PANDUAN
PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS
TAHUN AKADEMIK 2018/2019

JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG

2018

DAFTAR ISI

DAFTAR ISI i
TATA TERTIB PRAKTIKUM 1
A. PRAKTIKAN 1
B. ASISTEN 2
C. DISTRIBUSI NILAI 3
FORMAT LEMBAR PENILAIAN 3
FORMAT LAPORAN SEMENTARA PRAKTIKUM 5
FORMAT LAPORAN AKHIR PRAKTIKUM 6
MODUL PRAKTIKUM 10
PERCOBAAN 1 PENGENALAN ALAT DAN BAHAN 10
PERCOBAAN 2 LARUTAN 12
PERCOBAAN 3 PENENTUAN KAPASITAS PENYANGGA 13
PERCOBAAN 4 KURVA KALIBRASI 16
PERCOBAAN 5 VOLUMETRI 20
PERCOBAAN 6 GRAVIMETRI 22

TATA TERTIB PRAKTIKUM

A. PRAKTIKAN

1. Praktikan wajib membaca dan mematuhi segala ketentuan yang terkait dengan pelaksanaan praktikum sebelum masuk ke laboratorium.
2. Sebelum praktikum, praktikan wajib menyerahkan laporan awal (bab 1-3) ke masing-masing asisten.
3. Pada akhir praktikum, masing-masing grup mengumpulkan **Laporan Sementara**.
4. Pada saat di laboratorium, praktikan wajib mengenakan jas laboratorium, sarung tangan, masker dan sepatu tertutup.
5. Praktikan wajib hadir 15 menit sebelum praktikum dimulai dan menandatangani daftar hadir praktikum. Apabila terlambat hingga 15 menit, praktikan tidak mendapatkan nilai laporan awal namun praktikan diperbolehkan mengikuti praktikum.
6. Laporan Praktikum.
   - Laporan akhir praktikum dibuat oleh masing-masing praktikan sesuai dengan format dan didasarkan pada data laporan sementara yang wajib dilampirkan.
   - Laporan akhir praktikum dikumpulkan 1 (satu) hari kerja setelah pelaksanaan praktikum.
   - Laporan akhir praktikum yang sudah direvisi oleh asisten dan dosen, dikumpulkan pada praktikum berikutnya. Apabila pengumpulan laporan akhir terlambat 1 (satu) hari akan dikenakan sanksi pengurangan nilai laporan sebesar 20%, 2 (dua) hari 50%, 3 (tiga) hari tanpa nilai.
7. Peminjaman dan pengembalian alat-alat praktikum dilakukan sesuai ketentuan laboratorium. Apabila terjadi kerusakan alat atau bahan yang terbuang, wajib diganti oleh praktikan dengan alat/bahan yang sama.
8. Sebelum meninggalkan laboratorium, praktikan harus membersihkan serta merapikan meja kerja, alat-alat praktikum dan bahan praktikum.

9. Meninggalkan tempat praktikum harus seijin asisten (maksimal 1x10 menit).
10. Ketidakhadiran karena sakit harus menyerahkan surat keterangan dokter dan praktikum dapat dilakukan di luar jadwal praktikum dengan persetujuan dari dosen pembimbing.
11. Ketidakhadiran karena kegiatan akademik dan non-akademik, wajib menyerahkan bukti dokumen resmi dan praktikum dapat dilakukan di luar jadwal praktikum dengan persetujuan dari dosen pembimbing.
12. Ketidakhadiran karena urusan keluarga dan wajib menyertakan surat keterangan yang sah.
13. Praktikan tidak diperbolehkan berdiskusi dengan asisten di luar jadwal praktikum.
14. Praktikan wajib melaksanakan seluruh modul praktikum.

B. ASISTEN

1. Asisten wajib mengikuti pelatihan asisten dan membaca serta mematuhi ketentuan tata tertib laboratorium dan praktikum.
2. Asisten tidak diperbolehkan berdiskusi dengan praktikan di luar jadwal praktikum.
3. Asisten wajib menilai laporan awal.
4. Asisten yang tidak hadir, tugas dan kewajibannya dapat digantikan oleh PLP dan atau asisten yang lainnya.
   - Ketidakhadiran karena sakit harus menyerahkan surat keterangan dokter.
   - Ketidakhadiran karena kegiatan akademik dan non-akademik, wajib menyerahkan bukti dokumen resmi.
   - Ketidakhadiran karena urusan keluarga, wajib menyerahkan surat keterangan yang sah.
   - Ketidakhadiran lebih dari 20% tidak mendapatkan sertifikat asisten.
5. Selama pelaksanaan praktikum:

- Asisten wajib mengenakan jas laboratorium, sarung tangan, masker dan sepatu tertutup.
- Asisten wajib memberikan pendampingan kepada praktikan.
- Asisten dilarang meninggalkan laboratorium selama praktikum berlangsung tanpa alasan yang jelas.

6. Setelah praktikum selesai.
   a. Asisten memeriksa dan memberikan persetujuan pada laporan sementara.
   b. Asisten menyerahkan laporan awal yang sudah dinilai.
   c. Asisten memeriksa peralatan yang telah digunakan praktikan.
7. Asisten memeriksa laporan akhir dan memberikan catatan revisi paling lambat 1 (hari) kerja setelah laporan dikumpulkan, kemudian diserahkan ke dosen untuk dinilai paling lambat 1 (hari) kerja.
8. Asisten wajib mengisi nilai praktikum pada format yang ditentukan dan diserahkan paling lambat 1 minggu setelah praktikum yang bersangkutan berlangsung kepada PLP. Apabila melebihi batas waktu yang telah ditentukan, maka penilaian akan diberi nilai 80.

C. DISTRIBUSI NILAI

No	Komponen Penilaian (per modul)	Prosentase (%)
1	Laporan awal	10
2	Praktikum	30
3	Laporan akhir	30
4	Ujian Akhir Praktikum	30
	TOTAL	**100%**

FORMAT LEMBAR PENILAIAN

FAKULTAS TEKNIK
JURUSAN TEKNIK KIMIA
Jl. Mayjen Haryono 167, Malang 65145, Indonesia
Telp. : +62-341-587710, pswd: 1139, 1333, 1245, 1229; Fax: +62 341- 574140

LEMBAR PENILAIAN
PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS
TAHUN AKADEMIK 2018/2019

Photo 3 X 4

Nama :
NIM :
Hari / Grup :

No.	Materi	Nilai				TOTAL	Tanda Tangan Asisten
		Laporan Awal	Praktikum	Laporan Akhir	Ujian Akhir Praktikum		
1	Pengenalan Alat						
2	Larutan						
3	Penentuan Kapasitas Penyangga						
4	Kurva Kalibrasi						
5	Volumetri						
6	Gravimetri						

FORMAT LAPORAN SEMENTARA PRAKTIKUM

1. Laporan sementara ditulis tangan dalam form yang telah disediakan.
2. Penulisan laporan sementara menggunakan bolpoint warna biru.
3. Format laporan sementara praktikum :

LAPORAN SEMENTARA
PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS
TAHUN AKADEMIK 2018/2019

Judul Praktikum :
.....
Grup / Hari :
.....

Nama Praktikan (NIM) : 1.
.....
2.
.....

FORMAT LAPORAN AKHIR PRAKTIKUM

1. Laporan Akhir Praktikum ditulis tangan pada folio bergaris menggunakan bolpoint warna biru.
2. Margin: kiri 3 cm, kanan 1 cm, atas-bawah menyesuaikan ukuran kertas folio.
3. Substansi laporan sesuai dengan pengarahan asisten yang telah berkoordinasi dengan Dosen Pembimbing Praktikum.

PERCOBAAN 1
JUDUL PERCOBAAN

Hari/Tanggal Percobaan : .....
Grup : .....

Nama Praktikan (NIM) : .....
Asisten : .....

ABSTRAK

I. TUJUAN
II. DASAR TEORI
III. BAHAN DAN ALAT
IV. PROSEDUR KERJA
V. HASIL DAN PEMBAHASAN
VI. KESIMPULAN
VII. DAFTAR PUSTAKA
VIII. LAMPIRAN (hasil pengamatan, pustaka yang dikutip, dll)

Ketentuan Isi Laporan

1. Abstrak

Ringkasan setidak-tidaknya mengungkapkan tujuan, metode, hasil dan kesimpulan.

2. Tujuan

Tuliskan tujuan praktikum sesuai dengan percobaan yang telah dilakukan.

3. Dasar Teori

Dasar teori menguraikan teori, temuan, dan bahan referensi lain yang dijadikan landasan untuk melakukan suatu praktikum. Dasar teori dibawa untuk menyusun kerangka atau konsep yang akan digunakan dalam praktikum yang mengacu pada daftar pustaka. Kutipan maupun dasar teori yang digunakan wajib disertakan sumber pustaka dengan menuliskan nama pengarang dan tahun, misalnya: "Molekul terikat sangat lemah dan energi yang dilepaskan pada adsorpsi fisika relatif rendah sekitar 20 kJ/mol (Castellan, 1982).

4. Alat dan Bahan

a. Alat

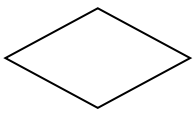
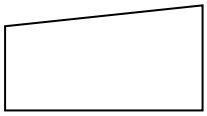
Tuliskan semua alat yang digunakan (tulis spesifikasi, ukuran dan jumlah)

b. Bahan

Tuliskan semua bahan yang digunakan beserta spesifikasinya, misalnya konsentrasi.

5. Prosedur Kerja

Buat dalam bentuk diagram alir secara singkat, jelas dan tidak berupa kalimat panjang. Jika menggunakan kata kerja, gunakan bentuk kata kerja pasif. Diagram alir dibuat dengan bagan-bagan yang mempunyai arus yang menggambarkan langkah atau prosedur dalam percobaan yang dibuat secara sederhana, terurai, rapi dan jelas dengan menggunakan simbol- simbol standar.

Bentuk simbol	Keterangan
	<u>Simbol proses</u> Menyatakan suatu proses atau langkah yang dilakukan dengan suatu alat atau instrument **Contoh:** diekstrak, dipipet, penimbangan, pengadukan
	**<u>Simbol keputusan</u>** Menunjukkan suatu proses tertentu yang akan menghasilkan dua kemungkinan. **Contoh:** filtrasi menghasilkan filtrat atau endapan
	<u>Simbol keying operation</u> Menyatakan langkah yang diproses menggunakan instrument. Contoh: diukur absorbansinya dengan spektometer UV-Vis atau AAS, dianalisis dengan IR, HPLC, GC, dll.
	**<u>Simbol manual input</u>** Memasukkan data secara manual menggunakan suatu software. **Contoh:** Analisis data dengan excel, SPSS, minitab.

Flow Direction Symbols

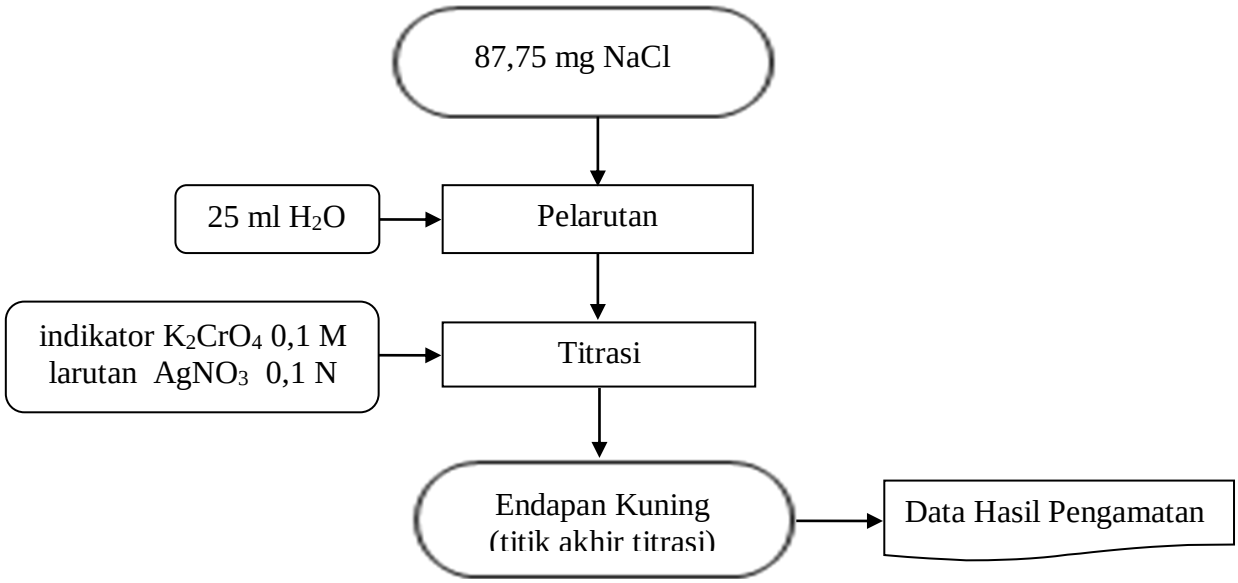
	Simbol arus *(flow)*

	Menyatakan jalannya suatu proses atau langkah

Input/ Output Symbols

	Simbol input/ output Menyatakan proses input atau output tanpa tergantung jenis peralatannya.
	Simbol Dokumen Mencetak keluaran atau hasil dalam bentuk dokumen **Contoh:** absorbansi, kromatogram, spectra, dll.

Contoh Diagram Alir:



Pada bab prosedur kerja, sertakan pula gambar rangkaian alat, berupa foto atau gambar.

6. Hasil dan Pembahasan

a. Hasil Pengamatan

Tuliskan semua data setiap langkah yang dilakukan sesuai dengan hasil percobaan. Data pengamatan dapat dibuat dalam bentuk tabel atau kalimat sederhana. Data pengamatan dituliskan sesuai hasil pengamatan pada jurnal praktikum. Penulisan data pengamatan yang baik akan memudahkan dalam penyusunan pembahasan dan kesimpulan.

b. Pembahasan

Jelaskan semua langkah yang telah dilakukan (bukan berisi cara kerja), hasil dan data yang telah dicapai, dan kesimpulan dari percobaan yang telah dilakukan. Pembahasan ditulis sesuai dengan mengikuti kaidah penulisan kalimat yang baik, yang terdiri dari subyek, predikat, obyek, dan keterangan. Gunakan berbagai sumber referensi sebagai pembanding.

7. Kesimpulan

Kesimpulan berisi jawaban sesuai tujuan percobaan yang ditulis dalam kalimat sederhana.

8. Daftar Pustaka

Tuliskan semua referensi yang digunakan sesuai dengan ketentuan penulisan pustaka. Tidak diperbolehkan mengambil pustaka dari blog.

Contoh penulisan daftar pustaka:

Castellan, Gillbert William. 1982. Physical Chemistry 3rd edition. Menlo Park, Calif. Benjamin-Cummings.

Mitchel, W. J. 1995. *City of Bits: Space, Place and the Infobahn.* Cambridge: MIT Press. http://www.mitpress.mitpress.mit.edu:80/City_of_Bits/Pulling_Glass/_Index.html. (diakses 1 Agustus 2013).

9. Lampiran

Laporan harus dilampiri laporan sementara yang telah disetujui oleh asisten, pustaka dan lampiran pendukung lain jika diperlukan.

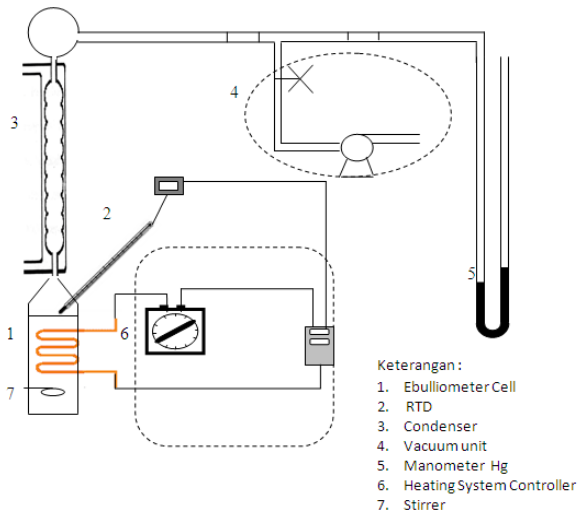
10. Penulisan Tabel dan Gambar

Contoh penulisan tabel dan gambar adalah sebagai berikut:

Tabel 1.1 Sifat fisik dimethyl ether

Sifat Fisik	Nilai
Titik didih, °C	-25
Titik kritis, °C	239,43
Densitas, g/cm^3 pada 20°C	0,67
Viskositas, kg/m.s pada 25°C	0,12-0,15
Cetane number	55-60
Net Calorific Value, kcal/kg	6900

Sumber: Geankoplis, 2004



Gambar 3.1. Diagram skematik ebulliometer (Marshall dkk., 2004)

MODUL PRAKTIKUM

PERCOBAAN 1
PENGENALAN ALAT DAN BAHAN

1.1. Tujuan

Pengenalan fungsi dan cara kerja peralatan serta bahan yang akan digunakan dalam praktikum Kimia Analisis

1.2. Daftar Peralatan Praktikum

1. Lemari asam
2. Oven
3. Neraca analitik
4. Buret
5. Desikator
6. *Hotplate – magnetic stirrer*
7. Peralatan filtrasi (*Filtering flask*, Corong Buchner, pompa vakum)
8. Pipet volume
9. Pipet ukur
10. Bola hisap

1.3. Daftar Bahan Praktikum

1. Natrium Hidroksida (NaOH)
2. Asam sulfat (H_2SO_4)
3. Asam klorida (HCl)
4. Kalsium karbonat ($CaCO_3$)
5. Na_2EDTA
6. Barium klorida ($BaCl_2$)
7. Boraks (*sodium tetraborate decahydrate*, $Na_2B_4O_7.10H_2O$)

1.4. Tugas

1. Gambarkan dan jelaskan fungsi peralatan yang tercantum pada bagian 1.2. !
2. Jelaskan langkah-langkah atau prosedur penggunaan peralatan tersebut!
3. Sebutkan karakteristik fisika dan kimia dari masing-masing bahan pada bagian 1.3. !

4. Jelaskan bahaya yang mungkin disebabkan oleh masing-masing bahan tersebut terhadap kesehatan manusia dan lingkungan!

PERCOBAAN 2
LARUTAN

2.1. Tujuan

1. Membuat larutan dari padatan
2. Membuat larutan dengan pengenceran
3. Menstandarisasi larutan dengan larutan baku primer

2.2. Prinsip

Menyiapkan larutan dengan konsentrasi yang diketahui merupakan salah satu aktivitas paling umum di dalam laboratorium analisis. Larutan dapat disiapkan dari padatan murni, cairan murni, atau dari larutan dengan konsentrasi tertentu. Cara penyiapannya dapat dibagi menjadi dua: (1) menyiapkan larutan induk dan (2) menyiapkan larutan dengan pengenceran. Larutan induk disiapkan dari padatan murni atau cairan murni yang kemudian ditimbang (untuk padatan) atau diukur volumenya (untuk cairan) dan dicairkan/diencerkan sampai volume tertentu. Sedangkan cara menyiapkan larutan dengan pengenceran yaitu memindahkan larutan induk yang lebih pekat dengan volume tertentu ke sebuah wadah dan mengencerkannya sampai volume tertentu. Setelah larutan dipersiapkan dan konsentrasinya telah ditentukan secara tepat, larutan ini dapat dipergunakan sebagai titran dalam menentukan konsentrasi suatu sampel. Proses ini disebut dengan standarisasi. Reagen yang digunakan sebagai standar terdiri atas reagen primer dan sekunder. Reagen primer memiliki kemurnian yang diketahui dan stabil sehingga digunakan untuk standarisasi larutan. Larutan yang distandarisasi dengan standar primer dapat digunakan sebagai standar sekunder untuk mendapatkan konsentrasi dari larutan lainnya.

2.3. Alat dan Bahan

2.3.1. Alat

1. Labu ukur 250 ml
2. Gelas Beaker 100 ml
3. Erlenmeyer 250 mL
4. Corong kaca
5. Buret
6. Pipet ukur
7. Pipet volume
8. Pipet tetes
9. Pengaduk kaca
10. Botol timbang
11. Gelas arloji
12. Neraca analitik
13. Bola hisap
14. Statif dan klem holder
15. Botol semprot

2.3.2. Bahan

1. Asam klorida (HCl)
2. Natrium hidroksida (NaOH)
3. Indikator *methyl orange*
4. Indikator *Phenolphtalein*
5. Boraks (*sodium tetraborate decahydrate*, $Na_2B_4O_7.10H_2O$)
6. KHP (Kalium hidrogen ftalat, $KHC_8H_4O_4$)
7. Akuades

2.4. Prosedur Percobaan

2.4.1. Pembuatan Larutan Stok NaOH 0,1 N

1. Ambil x mL larutan NaOH.
2. Pindahkan ke dalam labu ukur 250 ml, larutkan dengan 100 ml akuades, tambahkan akuades hingga mencapai volume 250 ml, dan campur dengan baik.

2.4.2. Pembuatan Larutan Asam Klorida 0,1 N

1. Ambil x mL asam asetat.
2. Pindahkan ke dalam labu ukur 250 ml, larutkan dengan 100 ml akuades, tambahkan akuades hingga mencapai volume 250 ml, dan campur dengan baik.

2.4.3. Pembakuan Larutan Baku Sekunder NaOH 0,1 N

A. Pembuatan Larutan Baku Primer KHP 0,1 N 250 mL

1. Timbang dengan akurat sekitar x g KHP dengan gelas arloji
2. Pindahkan ke dalam labu ukur 250 ml, larutkan dengan 100 ml akuades, tambahkan akuades hingga mencapai volume 250 ml, dan campur dengan baik.

B. Titrasi Larutan NaOH 0,1 N dengan Larutan baku Primer

1. Isi buret dengan NaOH 0,1 N.
2. Ambil 25 ml larutan KHP dan masukkan ke dalam erlenmeyer
3. Tambahkan 3 tetes *Phenolphtalein* dan titrasi dengan NaOH yang ada di dalam buret, hingga terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi merah muda.
4. Ulangi langkah 2-3 hingga pembacaan yang didapatkan memiliki selisih tidak melebihi 1 ml.
5. Hitung konsentrasi NaOH berdasarkan hasil titrasi.

2.4.4. Pembakuan Larutan Baku Sekunder HCl 0,1 N

A. Pembuatan Larutan Baku Primer Boraks 0,1 N 250 mL

1. Timbang x g boraks murni menggunakan gelas arloji.
2. Pindahkan ke dalam labu ukur 250 ml, larutkan dengan 100 ml akuades, tambahkan akuades hingga mencapai volume 250 ml, dan campur dengan baik.

B. Titrasi Larutan HCl 0,1 N dengan Larutan baku Primer

1. Isi buret dengan HCl 0,1 N.
2. Pipet 25 ml larutan boraks dan masukkan ke dalam erlenmeyer
3. Tambahkan 4 tetes *methyl red* dan titrasi dengan HCl yang ada di dalam buret hingga terjadi perubahan warna dari kuning menjadi merah muda.
4. Ulangi langkah 2-3 hingga dua pembacaan yang didapatkan memiliki selisih tidak melebihi 1 ml.
5. Hitung konsentrasi NaOH berdasarkan hasil titrasi.

2.5. Daftar Pustaka

1. Jeffery, G. H., Bassett, J., Mendham, J., Denney, R. C. 1989. *Vogel's Textbook of Quantitative Inorganic Analysis*, Fifth Edition. London: Longman Scientific & Technical.
2. Staniskiene, B., Sinkeviciene, I. 2012. *Analytical Chemistry Laboratory Manual*. Kaunas: Lithuanian University of Health Sciences.

PERCOBAAN 3
PENENTUAN KAPASITAS PENYANGGA

3.1. Tujuan

1. Menentukan pH larutan penyangga
2. Menentukan kapasitas penyangga dengan alkali dan asam
3. Mengetahui pengaruh pengenceran pada pH larutan penyangga

3.2. Prinsip

Larutan penyangga atau *buffer* adalah larutan yang mempunyai pH konstan jika dilakukan pengenceran atau penambahan asam atau basa kuat pada jumlah tertentu. Larutan penyangga dibuat dari asam lemah dan garam dari basa kuat, atau basa lemah dan garam dari asam kuat. Kemampuan larutan penyangga untuk mempertahankan pH (konsentrasi ion hidrogen konstan) disebut kapasitas penyangga. Kapasitas penyangga dari tiap larutan penyangga tidak sama, tergantung pada konsentrasi total spesi yang membentuk sistem penyangga dan rasio konsentrasi komponen-komponen penyusun. Kapasitas penyangga dinyatakan sebagai jumlah ekivalen asam atau basa kuat yang diperlukan untuk mengubah pH dari 1 liter larutan penyangga sebesar 1 satuan. Larutan penyangga banyak diaplikasikan dalam analisis kuantitatif, misalnya pengendapan dan titrasi kompleksimetri.

3.3. Alat dan Bahan

3.3.1. Alat

1. Labu ukur 250 ml
2. Gelas Beaker 100 ml
3. Erlenmeyer
4. Buret
5. Indikator universal
6. Pipet ukur
7. Pipet tetes
8. Gelas ukur
9. Neraca analitik

3.3.2. Bahan

1. Asam asetat
2. Natrium asetat
3. Indikator *methyl orange*
4. Indikator *methyl red*
5. Larutan HCl
6. Larutan NaOH
7. Akuades

3.4. Prosedur Percobaan

3.4.1. Pembuatan Larutan Penyangga

1. Siapkan 30 ml larutan penyangga asetat dengan memindahkan sejumlah asam asetat 0,1 N dan natrium asetat 0,1 N ke gelas 100 ml.
2. Hitung pH larutan penyangga yang telah dibuat dengan menggunakan rumus:

$$pH_c = -\log C_{H^+} = -\log\left(K_a \cdot \frac{V_a}{V_s}\right)$$

keterangan: K_a = konstanta disosiasi asam asetat; $K_a = 1{,}8.10^{-5}$

V_a = volume larutan asam asetat 0,1 N (ml)

V_s = volume larutan natrium asetat 0,1 N (ml)

3. Tentukan pH larutan penyangga yang telah dibuat dengan menggunakan indikator universal.
4. Tulis nilai pH hasil perhitungan dan pengukuran pada tabel 3.1

Tabel 3.1 Penentuan pH larutan penyangga

Komponen larutan penyangga (ml)		**pH larutan penyangga yang dibuat**			
Larutan asam asetat 0,1 N	**Larutan natrium asetat 0,1 N**	**Hasil perhitungan pH_c**	**Berdasarkan indikator universal**	**Hasil pengukuran dengan pH-meter pH_0**	**Setelah pengenceran**

3.4.2. Penentuan Kapasitas Penyangga

1. Pipet 10 ml larutan penyangga yang telah dibuat pada bagian (3.4.1.) ke masing-masing dua erlenmeyer.
2. Tambahkan 2 tetes indikator *methyl orange* ke labu pertama dan titrasi dengan larutan HCl 0,1 N sampai berubah warna menjadi jingga (pH_1 = 3,4).
3. Hitung kapasitas buffer dengan asam tersebut.
4. Tambahkan 2 tetes indikator *methyl red* ke labu kedua dan titrasi dengan larutan NaOH 0,1 N sampai berwarna kekuning-kuningan (pH_1 = 6,3).
5. Hitung kapasitas penyangga dengan alkali tersebut. Isikan pada tabel 3.2.

   Gunakan rumus berikut untuk menghitung kapasitas buffer (B):

$$B = \frac{gE_{NaOH(HCl)}}{pH_1 - pH_0}$$

$$gE_{NaOH(HCl)} = \frac{V_{NaOH(HCl)} \times N_{NaOH(HCl)} \times 1000}{V_b \times 1000}$$

keterangan:

B	=	kapasitas penyangga dengan asam atau alkali (equ)
$gE_{NaOH(HCl)}$	=	jumlah ekivalen alkali atau asam yang digunakan untuk titrasi 1 liter larutan buffer (equ)
pH_0	=	pH larutan buffer yang diukur dengan pH-meter
pH_1	=	pH pada akhir titrasi
$V_{NaOH(HCl)}$	=	volume larutan alkali atau asam yang digunakan untuk titrasi (ml)
$N_{NaOH(HCl)}$	=	normalitas larutan alkali atau asam yang digunakan untuk titrasi (N)
V_b	=	volume larutan buffer yang dititrasi (ml)

Tabel 3.2 Penentuan kapasitas penyangga

Penggunaan larutan HCl 0,1 N (ml)	**Penggunaan HCl gE_{HCl} (gE)**	**Kapasitas buffer dengan HCl B_{ac} (gE)**	**Penggunaan larutan NaOH 0,1 N (ml)**	**Penggunaan NaOH gE_{NaOH} (gE)**	**Kapasitas buffer dengan NaOH B_{alk} (gE)**

3.4.3. Pengaruh Pengenceran pada pH larutan buffer

1. Ukur volume larutan buffer yang tersisa setelah percobaan sebelumnya (bagian 3.4.1. dan 3.4.2.) dengan gelas ukur dan encerkan dengan akuades dengan volume yang sama.
2. Setelah pencampuran larutan, tentukan pH larutan buffer yang diencerkan tersebut dengan menggunakan indikator universal. Isikan pada tabel 3.1.

3.5. Daftar Pustaka

1. Jeffery, G. H., Bassett, J., Mendham, J., Denney, R. C. 1989. *Vogel's Textbook of Quantitative Inorganic Analysis*, Fifth Edition. London: Longman Scientific & Technical.
2. Staniskiene, B., Sinkeviciene, I. 2012. *Analytical Chemistry Laboratory Manual*. Kaunas: Lithuanian University of Health Sciences.

PERCOBAAN 4
KURVA KALIBRASI

4.1. Tujuan

1. Membuat kurva kalibrasi
2. Menggunakan kurva kalibrasi untuk analisa sulfat.

4.2. Prinsip

Kurva kalibrasi adalah kurva yang dijadikan acuan untuk pengujian suatu sampel. Kurva kalibrasi dapat dibuat dengan mengukur sejumlah larutan baku dengan berbagai variasi konsentrasi menggunakan instrument. Hasil pengukuran kemudian disajikan secara grafis antara konsentrasi larutan baku (sumbu x) dan hasil pengukuran (sumbu y) serta dibuat regresi linear.

Sulfat merupakan salah satu komponen yang menjadi salah satu parameter kualitas suatu perairan. Kadar sulfat pada rentang 1-40 ppm dapat diukur menggunakan metode turbidimetri. Prinsip dasar pengukuran sulfat dengan metode turbidimetri adalah (1) ion sulfat (SO_4^{2-}) dalam suasana asam bereaksi dengan barium klorida ($BaCl_2$) membentuk kristal barium sulfat ($BaSO_4$) yang serba sama, (2) Sinar yang diserap oleh suspensi barium sulfat diukur dengan turbidimeter dan kadar sulfat diketahui dengan membandingkan hasil pembacaan dengan kurva kalibrasi.

4.3. Alat dan Bahan

4.3.1. Alat

1. Turbiditimeter
2. Erlenmeyer 250 ml
3. Labu ukur 100 ml
4. Pipet volume 5 ml, 10 ml, 50 ml
5. *Magnetic stirrer*
6. Sendok penakar
7. Neraca analitik
8. *Stopwatch*
9. Bola hisap
10. Gelas arloji
11. Gelas Beaker
12. Botol semprot

4.3.2. Bahan

1. Akuades
2. Barium klorida kristal ($BaCl_2$)
3. Larutan baku sulfat 100 mg (SO_4^{2-})/L (1 ml = 100 µg SO_4^{2-})
4. Larutan buffer A dan B

4.4. Prosedur Percobaan

4.4.1. Pembuatan larutan kerja sulfat

Buat deret larutan kerja dari larutan baku sulfat (akuades dan minimal 5 larutan dengan konsentrasi yang berbeda).

4.4.2. Pembuatan Kurva Kalibrasi

1. Pindahkan masing-masing 100 ml larutan kerja ke dalam erlenmeyer 250 ml.
2. Tambahkan 20 ml larutan buffer A dan aduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan konstan. Selama pengadukan tambahkan 1 sendok takar kristal $BaCl_2$. Pengadukan diteruskan selama 60 ± 2 detik terhitung dari penambahan $BaCl_2$.
3. Ukur turbiditasnya dengan turbidimeter pada waktu 5 ± 0,5 menit.
4. Buat kurva kalibrasi.

   Catatan: Perhatikan waktu pengadukan dan waktu pengukuran turbiditas setelah penambahan $BaCl_2$.

4.4.3. Penentuan kadar sulfat (SO_4^{2-})

1. Pipet 100 ml contoh uji dan masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 ml.
2. Tambahkan 20 ml larutan buffer A dan aduk dengan alat pengaduk pada kecepatan konstan. Selama pengadukan, tambahkan 0,05 gram kristal $BaCl_2$. Pengadukan diteruskan selama 60 ± 2 detik terhitung dari penambahan $BaCl_2$.
3. Ukur turbiditasnya dengan turbidimeter pada waktu 5 ± 0,5 menit.

Catatan:

1. Jika contoh uji berwarna dan keruh, lakukan langkah 4.4.1 sampai 4.4.3 tanpa penambahan kristal $BaCl_2$.
2. Jika hasil pengukuran kadar contoh uji lebih kecil dari 10 mg SO_4^{2-}/L. Ulangi langkah 4.4.1 sampai 4.4.3. dengan menggunakan larutan buffer B.

4.5. Daftar Pustaka

1. SNI 6989.20:2009. *Air dan air limbah – Bagian 20: Cara uji sulfat (SO_4^{2-}) secara turbidimetri*.
2. Rice, E.W dkk. 2012. Standard methods for the examination of water and wastewater, 22th Edition, 4500-SO_4^{2-} E.Turbidimetric Method.

PERCOBAAN 5
VOLUMETRI

5.1. Tujuan

Penentuan kesadahan dalam sampel air dengan menggunakan metode volumetri EDTA.

5.2. Prinsip

Garam dinatrium etilen diamin tetra asetat (Na EDTA) akan bereaksi dengan kation logam tertentu membentuk senyawa kompleks kelat yang larut. Pada pH 10,0±0,1, ion-ion kalsium dan magnesium dalam contoh uji akan bereaksi dengan indikator Eriochrome Black T (EBT), dan membentuk larutan berwarna merah keunguan. Jika Na EDTA ditambahkan sebagai titran, maka ion-ion kalsium dan magnesium akan membentuk senyawa kompleks, molekul indikator terlepas kembali, dan pada titik akhir titrasi larutan akan berubah warna dari merah keunguan menjadi biru. Dari cara ini akan didapat kesadahan total, Ca dan Mg (SNI 06-6989.12-2004).

Kalsium dapat ditentukan secara langsung dengan Na EDTA bila pH contoh uji dibuat cukup tinggi (12-13), sehingga magnesium akan mengendap sebagai magnesium hidroksida dan pada titik akhir titrasi indikator Eriochrome Black T (EBT) hanya akan bereaksi dengan kalsium saja membentuk larutan berwarna biru. Dari cara ini akan didapat kadar kalsium dalam air. Dari kedua cara tersebut dapat dihitung kadar magnesium dengan cara mengurangkan hasil kesadahan total dengan kadar kalsium yang diperoleh, yang dihitung sebagai $CaCO_3$ (SNI 06-6989.12-2004).

5.3. Alat dan Bahan

5.3.1. Alat

1. Erlenmeyer 250 ml
2. Pipet volume 2 ml, 15 ml, 25 ml
3. Gelas ukur 50 ml
4. Buret
5. Pipet tetes
6. Corong kaca
7. Gelas Beaker 250 ml
8. Bola hisap
9. Statif dan klem
10. Botol semprot

5.3.2. Bahan

1. Larutan kalsium karbonat ($CaCO_3$) 0,01 M
2. Asam klorida (HCl) 6 M
3. Larutan Na_2EDTA
4. Indikator Eriochrome Black T
5. *Demineralized water*
6. Akuades
7. Larutan buffer pH 10

5.4. Prosedur Percobaan

5.4.1. Standarisasi Larutan Na_2EDTA

1. Ambil 10 ml larutan kalsium karbonat dan masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml. kemudian tambahkan 40 ml *demineralized water*.
2. Tambahkan 1 ml larutan buffer dan 4 tetes indikator Eriochrome Black T.
3. Lakukan titrasi menggunakan larutan Na_2EDTA hingga warna larutan berubah dari merah menjadi biru pucat.
4. Catat larutan Na_2EDTA yang digunakan. Ulangi prosedur ini hingga 2-3 kali.

   Catatan: Titrasi harus selesai dalam waktu 15 menit setelah larutan bufffer ditambahkan.

5.4.2. Penentuan Kesadahan Total

1. Ambil 25 ml sampel air dan masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml.
2. Tambahkan 25 ml akuades, tambahkan 1-2 ml larutan buffer dan 4 tetes larutan indikator Eriochrome Black T.
3. Lakukan titrasi menggunakan larutan Na_2EDTA hingga warna larutan berubah dari merah menjadi biru pucat.
4. Catat larutan Na_2EDTA yang digunakan. Ulangi prosedur ini hingga 2-3 kali.

   Catatan: Titrasi harus selesai dalam waktu 15 menit setelah larutan bufffer ditambahkan.
5. Apabila larutan Na_2EDTA yang dibutuhkan untuk titrasi lebih dari 15 ml, encerkan contoh uji dengan akuades dan ulangi langkah 5.4.2. (1-4).
6. Ulangi titrasi tersebut 2 kali, kemudian rata-ratakan volume Na_2EDTAyang digunakan.
7. Hitung kesadahan dalam sampel air.

5.5. Daftar Pustaka

1. Rice, E.W dkk. 2012. *Standard methods for the examination of water and wastewater,* 22th Edition, 2340 C. EDTA Titrimetric Method.
2. SNI 06-6989.12-2004. *Air dan air limbah – Bagian 12: Cara uji kesadahan total kalsium dan magnesium (Mg) dengan metode titrimetri*.

PERCOBAAN 6
GRAVIMETRI

6.1. Tujuan

Penentuan kandungan padatan total dan padatan tersuspensi yang terdapat dalam sampel menggunakan metode gravimetri.

6.2. Prinsip

Metoda gravimetri adalah suatu metoda analisis secara kuantitatif yang didasarkan pada prinsip penimbangan. Kandungan padatan total dan padatan tersuspensi yang terdapat dalam sampel cair dapat ditentukan menggunakan metode gravimetri melalui penyaringan, pemanasan pada suhu 103-105°C dan penimbangan.

6.3. Alat dan Bahan

6.3.1. Alat

1. Oven
2. Cawan porselen
3. Neraca analitik
4. Desikator
5. Pipet volume
6. *Crucible tang*
7. *Filtering flask*
8. Corong Buchner
9. Pompa vakum
10. Gelas Beaker
11. *Magnetic stirrer*
12. Bola hisap
13. Pinset
14. Botol semprot

6.3.2. Bahan

1. Kertas saring
2. Akuades

6.4. Prosedur Percobaan

6.4.1. Persiapan kertas saring

1. Letakkan kertas saring pada peralatan penyaring. Nyalakan pompa vakum dan tuangkan akuades sedikit demi sedikit (±20 ml) hingga membasahi seluruh kertas saring. Lakukan hingga air di atas kertas saring habis, kemudian matikan pompa vakum, dan hentikan pencucian.
2. Pindahkan kertas saring ke dalam cawan porselen.
3. Keringkan dalam oven pada suhu 103ºC – 105ºC, dinginkan dalam desikator kemudian timbang.
4. Ulangi langkah (3) hingga diperoleh berat konstan atau perubahan berat kurang dari 4% atau 0.5 mg terhadap penimbangan sebelumnya.

6.4.2. Penentuan *Total Solid* (TS)

1. Cuci cawan porselen hingga bersih.
2. Panaskan cawan porselen pada suhu 103ºC – 105ºC selama 1 jam dalam oven.
3. Masukkan dan dinginkan cawan porselen ke dalam desikator selama ±15 menit, kemudian timbang.
4. Masukkan contoh uji dengan volume tertentu ke dalam cawan.
5. Masukkan cawan berisi contoh uji ke dalam oven suhu 105°C selama 1 jam.
6. Dinginkan cawan yang berisi residu zat padat tersebut ke dalam desikator, kemudian timbang.
7. Ulangi langkah (5) dan (6) hingga diperoleh berat konstan atau perubahan berat kurang dari 4% atau 0,5 mg terhadap penimbangan sebelumnya.

6.4.3. Penentuan *Total Suspended Solid* (TSS)

1. Siapkan peralatan penyaring lengkap dengan kertas saring dari prosedur 6.4.1.
2. Aduk contoh uji dengan magnetik stirer hingga homogen.
3. Pada saat pengadukan, ambil contoh uji dengan volume tertentu. Kemudian tuang di atas peralatan penyaring.
4. Cuci padatan yang tertinggal di atas kertas saring dengan menggunakan 3×10 ml akuades. Lanjutkan penyaringan dengan pompa vakum selama 3 menit agar diperoleh penyaringan sempurna.
5. Pindahkan kertas saring yang berisi padatan secara hati-hati dari peralatan penyaring ke cawan porselen.
6. Keringkan dalam oven selama 1 jam pada suhu 103-105°C, dinginkan dalam desikator dan timbang.
7. Ulangi langkah (6) hingga diperoleh berat konstan atau perubahan berat kurang dari 4% atau 0,5 mg terhadap penimbangan sebelumnya.

6.5. Daftar Pustaka

1. Rice, E.W dkk. 2012. *Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*, 22th Edition.
2. Radojevic, Miroslav and Bashkin, Vladimir N. 1999. *Practical Environmental Analysis*.
3. SNI 06-6989.3-2004. *Air dan air limbah – Bagian 3: Cara uji padatan tersuspensi total (Total Suspended Solid, TSS) secara gravimetri*.