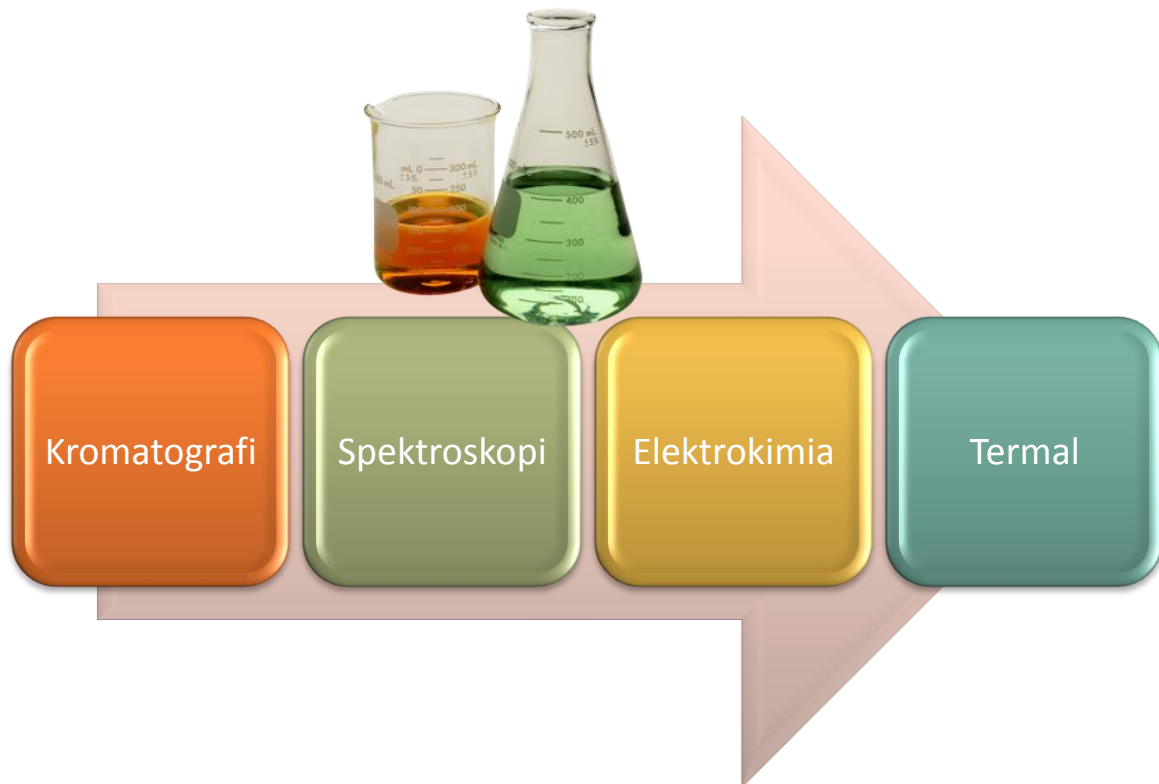


PRAKTIKUM METODA PENGUKURAN DENGAN INSTRUMENT



**LABORATORIUM KIMIA ANALITIK
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA**

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmannirrahim. Rasa syukur yang dalam kami sampaikan ke hadirat Tuhan Yang Maha Pemurah, kami sajikan petunjuk praktikum untuk mata kuliah metoda pengukuran dengan instrumen (MPI). Materi praktikum ini disusun berdasarkan materi-materi yang sudah pernah ada sebelum dalam mata kuliah kimia analitik, namun dilakukan penyesuaian materi materi sesuai dengan kemampuan laboratorium yang terus meningkat. Peningkatan ini diakibatkan dengan semakin lengkapnya peralatan-peralatan yang ada di jurusan kimia. Dengan semangat para pengajar di bidang kimia analitik yang ingin peralatan peralatan yang tersedia bisa dimanfaatkan untuk menambah skill mahasiswa, maka dari waktu ke waktu terjadi perbaikan mengenai materi praktikum yang diberikan.

Mata kuliah MPI yang merupakan hasil penyesuaian kurikulum terbaru (2009) memasukkan 4 golongan penting analisis dalam satu matakuliah, yaitu analisis spektroskopi, kromatografi, elektrokimia dan termal. Pada dasarnya jurusan kimia memiliki peralatan yang cukup untuk mencakup 4 golongan analisis tersebut, akan tetapi ada peralatan (analisis thermal) yang masih dalam tahap perbaikan sehingga masih belum bisa digunakan untuk percobaan. Walaupun begitu untuk waktu yang akan datang kami masih sangat berharap bahwa peralatan peralatan tersebut bisa digunakan untuk menambah skill mahasiswa.

Dalam masa transisi kurikulum ini tentunya kami merasa masih banyak kekurangan materi disana sini yang harus dilengkapi. Penyesuaian-penyeseuaian yang diperlukan sewaktu waktu akan dilakukan bila memang materi yang diperlukan telah siap. Namun terlepas dari itu semua, kami mengucapkan terimakasih kepada berbagai pihak yang telah memberikan bantuan dan saran-saran yang sangat bermanfaat. Dan kami ucapkan “selamat menggunakan“ kepada para praktikan, semoga bisa mengambil manfaat yang sebesar besarnya.

Surabaya 13-09-200

Penulis

DAFTAR ISI

1. Analisis spektroskopi UV-VIS “Penentuan konsentrasi KMnO_4 ”
2. Analisis spektroskopi UV-VIS “Analisis dua komponen secara simultan”
3. Analisis spektroskopi UV-VIS “Titrasi spektrofotometri tembaga dengan EDTA”
4. Analisis spektroskopi UV-VIS “Penentuan pKa suatu indikator”
5. Analisis spektroskopi Infra merah “Analisa vanilin”
6. Gas kromatografi “analisa campuran”
7. Analisis voltametri ferisianida
8. Kromatografi lapis tipis
9. Analisa natrium dalam snack chips dengan menggunakan metoda flame fotometri

TATA TERTIB

1. Presensi
 - a. Mahasiswa diwajibkan datang tepat pada waktu yang telah ditentukan.
 - b. Isi daftar hadir sebelum praktikum
 - c. Keterlambatan 15 menit tanpa alasan yang dibenarkan, maka dianggap absen dan dilarang mengikuti praktikum

2. Pelaksanaan praktikum
 - a. Praktikan diwajibkan mengumpulkan jurnal praktikum/rancangan laporan sebelum praktikum dimulai. Format dari jurnal praktikum/rancangan laporan sesuai yang diberikan oleh asisten.
 - b. Praktikan wajib memakai jas laboratorium selama berada diruang laboratorium.
 - c. Mahasiswa diwajibkan menjaga kebersihan laboratorium.

3. Pengamatan praktikum
 - a. Semua pengamatan harus dicatat pada kertas laporan
 - b. Pengamatan yang telah di catat harus disahkan oleh asisten

4. Laporan praktikum
 - a. Praktikan yang telah melakukan percobaan diharuskan membuat laporan praktikum yang harus diserahkan pada hari itu juga.
 - b. Susunan laporan praktikum adalah sebagai berikut
 1. Judul percobaan
 2. Tujuan percobaan
 3. Prinsip percobaan
 4. Data percobaan
 5. Pembahasan dan perhitungan
 6. Kesimpulan
 7. Pustaka

Surabaya 13-09-2009

PERCOBAAN 1

ANALISIS SPECTROSKOPI UV-VIS

"PENENTUAN KONSENTRASI $KMnO_4$ "

1. TUJUAN

Penentuan panjang gelombang maksimum, membuat kurva standar kalibrasi, menentukan konsentrasi cuplikan yang tidak diketahui

2. PENDAHULUAN

Suatu larutan berwarna dapat menyerap sinar pada panjang gelombang tampak. Intensitas yang diserap mempunyai hubungan tertentu dengan konsentrasi. Jika intensitas sinar pada cuplikan yang tidak diketahui konsentrasinya dibandingkan dengan suatu larutan standar, maka konsentrasi larutan cuplikan itu dapat diketahui. Larutan yang akan ditentukan konsentrasinya harus diperlakukan sama dengan larutan standar. Hubungan antara intensitas yang diserap dengan konsentrasi ditunjukkan oleh hukum Lambert Beer.

Hukum Lambert – Beer

Jika sinar intensitas I_0 melewati larutan cuplikan dengan ketebalan b cm dengan konsentrasi c mol/L, dan setelah melewati cuplikan menjadi I , maka berlaku persamaan berikut

$$\log \frac{I_0}{I} = \epsilon bc \quad \dots\dots\dots(1)$$

Dengan ϵ adalah absorptivitas molar. Jika c dinyatakan dengan g/L maka ϵ menjadi absorptivitas yang dilambangkan dengan a . nilai $\log I_0/I$ diberi lambang khusus yaitu A (absorbansi). Sehingga apabila disusun ulang kembali (dengan menjadikan satu semua konstanta) diperoleh

$$A = kc \quad \dots\dots\dots(2)$$

Panjang gelombang maksimum

Baik sinar polikromatis maupun monokromatis bila dilewatkan ke suatu larutan maka intensitasnya akan berkurang. Berkurangnya intensitas sinar terjadi akibat serapan larutan tersebut, sebagian dipantulkan dan dihamburkan. Untuk mendapatkan selektivitas dan sensitivitas yang baik umumnya dipakai sinar monokromatis, dan dipilih panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum (panjang gelombang maksimum). Terkadang sebuah larutan memiliki lebih dari satu panjang gelombang maksimum, untuk itu perlu dilakukan pemilihan panjang gelombang yang sesuai baik berdasarkan

sensitivitasnya maupun berdasarkan daerah serapan senyawa pengganggu yang ada dilarutan tersebut.

3. ALAT DAN BAHAN

ALAT :

Spektrofotometer
Labu ukur
Pipet ukur 10 ml

BAHAN :

KMnO₄
Aquadest

4. PROSEDUR

A. Pembuatan larutan

1. Larutan induk untuk membuat larutan dibawah ini.
2. Buat larutan KMnO₄ $2 \cdot 10^{-5}$ M
2. Buat larutan KMnO₄ $4 \cdot 10^{-5}$ M
3. Buat larutan KMnO₄ $6 \cdot 10^{-5}$ M
4. Buat larutan KMnO₄ $8 \cdot 10^{-5}$ M
5. Buat larutan KMnO₄ $10 \cdot 10^{-5}$ M
6. Siapkan larutan blanko yang hanya berisi pelarut saja.
7. Larutan cuplikan (dari asisten)

B. Pencarian panjang gelombang maksimum

1. Hidupkan alat spektrofotometer, dan biarkan selama 15 menit untuk pemanasan lampu.
2. Atur panjang gelombang sesuai yang diinginkan (400 nm – 700 nm)
3. Atur knop kiri sampai 0%T
4. Masukkan kuvet berisi air (blanko) ke dalam holder
5. Atur %T sampai 100 menggunakan knop sebelah kanan
6. Masukkan larutan KMnO₄ $8 \cdot 10^{-5}$ M kedalam kuvet sampai tanda batas
7. Ukur absorbansinya (A) dari larutan tersebut. Dan ulangi lagi pengukuran mulai dari langkah 2 menggunakan panjang gelombang 400 -700 nm dengan interval 5 nm
8. Buat kurva antara panjang gelombang terhadap absorbansi

C. Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran cuplikan yang tidak diketahui

1. Set panjang gelombang alat sesuai dengan panjang gelombang maksimum yang anda peroleh pada tahap B

2. Sebagaimana pada langkah B, ukur pula larutan KMnO_4 $2 \cdot 10^{-5}$ M, $4 \cdot 10^{-5}$ M, $6 \cdot 10^{-5}$ M, $8 \cdot 10^{-5}$ M, $10 \cdot 10^{-5}$ M dan cuplikan yang tidak diketahui konsentrasinya (lihat langkah 2 sampai 7 pada bagian B)
3. Buat kurva kalibrasi antara absorbansi terhadap konsentrasi larutan KMnO_4 .
4. Buat persamaan garis liniernya.
5. Tentukan konsentrasi cuplikan dengan memasukkan nilai absorbansi yang diperoleh ke dalam persamaan yang diperoleh.

PERCOBAAN 2

ANALISIS SPECTROSKOPI UV-VIS

"ANALISIS DUA KOMPONEN SECARA SIMULTAN"

1. TUJUAN

Menentukan konsentrasi Kobalt (Co) dan Krom (Cr) secara simultan

2. PENDAHULUAN

Bercampurnya dua zat berwarna, mengakibatkan terjadinya percampuran pula spektra UV Vis yang diperoleh dari masing masing spektra tunggalnya. Bila kedua zat berwarna yang bercampur tersebut memiliki spektra yang tidak saling tumpang tindih maka, analisis yang dilakukan dapat dilakukan sebagaimana analisis dalam zat tunggal. Namun bila spektra yang dihasilkan oleh kedua zat tersebut saling tumpang tindih maka, analisis masing masing komponen menjadi tidak sesederhana pada zat tunggal.

Secara umum hubungan antara absorbans (A) dan konsentrasi (c) mengikuti hukum Lambert – Beer sebagai berikut

$$A = \epsilon bc \quad \dots\dots\dots(3)$$

Dengan menggunakan kuve yang sama/identik untuk setiap cuplikan yang dianalisa maka faktor b menjadi tetap, sehingga ϵ dan b dapat disatukan menjadi tetapan k. Sehingga persamaan ini sekarang menjadi

$$A = kc \quad \dots\dots\dots(4)$$

Bila suatu larutan yang memiliki n komponen, dimana masing masing komponen spektranya saling tumpah tindih dan bersifat aditif maka secara umum absorbans total larutan pada panjang gelombang tertentu adalah jumlah absorbans dari masing masing komponen yang ada, yang secara matematika dapat dirumuskan sebagai berikut :

$$A_i = \sum k_{ij}C_j \quad \dots\dots\dots(5)$$

j menyatakan komponen komponen, i adalah panjang gelombang yang ke i (i = 1,2 dan seterusnya sesuai komponen yang akan dianalisa. Bila digunakan untuk menganalisis dua campuran maka,

$$A_1 = k_{11}C_1 + k_{12}C_2 \quad (\text{untuk komponen lebih banyak} + k_{13}C_3 + \dots\dots\dots \text{dst})$$

$$A_2 = k_{21}C_1 + k_{22}C_2$$

A_1 absorbansi pada panjang gelombang 1 (diambil pada panjang gelombang maksimum komponen 1), A_2 absorbansi pada panjang gelombang 2 (diambil pada panjang

gelombang maksimum komponen 2). Nilai k masing masing komponen ditentukan menggunakan zat tunggalnya

3. BAHAN DAN ALAT

ALAT :

Spektrofotometer
Labu ukur 25 ml
Pipet ukur 10 ml

BAHAN :

Cr_2O_3 (Cr^{3+})
 CoCl_2 (Co^{2+})

4. PROSEDUR

A. Sifat aditif dari absorbansi untuk campuran larutan Cr(III) dan Co(II)

1. Buat larutan Cr(III) 0,025
2. Buat larutan Co(II) 0,100
3. Pipet 10 ml larutan Cr(III) 0,05 M dan 10 ml Co(II) 0,200
4. Ukur absorbansi/%transmitan ketiga larutan diatas pada panjang gelombang 400-700 nm dengan interval 5 nm
5. Buatlah grafik antara absorbans terhadap panjang gelombang pengukuran

B. Penentuan nilai k dari larutan Cr (III) dan Co(II)

1. Siapkan larutan
Cr(III) : 0,01 M, 0,02 M, 0,03 M, 0,04 M, 0,05 M
Co(II) : 0,02 M, 0,04 M, 0,06 M, 0,08 M, 0,10 M
2. Ukurlah masing masing absorbans pada λ_{Cr} dan λ_{Co} (kedua λ ini diperoleh λ maksimum pada percobaan A)
3. Hitung nilai k pada masing masing panjang gelombang tersebut.
4. Tuliskan 2 persamaan yang mewakili absorbansi pada λ_{Cr} dan λ_{Co}

C. Analisa cuplikan campuran

Ukur absorbansi larutan campuran yang diberikan pada λ_{Cr} dan λ_{Co} , dan hitunglah konsentrasi Cr(III) dan Co(II) yang terdapat pada campuran uji.

PERCOBAAN 3

ANALISIS SPECTROSKOPI UV-VIS

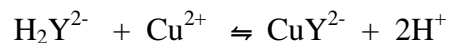
"TITRASI SPEKTROFOTOMETRI TEMBAGA DENGAN EDTA"

1. TUJUAN

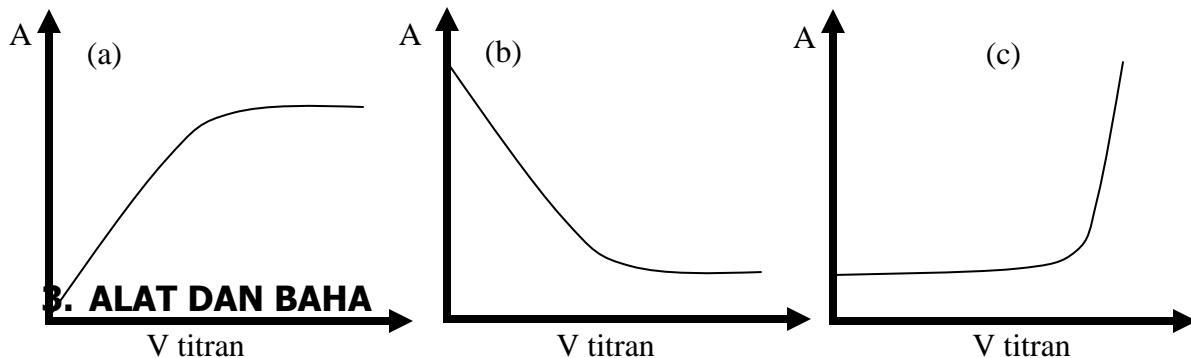
Menentukan konsentrasi tembaga dengan titrasi EDTA secara spektrofotometri.

2. PENDAHULUAN

Titration klasik, titik akhir dari titration dilihat dengan menggunakan bantuan perubahan warna indikator. Peran indikator sebagai alat bantu dapat digantikan dengan spektrofotometri untuk penentuan titik akhirnya. Absorbansi dari larutan yang dititrasi, diukur pada setiap penambahan titran sampai pada titik akhirnya. Plot absorbansi terhadap mL titran akan menghasilkan kurva titration. Titik potong dari dua garis yang dibuat disekitar titik akhir akan menunjukkan nilai mL titik akhir dari titration tersebut. Reaksi yang terjadi pada percobaan ini adalah



Titration dilakukan pada panjang gelombang maksimum salah satu spesi yang ada pada reaksi diatas (pada kasus ini gunakan panjang gelombang disekitar 625 nm). Bentuk kurva titration maka tergantung kepada pada panjang gelombang pengamatan tersebut, spesi yang diamati berkurang ataukah bertambah . Kalau bertambah (a)maka kurva yang diperoleh akan naik seiring dengan titration, kemudian bila spesi tersebut sudah tidak berubah maka akan terbentuk garis datar. Namun bila spesi yang diamati berkurang (b) dengan dengan jatuh titran, maka kurva akan berbentuk garis menurun kemudian datar setelah spesi tersebut habis. Ada satu lagi kemungkinan, yaitu spesi yang diamati tidak pernah ada selama awal perjalanan titration (c), namun spesi tersebut akan ada bila senyawa yang dititrasi telah habis, bila ini yang terjadi maka grafik nya akan datar terlebih dahulu, setelah titik akhir kurva akan naik seiring naiknya konsentrasi spesi yang diamati. Contoh kurva dapat dilihat dibawah ini



B. ALAT DAN BAHAN

1. Spectronik 20D

2. Buffer asetat (4,1 gram asetat anhidrat dimasukkan dalam labu 50 ml, dilarutkan dan diencerkan dengan air sampai tanda batas. Tambah HCl 1 M, sampai pH 2,2:
3. EDTA 0,2 M
4. Larutan Cu^{2+} 0,2 M
5. Larutan tembaga X M

4. PROSEDUR

1. Nyalakan spektrofotometer, dan biarkan 15 menit
2. Masukkan 35 mL air, 20 mL buffer asetat dan 25 larutan tembaga. Atur pH pada 2,4 – 2,8
3. Isi buret dengan larutan 0,2 M EDTA
4. Atur panjang gelombang pengukuran spektrofotometer pada 625 nm.
5. Atur 0% T (tanpa ada apapun dalam tempat kuvet), dan 100% T (blanko, air dan buffer asetat saja)
6. Titrasi larutan no 2 dengan 0,2 M EDTA (dengan x ml titran) dari buret, kocok selama 2 menit dan baca absorbansi.
7. Ulangi lagi langkah 6 dengan titrasi x ml titran, lanjutkan terus sampai titik akhir titrasi
8. Plot absorban terhadap volume EDTA. Tentukan titik akhirnya. Hitung molaritas dari larutan tembaga.

PERCOBAAN 4

ANALISIS SPECTROSKOPI UV-VIS

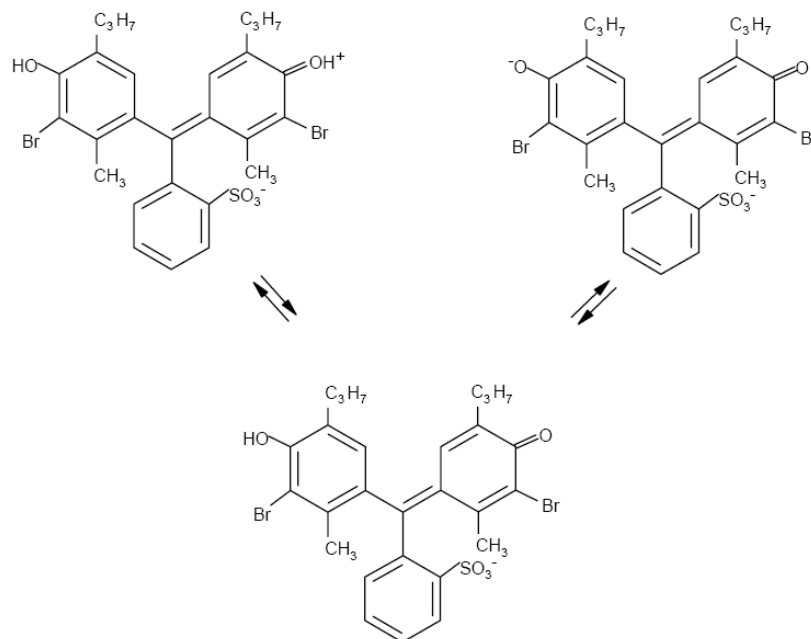
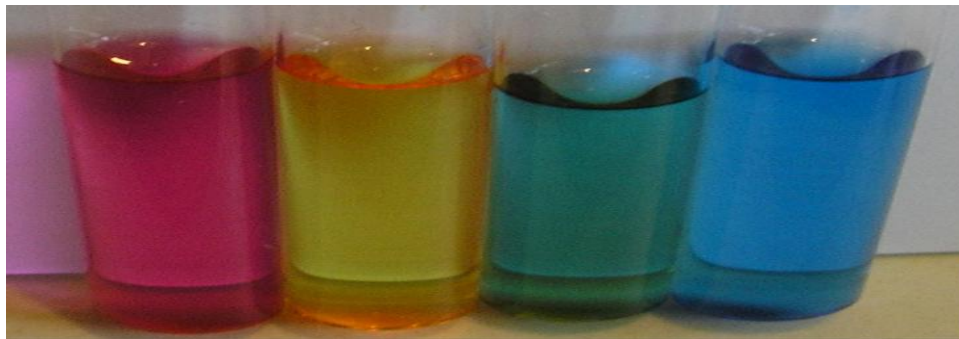
"PENENTUAN pKa SUATU INDIKATOR"

1. TUJUAN

Penentuan pKa suatu indikator asam basa dengan menggunakan spektrofotometer

2. PENDAHULUAN

Bromotimol biru (3',4'-dibromotimolsulfonftalin) adalah salah satu dari indikator asam basa yang termasuk dalam kelompok "sulfonftalin". Bentuk indikator yang mungkin serta warnanya adalah sebagai berikut



Terlihat dalam struktur, bahwa BTB akan memiliki 2 pKa yaitu ketika merah berubah menjadi kuning dan kuning berubah menjadi biru. Keseimbangan antara bentuk asam

HIn⁻ yang berwarna kuning dan bentuk asam In²⁻ yang berwarna biru dapat dinyatakan dengan persamaan berikut :



Sehingga tetapan disosiasi asamnya adalah

$$K_a = \frac{[\text{H}^+][\text{In}^{2-}]}{[\text{HIn}^-]} \dots\dots\dots(2)$$

Dimana a adalah aktivitas. Bila di uban menjadi logaritmat maka persamaan (2) menjadi :

$$\text{pH} = \text{pKa} + \log \frac{[\text{In}^{2-}]}{[\text{HIn}^-]} \dots\dots\dots(3)$$

Dari persamaan ini terlihat bahwa bila kita membuat grafik antara pH terhadap $\log \frac{[\text{In}^{2-}]}{[\text{HIn}^-]}$ akan diperoleh garis lurus dengan intersep pKa. Pada percobaan ini pH dari bromotimo biru bisa diatur dan nilai $\log \frac{[\text{In}^{2-}]}{[\text{HIn}^-]}$ dapat diamati menggunakan spektrofotometer.

3. ALAT DAN BAHAN

ALAT

1. Spektrofotometer
2. Kuvet
3. Pipet 1 ml, 5 ml, dan 10 ml
4. Labu ukur 25 ml (4 buah)
5. Beaker gelas 100 ml (3 buah)

BAHAN

1. BTB 0,1% dalam etanol
2. Na₂HPO₄ 0,010 M
3. HCl pekat
4. NaOH 4 M

4. PROSEDUR

A. Tentukan tiga spektra absorpsi bromotimol biru pada pH 1, 7 dan 13

1. Pada pH 1

Pipet 1 ml larutan BTB dan masukkan ke dalam labu ukur 25 ml. Tambahkan beberapa ml air suling, 4 tetes HCl pekat dan encerkan dengan air suling sampai tanda batas. Kocok larutan hingga homogeny. Ukur %T pada panjang gelombang 365 -575 nm dengan interval 20 nm. Pada daerah titik belok, turunkan panjang

gelombang pengamatan dengan interval 10 nm. Buat kurva absorbansi terhadap $\lambda(\text{nm})$ dan amati warna larutan.

2. Pada pH 7
Pipet 1 ml larutan BTB ke dalam labu ukur 25 ml, tambahkan 5 ml Na_2HPO_4 0,1 M dan 5 ml KH_2PO_4 0,1 M dengan menggunakan pipet. Encerkan sampai tanda batas, kemudian tentukan spektrumnya seperti di atas
3. Pada pH 13
Pipet 1 ml larutan BTB ke dalam labu ukur 25 ml, tambahkan 12 tetes NaOH 4 M. Encerkan sampai tanda batas, kemudian tentukan spektrumnya. Ketiga kurva akan berpotongan pada satu titik yang sama (titik isobestik)

B. Absorbansi dari larutan –larutan yang berbeda pada pH, pada panjang gelombang tertentu.

Pada grafik yang telah dibuat, tentukan dua panjang gelombang yang akan digunakan untuk penentuan absorbansi selanjutnya. Pilihlah panjang gelombang dimana bentuk asam dan basa dari indikator menunjukkan perbedaan absorbansi maksimum. Pengukuran terhadap larutan dengan 7 macam pH.

No	Volume Indikator ml	Volume H_2PO_4^- ml	Volume HPO_4^{2-} ml	pH
1	1,0	5,0	0,0	4,5
2	1,0	5,0	1,0	6,2
3	1,0	10,0	5,0	?
4	1,0	5,0	10,0	?
5	1,0	1,0	5,0	?
6	1,0	5,0	10,0	?
7	1,0	0	5,0	?

1. Pipet dengan jumlah seperti pada tabel di atas untuk setiap pH yang tertentu ke dalam 25 ml labu ukur dan larutkan sampai tanda batas.
2. Tentukan absorbansi untuk setiap larutan pada kedua panjang gelombang yang ditentukan
3. Buatlah harga absorbansi terhadap pH untuk masing masing harga pada kedua panjang gelombang.
4. Tentukan bentuk asam dan basa dari indikator BTB
5. Tentukan perbandingan $\text{In}^{2+}/\text{HIn}^-$ yang sesuai dari salah satu kurva di atas dan gambarkan grafik $\log \text{In}^{2+}/\text{HIn}^-$ terhadap pH
6. Tentukan harga pKa

PERCOBAAN 5

ANALISIS SPECTROSKOPI INFRA MERAH

"ANALISA VANILIN"

1. TUJUAN

Menentukan struktur vanilin dengan menggunakan FTIR

2. PENDAHULUAN

Spektroskopi IR merupakan jenis spektroskopi vibrasi. Spektroskopi ini mengukur serapan cahaya mengakibatkan vibrasi molekular, baik ulur maupun tekuk. Energi IR bersesuaian dengan energi ikat ulur hampir pada semua molekul. Spektra IR memberikan informasi mengenai gugus fungsi yang ada dalam molekul. Oleh karena itu, spektroskopi IR biasanya digunakan untuk mengidentifikasi senyawa-senyawa yang tidak dikenal. Dibandingkan spektra UV-Vis, spektra IR memiliki puncak-puncak yang lebih banyak dan lebih sempit, sehingga diperoleh informasi yang lebih spesifik. Spektroskopi IR ini memungkinkan pengumpulan data pada padatan, cairan maupun gas.

3. ALAT DAN BAHAN

Spektroskopi FTIR

Vanilin

KBr

Oven

4. PROSEDUR

1. Oven KBr sampai kering
2. Nyalakan alat FTIR
3. Jalankan program FTIR
4. Masukkan parameter-parameter yang diperlukan
5. Scan background untuk menghilangkan gangguan latar.
5. Ambil KBr yang telah kering masukkan ke dalam cawan agat secukupnya
6. Ambil sampel yang akan di analisis secukupnya tambahkan ke cawan agat
7. Gerus sampai halus
8. Masukkan ke dalam sampel holder
9. Start spektrofotometer FTIR
10. Analisa spektra yang diperoleh.

PERCOBAAN 6

GAS KROMATOGRAFI "ANALISA CAMPURAN"

1. TUJUAN

Memisahkan metanol, etanol dan aseton menggunakan kromatografi gas.

2. PENDAHULUAN

3. ALAT DAN BAHAN

1. Gas Kromatografi
2. Metanol
3. Etanol
4. Aseton
5. Cuplikan

4. PROSEDUR

1. Siapkan GC sesuai dengan prosedur yang di berikan oleh asisten pendamping (jangan bekerja sendiri !) Set seluruh parameter sesuai petunjuk
2. Injeksikan dengan syringe 1 μ L metanol
3. Injeksikan dengan syringe 1 μ L etanol
4. Injeksikan dengan syringe 1 μ L Aseton
5. Injeksikan dengan syringe 1 μ L cuplikan
6. Hitung konsentrasi metanol, etanol dan aseton dalam cuplikan yang diberikan oleh asisten

PERCOBAAN 7

ANALISIS VOLTAMETRI FERISIANIDA

1. TUJUAN

Pengenalan teknik voltametri dengan menganalisis ferrisianida.

2. PENDAHULUAN

Voltametri siklik merupakan teknik elektroanalitik yang sangat berguna untuk mempelajari spesies kimia, yang banyak diaplikasikan di industri dan laboratorium riset akademik. Pada percobaan ini didesain untuk memperkenalkan teknik voltametri siklik ini. Contoh pasangan reversibel redoks yang dipake adalah $\text{Fe}^{\text{III}}(\text{CN})_6^{3-}/\text{Fe}^{\text{II}}(\text{CN})_6^{4-}$. Percobaan yang dilakukan meliputi penentuan potensial redoks (E°), jumlah elektron tranfer dalam proses redoks (n), koefisien difusi (D), reversibilitas elektrokimia, pengaruh berbebagai konsentrasi (C), dan pengaruh scan rate (ν)

3. ALAT DAN BAHAN

ALAT

1. Potensiostat/Galvanostat
2. Elektroda reference Ag/AgCl
3. Elektroda platina (elektroda kerja)
4. Elektroda platina (elektroda counter)

BAHAN

1. Siapkan 100 mL larutan stok 10 mM $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ dalam 1 M KNO_3 .
2. Siapkan larutan 2, 4, 6 dan 8 mM $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ dalam 1 M KNO_3 sebanyak 25 ml dari larutan stok yang telah dibuat.
3. Larutan cuplikan $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ yang akan dianalisis

Catatan. Larutan harus selalu di aduk sebelum analisis, namun tidak boleh diaduk selama analisis. Perhatikan dengan benar mana kabel elektroda kerja, elektroda reference dan elektoda counter

4. PROSEDUR

A. MENJALANKAN VOLTAMETRI SIKLIK

1. Masukkan larutan $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 2 mM kedalam sel, dan sambungkan semua elektroda
2. Buka software pada potentiostat. Pilih mode Cyclic Voltametri, dan setelah dipilih klik OK
3. Atur parameter (sesuai petunjuk asisten)

B. PENGARUH SCAN RATE

1. Lakukan pengukuran pada scan rate 20, 30, 40,50, 100, 150 dan 200 mV/s (ubah scan rate di bagian pengaturan parameter)
2. Simpan semua hasilnya untuk dianalisis kemudian.
3. Gunakan software apapun untuk menempatkan hasil pengukuran pada satu grafik.

C. PENGARUH KONSENTRASI

1. Pengukuran voltametri siklik pada tahap ini dilakukan pada scan rate 20 mV/s
2. Ukur larutan standar 2, 4, 6, 8 dan 10 mM ferisianida.
3. Ukur larutan cuplikan yang tidak diketahui konsentrasinya
4. Plot antara konsentrasi larutan standar terhadap arus anodik maupun katodik.
5. Hitung konsentrasi larutan cuplikan yang sedang dianalisis.

PERCOBAAN 8

KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS

1. TUJUAN

Menganalisis jumlah komponen yang terdapat pada tinta

2. PENDAHULUAN

Kromatografi adalah suatu metoda pemisahan dan juga identifikasi berbagai jenis komponen yang terdapat dalam campuran. Ada beberapa tipe kromatografi, salah satunya adalah kromatografi lapis tipis (KLTP). Metoda ini secara luas digunakan pada dunia riset dan industri sebagai contoh untuk menganalisis berbagai jenis zat pewarna. Prinsip kromatografi ini sangat sederhana, yaitu lapisan tipis yang ada pada permukaan padatan pendukung berfungsi sebagai kapiler. Bila lapisan ini dicelupkan pada air (eluent), menyentuh permukaan air, air akan bergerak keatas secara kapileritas. Bila setitik tinta diletakkan diperjalanan air yang bergerak ke atas maka komponen komponen yang menyusun tinta ini akan ikut bergerak dengan eluent. Bila tinta tersusun atas beberapa komponen, secara umum kecepatan migrasi masing masing komponen yang ada dalam tinta akan berbeda sesuai dengan interaksi tarik menarik komponen tersebut terhadap fasa diam (lapis tipis) dan terhadap fasa geraknya (eluen). Dengan perbedaan kecepatan migrasi ini, maka kita akan dapat kan beberapa buah noda pada lapis tipis yang mencerminkan jumlah komponen yang ada pada tinta tersebut.

3. ALAT DAN BAHAN

Aquadest
Metanol
Aseton
Oven
Silika gel
Gelas slide
Sampel tinta.
Alat gelas (beker dll)

4. PROSEDUR

A. Pembuatan lapis tipis silika pada permukaan gelas slide

1. Cuci gelas slide dengan aquades
2. Cuci gelas slide metanol
3. Cuci gelas slide dengan aseton
4. Keringkan gelas slide pada oven

B. Pembuatan lapis tipis silika pada permukaan gelas slide.

1. Campurkan metanol – air dengan perbandingan 1 : 3
2. Buat bubur silika gel dengan mencampurkan larutan pada no 1 dengan silika gel GR pada perbandingan 50 gr : 900 ml
2. Masukkan bubur ini pada wadah yang telah disediakan
3. Celupkan gelas slide dan segera angkat secara vertikal gelas slide pada adonan silika yang telah dibuat
4. Biarkan kelebihan adonan menetes, sehingga lapisan pada permukaan gelas benar benar tipis, hapus lapisan silika gel pada salah satu sisi gelas yang tidak digunakan
5. Keringkan pada oven
6. Media KLT siap untuk digunakan

C. Analisa komponen yang ada pada tinta

1. Beri garis horisontal pada permukaan media KLTP dengan menggunakan pensil pada bagian bawah (0,5 cm dari bawah)
2. Beri tanda titik tepat ditengah tengah garis yang anda buat, sebagai tanda awal mulai tinta diletakkan
3. Beri garis horisontal pada bagian atas (0,5 cm dari atas) sebagai tanda berakhirnya proses KLTP bila larutan menyentu garis tersebut
4. Siapkan eluen yang akan digunakan (air) pada beker. Tinggi eluen dibawah 0,5 cm (tidak boleh sama atau melebihi letak sampel pada media KLTP)
5. Letak kan sampel tinta pada titik yang telah dibuat pada permukaan media KLTP menggunakan gelas kapiler.
6. Celupkan media KLTP tersebut pada eluen.
7. Amati dengan seksama eluen yang merambat naik dan angkat keluar media KLTP bila larutan yang merambat telah mencapai garis bagian atas yang telah anda buat.
8. Hitung jumlah noda dan hitung Rf masing masing noda.

PERCOBAAN 9

ANALISIS NATRIUM DALAM SNACK CHIPS DENGAN MENGGUNAKAN METODA FLAME FOTOMETRI

1. TUJUAN

Menentukan kadar natrium dalam kue kering dengan metoda flame photometer

2. PENDAHULUAN

Flame fotometer merupakan teknik analisis logam dalam bentuk atomnya. Larutan yang mengandung logam yang ingin dianalisis, masuk ke dalam pembakar diubah menjadi atomnya dalam nyala setelah melewati pengkabut. Teknik flame fotometer ini memiliki kesamaan dengan teknik spektroskopi serapan atom (SSA), yaitu keduanya menganalisis logam dalam bentuk atomnya. Namun ada perbedaan mendasar teknik flame fotometer dari teknik SSA yaitu signal yang di dapat merupakan sinyal yang diproduksi oleh elektron dari atom yang tereksitasi akibat nyala api, yang kembali ke keadaan dasar. Sedangkan sinyal AAS merupakan sisa intensitas sinar dari sumber sinar yang sebelumnya telah dikurang akibat absorpsi oleh atom yang dianalisis untuk menaikkan elektron pada keadaan dasar ke keadaan tereksitasi. Teknik ini banyak digunakan untuk menganalisis logam golongan alkali, karena pada logam golongan alkali ini, biasanya waktu elektron tereksitasi relatif pendek, dan segera turun ke keadaan dasar kembali. Untuk analisis secara kuantitatif, teknik flame fotometer mengikuti rumusan lambert beer.

3. ALAT DAN BAHAN

Flame fotometer
Labu ukur 50 ml, 100 ml
Erlenmeyer
Pipet ukur 5 ml
HCl pekat
NaCl padatan

4. PROSEDUR

1. Buat larutan HCl dengan mengambil 100 ml HCl pekat dan tambahkan dengan 44 ml aquades
2. Buatlah larutan stok Na 100 ppm
3. Buat larutan Na 1, 3, 5, 7 ppm dengan cara mengencerkan larutan stok Na 100 ppm (untuk pengenceran gunakan HCl 0,5%).
4. Baca absorbans larutan yang telah dibuat

5. Haluskan kue kering dan timbang sebanyak 5 gram. Masukkan dalam erlenmeyer 500 ml, dan tambah 50 ml larutan HCl dari langkah no 1
6. Didihkan campuran tersebut di atas hotplate dalam ruang asam selama 5 menit. Dinginkan dan pidahkan supernatant dalam labu ukur 100 ml. Encerkan sampai tanda batas dengan aquades, dan kocok dengan sempurna.
7. Pipet 1 ml larutan sampel dan masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan aquades sampai tanda batas.
8. Baca absorban larutan tersebut.
9. Hitung kadar Na dalam kua kering.