FeS) warna substrat dasar coklat atau terang (liat atau kerikil) O_2 paling sedikit 8 ppm
b. Polusi bahan organik kelas II (sedang). Perairan berarus lambat, luas relatif sempit. Pada lapisan perairan kadang-kadang terdapat lapisan kehitam-hitaman, O_2 terlarut hampir 6 ppm
c. Polusi organik kelas III (kritis). Substrat pada lapisan perairan yang dalam berwarna hitam, kandungan oksigen rata-rata 4 ppm.
d. Polusi organik kelas IV (berat). Substrat lapisan perairan dasar dalam bentuk liat atau lumpur, hampir semua berwarna hitam, kandungan oksigen 2 ppm.

e. Polusi organik kelas V (sangat berat). Semua dasar perairan yang berhubungan dengan udara berwarna hitam legam, kandungan oksigen terlarut < 2 ppm dan biasanya mengandung racun.

Konsentrasi tertinggi bahan organik terlarut terdapat pada permukaan perairan dan terutama perairan dekat pantai (daerah dengan tingkat produktifitas tertinggi, terdapat aliran sungai dan mendapat masukan dari atmosfer). Konsentrasi bahan-bahan organik baik perairan dekat pantai maupun lepas pantai dapat juga berubah secara cepat yang dipengaruhi oleh ledakan alga, pemangsaan zooplankton, badai dam masukan air tawar.

Pemusnahan bahan-bahan organik secara alamiah pada umumnya lebih mudah dari pada bahan-bahan anorganik. Pemusnahan bahan-bahan organik tidak dapat dipisahkan dengan ada atau tidaknya oksigen dalam air itu sendiri. Didalam media dimana tersedia oksigen maka proses pembusukan secara alamiah dilakukan terlebih dahulu dengan bantuan organisme pembusuk aerobik. Sebaliknya pembusukan anaerobik baru dilakukan manakala oksigen tidak ada. Antara pembusukan aerobik dengan pembusukan anaerobik susah dibedakan tahapannya secara tegas karena kedua pembusukan ini saling mengisi tergantung pada tersedianya oksigen, jenis organisme maupun bahan bahan organik yang ada pada saat itu.

Prinsip titrasi permanganometri

Pada prinsipnya penetapan angka permanganat adalah berdasarkan reaksi oksidasi dan reduksi. Dalam rekasi ini, ion $MnO4^-$ bertindak sebagai oksidator. Ion $MNO4^-$ akan berubah menjadi ion Mn^{2+} dalam suasana asam.

Pada permanganometri, titran yang digunakan adalah kalium permanganate. Kalium permanganate mudah diperoleh dan tidak memerlukan indikator (autoindikator) kecuali dengan larutan yang sangat encer serta telah digunakan secara luas sebagai pereaksi oksidasi selama seratus tahun lebih. Setetes permanganate memberikan satu warna merah muda yang jelas kepada volume larutan dalam suatu titrasi. Warna ini digunakan untuk menunjukkan kelebihan pereaksi.

Kalium permanganate distandarisasi dengan menggunakan natrium oksalat atau sebagai arsen (III) oksida standar-standar primer. Reaksi yang terjadi pada proses pembakuan kalium permanganate menggunkan natrium oksalat adalah :

$$5C_2O_4^- + 2MnO_4^- + 16H^+ \longrightarrow 10CO_2 + 2Mn_2 + 8H_2O$$

Akhir titrasi ditandai dengan timbulnya warna merah muda yang disebabkan kelebihan permanganate.

Dalam titrasi redoks, permanganometri adalah proses titrasi dimana garam kalium permanganat ($KMnO_4$) digunakan sebagai zat standard karena kalium permanganat ($KMnO_4$) tidak murni, banyak mengandung oksidanya (MnO dan Mn_2O_3), maka zat tersebut bukan merupakan standard primer melainkan zat standard sekunder sehingga larutannya harus distandarisasi dengan zat standard primer. Standarisasi dapat dilakukan dengan beberapa reduktor seperti : As_2O_3, Fe, $Na_2C_2O_4$, $H_2C_2O_4$, KHC_2O_4, $K_4[Fe(CN)_6]$, $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$.

Reaksi reduksi ion permanganat (MnO_4^-) tergantung pada suasana larutan. Dalam suasana asam ion permanganat (MnO_4^-) yang berwarna ungu mengalami reduksi menjadi Mn^{2+} yang tidak berwarna menurut reaksi :

$$MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- \longrightarrow Mn^{2+} + 4H_2O$$

Dengan demikian, 1 ekivalen MnO_4^- = 1/5 mol, atau berat ekibvalen (BE) = 158/5 = 31,6. Dalam suasana asam ini dapat digunakan untuk menentukan secara langsung berbagai macam kation maupun anion, antara lain :

Kation/Anion	Hasil Oksidasi
Fe^{2+}, Sn^{2+}, VO^{2+}, H_2O_2	Fe^{3+}, Sn^{4+}, VO^{3-}, O_2
Mo^{3+}, As^{3+}, Ti^{3+}, U^{4+}	Mo^{3+}, As^{3+}, Ti^{3+}, U^{4+}
$C_2O_4^{2-}$, NO^{2-}, SO_3^{2-}	CO_2, NO_3, SO_4^{2-}

Sedangkan secara tidak langsung, melalui penambahan reduktor berlebih dapat digunakan untuk menentukan :

MnO_4^-, $Cr_2O_7^{2-}$, Ce^{4+}, MNO_2, Mn_3O_4, PbO_2, Pb_2O_3, dan Pb_3O_4

Dalam suasana netral dan basa, MnO_4^- mengalami reduksi menjadi endapan MnO2 yang berwarna hitam, menurut rekasi :

$MnO_4^- + 2\ H_2O + 3e^- \longrightarrow MnO_2 + 4OH^-$

Dalam reaksi tersebut, 1 ekivalen MnO_4^- = 1/3 mol, atau berat ekivalen (BE) = 158/3 = 52,7. Zat-zat yang dapat ditentukan secara permanganometro dalam suasana netral dan basa ini antara lain garam-garam Mn(II), asam format, dan garam format.

Pada proses titrasi permanganometri tidak perlu ditambahkan indicator untuk mengetahui terjadinya titik ekivalen, karena MnO_4^- yang berwarna ungu dapat berfungsi sebagai indicator sendiri (auto indicator)

5.3 Alat dan Bahan :

Alat :
- Labu Erlenmeyer 250 ml
- Gelas ukur 10 ml
- Buret coklat 50 ml
- Termometer 100°C
- Klem buret
- Botol semprot
- Pipet ukur 10 ml
- Heater

Bahan :
- H_2SO_4 4 N
- $H_2C_2O_4$ 0,1 N
- $KMnO_4$ 0,1 N

5.4 Cara Kerja :

1. Standarisasi larutan $KMnO_4$
   - Dibuat larutan asam oksalat 0,1 N sebanyak 100ml.
   - Ambil 10 ml $H_2C_2O_4$ 0,1 N masukkan ke dalam Erlenmeyer 300 ml dan tambahkan 10 ml H_2SO_4 4 N.
   - Panaskan campuran tersebut hingga 70°C.
   - Kemudian dititrasi kembali dengan larutan $KMnO_4$ sampai terjadi perubahan warna pink (merah jambu).
   - Lakukan duplo.

2. Menentukan angka permanganate sampel air.
   - 50 ml sampel air ditambah 10 ml H_2SO_4 4 N
   - Panaskan sampai tepat mendidih
   - Ditambahkan 5 ml $KMnO_4$ hasil standarisasi.
   - Kelebihan asam oksalat dititer kembali dengan $KMnO_4$ sampai warna rose.

5.5 Matriks Percobaan

Nama Sampel	**Volume sampel**	**N** $KMnO_4$	**Volume** $KMnO_4$

5.6 Perhitungan

$$= \frac{1000 \text{ X V } KMnO_4 \text{ X N } KMnO_4 \text{ X BE } KMnO_4}{\text{Ml sampel}}$$

= ppm zat organik sebagai $KMnO_4$

MODUL 6. THIN LAYER CHROMATOGRAPHY (TLC)

6.1 Tujuan Percobaan

- Menganalisa komponen-komponen yang terdapat dalam sampel dengan metoda kromatografi lapis tipis (TLC)
- Mengukur nilai Rf

6.2 Teori

Kromatografi adalah suatu teknik pemisahan zat terlarut oleh suatu proses migrasi diferensial dinamis dalam system yang terdiri dari dua fase atau lebih, salah satu diantaranya bergerak secara berkesianambungan dalam arah tertentu dan didalamnya zat-zat itu menunjukkan perbedaan mobilitas disebabkan adanya pembedaan dalam adsorpsi, partisi, kelarutan, tekanan uap, ukuran molekul, atau kerapatan muatan ion. Atau secara sederhana kromatografi biasanya juga di artikan sebagai teknik pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan perambatan komponen dalam medium menjadi tertentu. Kromatografi digunakan untuk memisahkan substansi campuran menjadi komponen-komponen. Seluruh bentuk kromatografi bekerja berdasarkan prinsip ini.

Kromatografi lapis tipis merupakan salah satu analisis kualitatif dari suatu sampel yang inin di deteksi dengan memisahkan komponen-komponen sampel berdasarkan perbedaan kepolaran. Kromatografi lapis tipis adalah metode pemisahan fisika-kimia dengan fase gerak dan fase diam yang diletakkan pada penyangga berupa plat gelas atau lapis yang cocok. Pemisahan terjadi selama perambatan kapiler lalu hasil pengembangan di deteksi. Zat yang memiliki kepolaran yang sama dengan fasa diam akan cenderung tertahan dan nilai Rf-nya paling kecil. Kromatografi lapis tipis digunakan untuk memisahkan komponen-komponen atas dasar perbedaan adsorpsi atau partisi oleh fasa diam dibawah gerakkan pelarut pengembang.

Prinsip kerja KLT

Pada kromatografi lapis tipis, eluen adalah fase gerak yang berperan penting pada proses elusi bagi larutan umpan untuk melewati fase diam (adsorbent). Interaksi antara adsorbent dengan eluen sangat menentukan terjadinya pemisahan komponen. Oleh sebab itu pemisahan komponen secara kromatografi dipengaruhi oleh laju alir eluent dan jumlah

umpan. Eluen dapat digolongkan menurut ukuran kekuatan teradsorpsinya pelarut atau campuran pelarut tersebut pada adsorben dan dalam hal ini yang banyak digunakan jenis adsorben alumina atau sebuah lapis tipis silica. Suatu pelarut yang bersifat larutan relative polar, dpat mengusir pelarut yang tidak polar dari ikatannya dengan alumina (gel silica). Semakin terbawa oleh fase gerak tersebut. Hal ini berdasarkan prinsip "*like dissolved like*".

Dalam teknik kromatografi terdapat dua fasa penting, yaitu :

1. Fasa diam (Statonary phase)

   Fasa diam adalah fasa yang tetap tinggal dalam system, berupa permukaan yang luas. Berfungsi untuk menahan komponen-komponen dengan cara adsorpsi pelarutnya. Contoh : gel silika, Gel silika adalah bentuk dari silicon dioksida (silica). Atom silikon dihubungkan oleh atom oksigen dalam struktur kovalen yang besar. Namun, pada permukaan gel silica, atom silicon berlekatan pada gugus –OH. Jadi, pada permukaan gel silica terdapat ikatan Si-O-H selain Si-O-Si. Permukaan gel silica sangat polar dan karenanya gugus –OH dapat membentuk ikatan hydrogen dengan senyawa-senyawa yang sesuai disekitarnya, sebagimana halnya gaya van der waals dan atraksi dipole-dipol.

2. Fasa gerak (mobile phase)

   Fasa gerak adala fasa yang mengalir lambat (perkolasi) menembus sepanjang stationer. Berfungsi untuk membawa komponen berupa gas atau cair.

Kecepatan gerak senyawa-senyawa ke atas pada lempengan tergantung pada :

1. Bagaimana kelarutan senyawa dalaam pelarut, hal ini bergantung pada bagaimana besar atraksi anatar molekul-molekul senyawa dengan pelarut.
2. Bagaimana senyawa melekat pada fase diam, misalnya gel silica. Hal ini tergantung pada bagaimana besar atraksi antara senyawa denga gel silica.

Pada identifikasi noda atau penampakan noda, jika noda sudah berwarna dapat langsung diperiksa dan ditentukan harga Rf. Rf merupakan nilai dari jarak relative pada

pelarut. Haraga Rf dihitung sebagai jarak yang ditempuh komponen dibagi dengan jarak tempuh oleh eluen (fase gerak).

$$\text{Rf} = \frac{\text{jarak yang ditempuh oleh komponen}}{\text{jarak yang ditempuh oleh pelarut}}$$

Rf menyatakan derajat retensi suatu komponen dalam fase diam. Karena itu Rf juga disebut faktor referensi. Harga Rf untuk senyawa-senyawa murni dapat dibandingkan dengan harga-harga standar.

Faktor – faktor yang mempengaruhi gerakan noda dalam kromatografi lapis tipis yang juga mempengaruhi harga Rf adalah :

a. Struktur kimia dari senyawa yang sedang dipisahkan
b. Sifat dari penyerap dan derajat aktifitasnya.

Ada dua cara untuk menyelesaikan analisis sampel yang tidak berwarna, yakni :

1. Menggunakan pendar flour

   Pada beberapa jenis fase diam ada sebuah lempeng lapis tipis memilki subtansi yang ditambhkan kedalamnya, agar menghasilkan pendar flour ketika diberikan sinar ultraviolet (UV). Jika kita menyinarkan dengan fase diam dengan sinar UV, akan berpendar. Pendaran ini ditutpi pada posisi dimana bercak pada kromatogram berada, meskipun bercak-bercak itu tidak tampak berwarna jika dilihat dengan mata. Ketika UV tetap disinarkan pada lempengan, kita harus menandai posisi-posisi dari bercak-bercak dengan menggunakan pensil dan melingkari daerah bercak-bercak itu.

2. Penunjukkan bercak secara kimia

   Dalam beberapa kasus, dimungkinkan untuk membuat bercak-bercak menjadi tampak dengan cara mereaksikannya dengan zat kimia sehingga menghasilkan produk yang berwarna, contohnya : Kromatogram yang dihasilkan dari campuran asam amino, dimana kromatogram dikeringkan dan disemprotkan larutan ninhidrin yang akan bereaksi dengan asam amino menghasilkan warna coklat dan ungu. Atau, dengan Kristal iodium dalam gelas kimia dengan tutupan gelas kaca arloji. Dima uap iodium akan bereaksi dengan bercak membentuk berca-bercak tampak kecoklatan.

6.3 Alat dan Bahan

Alat

1. Bejana Kromatografi
2. Pipa Kapiler
3. Plat KLT silikagel GF_{254}
4. Gelas Piala
5. Gelas Ukur

Bahan

1. Pelarut : alkohol 70 %
2. Fase gerak : Petroleum eter – aseton – propanol = 90 : 10 : 0,5
3. Sampel : ekstrak daun katuk, ekstrak tomat, ekstrak kunyit

6.4 Cara Kerja

1. Disiapkan larutan contoh : daun katuk, buah papaya/kulit tomat, kunyit masing-masing dihaluskan dan diekstrak dengan pelarut aseton.
2. Disiapkan fase gerak : Petroleum eter – aseton – propanol = 90 : 10 : 0,5
3. Disiapkan plat KLT Silikagel GF_{254}. Ukur plat sesuaikan dengan ukuran bejana kromatografi. Garis awal dan akhir tandai tipis dengan pensil ± 1 cm.
4. Dimasukkan fase gerak ke dalam bejana kromatografi. Bejana ditutup, biarkan bejana jenuh dengan fase gerak.
5. Diteteskan sampel pada setiap plat KLT dengan pipa kapiler. Perhatikan :
   - Diameter tetesan jangan terlalu lebar
   - Dapat dilakukan penentesan berulang 2-3 kali, dengan catatan setiap tetesan dibiarkan kering sebelum tetesan berikutnya.
6. Plat KLT masukkan dalam bejana yang telah jenuh dengan uap fase gerak, usahakan :
   - Tinggi garis awal 0,5 – 1,0 Cm diatas fase gerak
   - Bejana ditutup rapat
7. Biarkan fase gerak naik sampai batas yang telah ditentukan atau dapat juga sebelumnya, asalkan jarak yang ditempuh fase gerak diberi tanda.
8. Plat KLT diangkat dan dikeringkan di udara, Catat jarak pelarutnya.

9. Setelah kering, diamati setiap perubahan warna yang terjadi pada setiap plat KLT lalu ukur jarak warnanya dari batas yang sudah ditentukan
10. Hitung nilai Rf

6.5 Matriks Percobaan

NO	Sampel	Warna	Jarak Fase gerak	Jarak komponen/ bercak sampel	Rf

6.6 Perhitungan

$$\boldsymbol{Rf} = \frac{\text{jarak yang ditempuh oleh komponen}}{\text{jarak yang ditempuh oleh pelarut}}$$

MODUL 7. ANALISA VITAMIN C (ASAM ASKORBAT)

7.1 Tujuan

Untuk mengetahui kandungan vitamin c (asam askorbat) dari beberapa jenis makanan

7.2 Dasar Teori

Vitamin C atau asam L-askorbat, atau askorbat adalah nutrisi penting Bagi manusia dan hewan. Vitamin yang memiliki aktivitas vitamin C adalah asam askorbat dan garamnya, dan beberapa bentuk teroksidasi dari molekul seperti asam dehidroaskorbat. Askorbat dan asam askorbat keduanya secara alami terdapat dalam tubuh ketika salah satu dari asam ini bertemu dalam sel karena perubahan bentuk yang disebabkan oleh pH.

Asam Askorbat (Ascorbic Acid) merupakan salah satu senyawa pembentuk vitamin c yang berbentuk bubuk Kristal kuning keputihan yang larut dalam air dan memiliki sifat-sifat antioksidan. Asam askorbat (Vitamin C) mempunyai rumus kimia $C_6H_8O_6$ merupakan senyawa organik turunan heksosa. Adapun sifat fisik kimia senyawa ini antara lain :

Berwujud padat

Tidak berbau, dan

Berwarna putih

Berat molekul 176,12 gram/mol

Vitamin C dari alam biasa ditemukan pada buah-buahan ataupun sayuran. Contoh buah-buahan local yang diketahui kaya akan vitamin C adalah buah lemon local, jeruk nipis, jambu biji, apel malang, dan nanas (Almatsier, 2001).

Vitamin C merupakan vitamin yang sangat mudah rusak, sangat larut dalam air, mudah teroksidasi. Proses oksidasi di percepat oleh panas, simar, alkali, anzim, oksidator, katalis tembaga dan besi, oksidasi akan terlambat di makan buah-buahan kehilangan vitamin c lebih sedikit di bandingkan sayur-sayuran, karena keadaan lebih asam sehingga kecepatan oksidasinya berkurang. Kehilangan vitamin c akibat pemasakan pada buah-buahan hanya 10% sedangkan sayuran dapat mencapai lebih dari 10%.

Metode Analisis Vitamin C

Terdapat beberapa metode untuk mengetahui kadar vitamin C pada suatu bahan pangan. Diantaranya adalah metode titrasi, metode spektrofotometri, metode titrasi iodium dan

metode DPPH. Dari uraian-uraian di atas, maka ulasan artikel dilakukan untuk membahas metode-metode yang yang digunakan untuk menganalisis kadar vitamin C dalam suatu sampel.

a. Metode Titrasi

a.1 Iodium

Titrasi lain yang dapat dilakukan adalah titrasi Iodium. Metode ini juga paling banyak digunakan, karena murah, sederhana, dan tidak memerlukan peralatan laboratorium yang canggih. Titrasi ini memakai Iodium sebagai oksidator yang mengoksidasi vitamin C dan memakai amilum sebagai indikatornya. (Wijanarko, 2002).Metode titrasi iodometri langsung (iodimetri) mengacu kepada titrasi dengan suatu larutan iod standar. Metode titrasi iodometri tak langsung (iodometri) adalah berkenaan dengan titrasi dari iod yang dibebaskan dalam reaksi kimia (Bassett, 1994). Prosedur penetapan kadar vitamin C secara iodimetri: Sekitar 400 mg asam askorbat yang ditimbang seksama dilarutkan dalam campuran yang terdiri atas 100 mL air bebas oksigen dan 25 mL asam sulfat encer. Larutan dititrasi dengan iodium 0.1N menggunakan indikator kanji sampai terbentuk warna biru. Larutan standar yang digunakan dalam kebanyakan proses iodometri adalah natrium tiosulfat. Garam ini biasanya berbentuk sebagai pentahidrat $Na_2S_2O_3.5H_2O$. Larutan tidak boleh distandarisasi dengan penimbangan secara langsung, tetapi harus distandarisasi dengan standar primer. Larutan natrium thiosulfat tidak stabil untuk waktu yang lama (Day & Underwood, 1981) Tembaga murni dapat digunakan sebagai standar primer untuk natrium thiosulfat dan dianjurkan apabila thiosulfat harus digunakan untuk penentuan tembaga. (Day & Underwood, 1981).

Titrasi Iodium juga adalah salah satu metode analisis yang dapat digunakan dalam menghitung kadar Vitamin C. Dimana, suatu larutan vitamin C (asam askorbat) sebagai reduktor dioksidasi oleh Iodium, sesudah vitamin C dalam sampel habis teroksidasi, kelebihan Iodium akan segera terdeteksi oleh kelebihan amilum yang dalam suasana basa berwarna biru muda. Kadar vitamin C dapat diketahui dengan perhitungan 1ml 0,01 N larutan Iodium = 0,88 mg asam askorbat. Kekurangan dari metode ini yaitu ketidak akuratan nilai yangdiperoleh karena vitamin C dapat dipengaruhi oleh zat lain (Wijanarko, 2002).

b. Metode Spektrofotometri

Pada metode ini, larutan sampel (vitamin c) di letakan pada sebuah kuvet yang di sinari oleh cahaya UV dengan panjang grelombang yang sama dengan molekul pada vitamin c yaitu 269 nm. Cara menentukan kadar vitamin C adalah dengan menimbang 2 g sampel vitamin C yang telah dihaluskan. Larutkan sampel tersebut dalam 50 mL aquadest kemudian menanda batas larutan dalam labu takar 250mL. Setelah itu larutan diencerkan hingga 200 kali, kemudian absorbansi diukur pada panjang gelombang maksimum (David, 2015). Analisis menggunakan metode ini memiliki hasil yang akurat.

7.3 ALAT DAN BAHAN

Alat yang di gunakan :

1. Neraca
2. Kaca arloji
3. Labu ukur 100 mL
4. Piala gelas
5. Lumpang
6. Corong
7. Kertas saring
8. Erlenmeyer
9. Buret
10. Pipet Ukur

Bahan yang di gunakan :

1. Sampel vitamin C
2. Larutan iodine 0,01 N
3. KI
4. Indikator pati (kanji)
5. Air suling

7.4 CARA KERJA

1. Pembuatan Larutan Iod 0,01 N
   a. Disiapkan alat dan bahan yang di pakai
   b. Ditimbang dengan teliti 1,27 gram Iod (I_2)
   c. Ditimbang dengan teliti 2,00 gram KI
   d. Dimasukan ke dua bahan ke dalam labu takar dengan corong, ditambahkan air aquadest sedikit demi sedikit
   e. Dikocok kea rah samping, di impitkaan hingga tanda tera LU 100 ml (Larutan Iod 0,1 N)
   f. Dipipet 10 ml larutan Iod 0,1 N
   g. Dimasukan ke dalam labu ukur 100 ml
   h. Diencerkan dan di himpit hingga tanda tera, dan dihomogenkan
2. Uji Vitamin C
   a. Ditimbang 20 gram bahan makanan
   b. Dihancurkan/ di haluskan
   c. Ditambahkan air lalu di saring dengan kapas
   d. Diambil 200 ml filtratnya dan di masukan ke Erlenmeyer
   e. Ditambahkan 2 – 10 tetes indikator pati
   f. Dititar dengan iod 0,01 N sampai di peroleh TA (warna TA : Bitru yang stabil)

7.5 MATRIKS PERCOBAAN

Nama Sampel	Massa sampel	N I_2	Volume I_2

7.6 PERHITUNGAN

Kandungan vitamin c :

$$\%\ vit.c = \frac{\frac{1}{2}\ x\ Vp\ I^2 x\ N\ I_2 x\ Fp\ x\ Mr.Vit\ C}{Berat\ awal}\ x\ 100\ \%$$

MODUL 8. SPEKTROFOMETRI UV-VIS

8.1 Tujuan

1. Menentukan lamda maksimal (α maks) dari larutan cobalt nitrat dan kromium nitrat
2. Menentukan konsentrasi sampel dengan menggunakan kurva kalibrasi

8.2 Teori

Sesuai dengan namanya spektrofotometer UV-Vis merupakan gabungan antara spektrofotometri UV dan Visible. Pada spektrofotometer UV-Vis menggunakan dua buah sumber cahaya berbeda yakni sumber cahaya UV dan sumber cahaya visible. Spektrofotometri adalah ilmu yang mempelajari hubungan antara spektra cahaya dengan pengukuran secara kuantitatif dan kualitatif berdasarkan efek yang ditimbulkan oleh cahaya terhadap suatu zat.

Spektrofotometer sesuai dengan namanya adalah alat yang terdiri dari spectrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang di transmisikan atau yang di absorpsi.

Spektrofotometri merupakan pengukuran besarnya serapan energi cahaya oleh suatu sistem kimia sebagai fungsi panjang gelombang radiasi. Bila suatu berkas cahaya monokromatik dialirkan melalui suatu media yang transparan maka sebagian cahaya akan dipantulkan (*reflected*), diserap (*absorbed*), dan dipancarkan (*transmitted*).

Pembagian Spektra Elektromagnetik

Macam Cahaya	Λ	v (hz)
Sinar X	10^{-2} - 10^{2} Å	10^{20} - 10^{16}
Far UV	10 – 200 nm	10^{16} - 10^{15}
Near UV	200 – 400 nm	10^{15} – $7{,}5.10^{14}$
Sinar Tampak	400 – 750 nm	$7{,}5.10^{14}$ – 4.10^{14}
Near IR	0,75 – 2 µ	4.10^{14} – 6.10^{12}
Mid IR	2,5 – 10 µ	$1{,}2.10^{14}$ – 6.10^{12}
Farr IR	50 – 1000 µ	6.10^{12} - 10^{11}
Gelombang mikro	0,1 – 100 cm	10^{11} - 10^{8}
Gelombang radio	1 – 1000 m	10^{8} - 10^{5}

Pada Spektrum daerah sinar tampak, antara 400 sampai 750 nm terdiri dari spectrum warna (sinar panjang gelombang tertentu mempunyai warna tertentu. Sinar putih (sinar

tampak) terdiri dari berbagai panjang gelombang / berbagai warna. Suatu benda yang tampak berwarna bila benda tersebut dikenai cahay putih, maka benda tersebut meneruskan atau memantulakn sinar dengan warna tersebut ke mata. Sebagian λ (warna lainnya) diserap oleh benda tersebut.

Hubungan Antara Absorpsi Cahaya dan warna

Daerah (λ nm)	Warna yang diteruskan	Warna Komplementer
400 – 435	Ungu	Hijau Kekuning-kuningan
435 – 480	Biru	Kuning
480 – 490	Biru Kehijau-hijauan	Jingga
490 – 500	Hijau Kebirua-biruan	Merah
500 – 560	Hijau	Ungu Kemerah-merahan/purple
560 – 580	Hijau kekuningan	Ungu
580 – 595	Kuning	Biru
595 – 610	Jingga	Biru Kehijau-hijauan
610 – 750	Merah	Hijau kebiru-biruan

Warna yang terlihat adalah warna komplementer dari warna yang diserap

Cahaya yang diserap diukur sebagai absorbansi (A) sedangkan cahaya yang hamburkan diukur sebagai transmitansi (T), dinyatakan dengan hukum lambert-beer atau Hukum Beer, berbunyi: jumlah radiasi cahaya tampak (ultraviolet, inframerah dan sebagainya) yang diserap atau ditransmisikan oleh suatu larutan merupakan suatu fungsi eksponen dari konsentrasi zat dan tebal larutan.

Berdasarkan hukum Lambert-Beer, rumus yang digunakan untuk menghitung banyaknya cahaya yang hanburkan:

$$T = \frac{I_t}{I_0} \qquad \text{atau} \qquad \%T = \frac{I_t}{I_0} \times 100\%$$

dan absorbansi dinyatakan dengan rumus:

$$A = -\log T = -\log \frac{I_t}{I_0}$$

Bila sebagian cahaya monokromator melalui suatu media yang transparan maka bertambah turunnya intensitas cahaya yang dipancarkan sebanding dengan bertambahnya tebal dan kepekatan dari media.

$$A = e \cdot t \cdot C$$

Keterangan :

A = absorban

e = konstanta disebut absorptivitas

t = tebal larutan

C = konsentrasi larutan

Untuk sinar monokromatis nilai a bergantung pada :

1. Jenis zat molekul, ion) yang mengabsorpsi
2. λ sinar yang digunakan

Untuk suatu zat dan λ tertentu nilai a : tetap

Penyimpangan-penyimpangan dari Hukum Lambert Beer

1. Konsentrasi zat tinggi (.0,01 M) jarak antar partikel pengabsorpsi sinar bertambah kecil sehingga mengurangi kemampuan untuk mengabsorpsi sinar dengan λ tertentu yang menyebabkan penyimpangan dari Hukum Lambert beer sehingga hubungan A terhadap C tidak linier lagi.
2. Penyimpangan Kimiawi, Terjadi bila zat pengabsorpsi (penyerap) sinar mengalami asosiasi, disosiasi atau reaksi dengan pelarut atau pengkompleksan. Dalam larutan yang tidak di buffer. Contoh : $Cr_2O_7^{=} + H_2O \leftrightarrow 2HCrO_4^{-} + 2H^{+} + 2CrO_4^{2-}$

   Adanya beberapa jenis ion pengabsorpsi menyebabkan penyimpangan terhadap hokum Lambert Beer.
3. Penyimpangan sebab instrument : Fatiqeu effek (=lelah) dari detector = kelelahan detektor. Detektor adalah alat yang dapat merubah energi cahaya menjadi energi listrik. Energi cahaya sebanding dengan energi listrik yang dihasilkan, apabila alat sudah terlalu lama dipakai maka tidak aka nada hubungan yang sebanding antara energi cahaya dan energi listrik.

8.3 Alat dan bahan

Alat :

- Alat spektrofotometer UV-Vis
- Beaker glass
- Propipet
- Pipet
- Labu ukur 50 ml
- Corong
- Buret

Bahan:

- $CuSO_4$
- $CoCl_2$
- $K_2Cr_2O_7$

8.4 Cara Kerja Preparasi

a. Buatlah larutan CuSO4, $CoCl_2$, $K_2Cr_2O_7$ dengan konsentrasi 1 M sebanyak 100 ml dalam labu ukur 100 ml.
b. Dari larutan baku tersebut diencerkan dengan masing-masing konsentrasi 0,8 M; 0,6 M; 0,4 M; dan 0,2 M sebanyak 50 ml.
c. Standarisasilah spektrofotometer
d. Ukurlah Absorban masing-masing konsentrasi larutan tersebut dengan variasi panjang gelombang, dimulai dari 400 nm – 800 nm dengan interval 20 nm
e. Dari data yang diperoleh, dibuat spectrum absorban untuk larutan tersebut (Absorban Vs panjang gelombang)
f. Diukur absorbansi sampel. Diplotkan pada kurva kalibrasi untuk mengetahui konsentrasinya.

8.5 Cara Kerja Alat Spektrofotometer

1. Warming Up :
   - Nyalakan komputer
   - Tekan tombol ON/OFF pada sisi kiri alat Spektrofotometer
   - Pada monitor Spektrofotometer akan muncul Instalizion : tunggu hingga ☆ passed semua.
2. Koneksi Alat Spektrofotometer dengan Komputer :
   - Klik tombol F4 pada alat spektrofotometer
   - Pada komputer klik icon software UVPROB
   - Klik Connect pada bagian bawah
3. Untuk Menentukan λmaks (Lamda Maksimal) :
   - Klik Spectrum di bagian atas kanan
   - Klik Method (Lambang M), atur panjang gelombang dari 900 s/d 190 nm
   - Klik auto sampel interval, tulis nama file, klik OK
   - Klik Single untuk menyimpan save as, tulis nama.
   - Masukkan blanko (aquadest) pada dua kuvet (doublebeam)
   - Klik Baselind sampai semua perintah ready.
   - Ganti kuvet bagian depan dengan sampel konsentrsi paling tinggi, lalu klik START

     (Jika tidak terbentuk grafik ubah skala pada sumbu Y dan X sesuai dengan kebutuhan dan untuk menampilkan panjang gelombang maksimal klik Peak Pick (gambar 2 gunung).
   - Catat panjang gelombang maksimal (Wavelenght)
4. Untuk Membuat kurva kalibrasi dan analisa kuantitatif sampel :
   - Klik Menu Fotometrik (gambar labu ukur)
   - Klik Method (Lambang M), masukkan panjang gelombang maksimal (Wavelenght) yang didapat, klik OK.

- Klik Add next,
- Klik Unit, masukkan konsentrasi yang digunakan.
- Parameter tidak perlu diganti, klik NEXT hingga Finish, klik Close.
- Masukkan blanko (aquadest) pada kedua kuvet, klik autozero.
- Isi tabel sampel ID dan konsentrasi masing-masing.
- Isi kuvet dengan larutan standard mulai dari konsentrasi paling kecil
- Klik read standard INK, tunggu hingga data muncul.
- Ganti dengan larutan standard konsentrasi makin pekat.

  (Untuk menampilkan rumus equation & Regresi Linearitas, letakkan kursor pada kurva standard dan klik kanan, pilih properties lalu pilih equation & Koefisien) pilih Close.
- Untuk analisa sampel, isi tabel pada sampel ID (tulis nama sampel)
- Masukkan sampel pada kuvet paling depan
- Klik Read LINK, tunggu hingga data muncul.

5. Untuk mematikan Instrument

- Klik Disconnect
- Klik close
- Klik return
- Klik Mode
- Kuvet harus langsung dibersihkan
- Matikan alat spektrofotometer dan computer

DAFTAR PUSTAKA

A.I Vogel “A Text Book of quantitative Inorganic Analysis”, Including Elementary Instrumental Analysys, Third Edition, Longmans 1961.

A. Skoog, Daouglas. *Et al*. “ Analytical chemistry An Introduction”, Sixth edition, Sounder College Publishing. Florida : 1965

Day and Underwood “ Quantitative Analysis”, Fourth edition Prentice-Hall of India, New Delhi 1981.

Hamilton, Simpson and Ellis, “Calculation of Analytical Chemistry”, sevent edition, Mc Graw Hill Book Company, New York 1969.

Institut
Teknologi
Indonesia

LABORATORIUM
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA

iti.ac.id // tekkim.iti.ac.id

Laboratorium Teknologi Lingkungan
Gedung A.