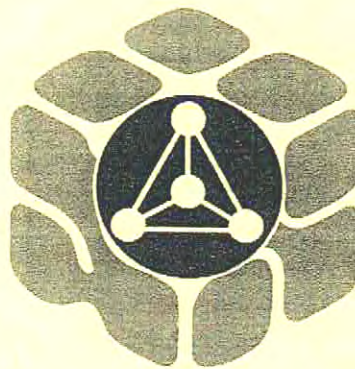




OLIMPIADE SAINS NASIONAL 2018

Tingkat Nasional



Bidang Kimia

Ujian Praktikum

Waktu: 210 menit

**KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
DIREKTORAT JENDERAL PENDIDIKAN DASAR DAN MENENGAH
DIREKTORAT PEMBINAAN SEKOLAH MENENGAH ATAS**

2018

2

Instruksi

- Ujian ini terdiri atas **2 percobaan**. Anda memiliki **210 menit** untuk menyelesaikan kedua percobaan ini, termasuk menjawab semua tugas dan pertanyaan pada Lembar Jawaban.
- Tuliskan Nama, Nomor Peserta, Kota/Provinsi dan Asal Sekolah di setiap halaman pada Lembar Jawaban.
- Mulailah bekerja ketika **tanda MULAI** diberikan. Anda harus segera menghentikan pekerjaan Anda ketika **tanda SELESAI** diberikan. Apabila Anda **menunda atau terlambat sampai dengan 3 menit**, maka ujian percobaan Anda akan **dibatalkan (gugur)**.
- Anda harus membersihkan semua peralatan setelah selesai ujian (dalam waktu 210 menit tersebut). Jika Anda menyelesaikan ujian tanpa membersihkan peralatan maka ujian Anda dianggap gugur.
- Anda setiap saat harus mengenakan kacamata pengaman dan masker selama ada di laboratorium pada saat melakukan percobaan.
- Cek terlebih dahulu peralatan yang ada di meja, sesuaikan dengan daftar yang tersedia.
- Bahan kimia dan peralatan laboratorium tidak boleh diisi ulang atau diganti. Apabila hal ini terjadi (selain daripada yang diperbolehkan) akan menghasilkan pengurangan 5 poin.
- Tuliskan nama dan asal sekolah Anda pada setiap lembar jawaban. Jangan lepaskan lembaran-lembaran tersebut.
- Semua hasil/data harus ditulis di dalam lembar kerja yang tersedia pada lembar jawaban. Tuliskan semua hasil perhitungan yang dilakukan. Jika hanya mencantumkan nilai akhir dari perhitungan, maka tidak akan dinilai.
- Anda akan membutuhkan pemakaian ulang beberapa peralatan gelas selama ujian. Bersihkan dengan cermat di tempat yang terdekat dengan meja Anda.
- Gunakan wadah limbah untuk pembuangan cairan organik. Pembuangan limbah ke tempat yang bukan semestinya akan mengakibatkan pengurangan poin sebesar 20 poin.
- Ketika Anda telah menyelesaikan ujian, Anda harus meletakkan lembar jawaban Anda di atas meja laboratorium yang akan diambil oleh asisten pengawas ujian.
- Lembar ujian ini terdiri dari 12 halaman.

Soal 1. Besi Oksida Fe_3O_4 sebagai Penyerap Zat Warna

Besi oksida (Fe_3O_4) adalah campuran besi(II)-besi(III) oksida yang dapat dibuat dari pemanasan campuran besi(II)-besi(III) hidroksida. Besi-oksida Fe_3O_4 dapat digunakan sebagai penyerap zat warna yang sering mengganggu pencemaran lingkungan aquatik. Pada percobaan ini akan dipelajari aktivitas Fe_3O_4 sebagai penyerap zat warna skala kecil. Proses penyerapan warna dilakukan dalam media kolom mini yang dirakit sendiri. Konsentrasi zat warna sebelum dan sesudah keluar dari kolom mini ditentukan dengan metoda kolorimetri secara visual yaitu dengan membandingkan warna larutan terhadap warna larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya.

I. Alat dan bahan yang diperlukan tersedia dalam kantong plastik besar

- | | |
|--|------------|
| a. Alat suntik 5 mL lengkap dengan jarumnya | 2 set |
| b. Sampel-1 | 1 botol |
| c. Sampel-2 | 1 botol |
| d. Botol plastik kosong | 4 buah |
| e. Aquadest dalam botol tetes | 1 botol |
| f. Kertas isap | |
| g. Styrofoam berlubang penyangga botol plastik | |
| h. Peralatan untuk membuat kolom tersedia dalam kantong plastik kecil, terdiri dari: | |
| Kolom plastik mini | 2 buah |
| Tusuk gigi | 2 buah |
| Dupleks (karton tebal) berlubang | 2 buah |
| Potongan kapas kecil | secukupnya |
| Fe_3O_4 (serbuk-1) | 0,2 g |
| Fe_3O_4 (serbuk-2) | 0,1 g |

II. Alat dan bahan yang digunakan bersama

Larutan standar dengan konsentrasi 0,01 sampai 0,05% v/v

III. Prosedur kerja

Ada 3 percobaan yang harus dilakukan yaitu: 1) merakit kolom mini; 2) melakukan penyerapan zat warna dalam kolom mini yang dilanjutkan dengan penentuan konsentrasi zat warna menggunakan metoda kolorimetri visual; dan 3) Melakukan uji kategori zat warna. Semua percobaan ini dilakukan dengan peralatan skala kecil.

Mohon setiap peserta bekerja dengan cermat, larutan jangan tumpah atau tercecer di meja kerja. Sampel-1 dan serbuk-1 untuk **percobaan B**, sedangkan Sampel-2 dan serbuk-2 untuk **percobaan C**. Jangan tertukar!!!. Pengukuran volume larutan dilakukan dengan alat suntik, pengukuran volume harus teliti dan hati-hati saat menggunakan jarum suntik jangan sampai menusuk kulit.

A. Merakit kolom mini

- Masukkan satu potong kapas ke dalam kolom plastik mini.
- Gunakan tusuk gigi untuk membuat kapas menutupi lubang kolom tersebut.
- Masukkan **serbuk-1** ($0,2 \text{ g Fe}_3\text{O}_4$) ke dalam kolom plastik tersebut.
- Upayakan serbuk tersusun rapi dalam kolom tersebut.
- Pasang kolom mini tersebut di atas botol plastik menggunakan penyangga karton dupleks yang berlubang.
- Letakkan peralatan yang sudah dirakit ini pada lubang *styrofoam* seperti pada **Gambar 1**.



Gambar 1 Kolom Mini

B. Proses penyerapan zat warna

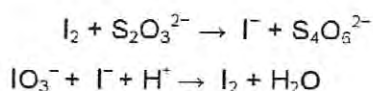
- a. Tuliskan **nomor sampel** anda pada lembar kerja.
- b. Dengan alat suntik, ambil 1,0 mL larutan **sampel-1** secara akurat, kemudian masukkan ke dalam botol plastik kosong.
- c. Tambahkan 3,0 mL aquades dengan alat suntik lainnya secara akurat.
- d. Aduk larutan ini dengan tusuk gigi, amati miniskus atas 4,0 mL larutan ini menyentuh tepat tanda batas pada leher botol plastik tersebut.
- e. Tentukan konsentrasi larutan ini dengan membandingkan warna larutan terhadap warna larutan standar yang tersedia pada Asisten Lab.
- f. Catat konsentrasi larutan tersebut dalam lembar kerja dan minta paraf asisten lab sebagai tanda setuju.
- g. Alirkan larutan tersebut ke dalam kolom mini sedikit demi sedikit.
- h. Tampung larutan yang keluar dari kolom mini tersebut dalam botol plastik kosong.
- i. Setelah semua larutan sampel melewati kolom mini tersebut, bilas kolom tersebut dengan sedikit aquades sampai miniskus atas larutan tepat menyentuh pada tanda batas yang berarti volume larutan = 4,0 mL.
- j. Tentukan konsentrasi larutan yang keluar dari kolom, dengan membandingkan warna larutan terhadap warna larutan standar yang tersedia pada Asisten Lab.
- k. Catat konsentrasi larutan tersebut dalam lembar kerja dan minta paraf asisten lab sebagai tanda setuju.
- l. Ulangi pekerjaan b) sampai k) dengan menggunakan kolom yang sudah digunakan pada percobaan yang sama (pengulangan ini dinyatakan sebagai Percobaan B2)
- m. Setelah kolom mini digunakan untuk percobaan B dan B2, bilas kolom dengan aquadest dan tampung larutan hasil bilasan dalam botol plastik lainnya sampai volume 4,0 mL.
- n. Tentukan konsentrasi larutan ini dengan cara yang sama seperti di atas.
- o. Catat semua data pada lembar kerja.

C. Uji kategori zat warna

- a. Rakit kolom mini yang baru menggunakan **serbuk-2** (**0,1 g** Fe_3O_4).
- b. Alirkan larutan sampel-2 langsung ke dalam kolom mini tersebut dengan cermat (tanpa pengenceran).
- c. Tampung larutan yang keluar dari kolom tersebut dalam botol plastik kosong.
- d. Amati warna larutan yang keluar dari kolom tersebut.
- e. Ukur volume larutan (mL) yang keluar dari kolom menggunakan alat suntik.
- f. Catat semua data pada lembar kerja dan jawab semua pertanyaan.

Soal 2. Penentuan dan Identifikasi Asam Organik

Konsentrasi asam dapat ditentukan dengan titrasi iodometri melalui reaksi antara sampel asam dengan campuran iodat/iodida (IO_3^-/I^-). Reaksi tersebut menghasilkan sejumlah iod yang proporsional dan dapat ditentukan melalui titrasi dengan tiosulfat. Laju reaksi bergantung kepada konsentrasi H^+ , dan akan berkurang seiring dengan keberlangsungan reaksi. Reaksi yang berlangsung dalam percobaan ini (**belum setara**) adalah sebagai berikut:



Bahan kimia dan Pereaksi

- Larutan sampel asam hidroksi karboksilat ($\text{R}(\text{OH})_x(\text{COOH})_y$).
- Larutan baku natrium tiosulfat $\pm 0,1$ M.
- Larutan kalium iodida, KI, 1 M.
- Larutan kalium iodat, KIO_3 , 3% (w/w).
- Kalsium klorida (2 bungkus, masing-masing sudah ditimbang 0,2 g)
- Larutan indikator kanji/amilum.
- Larutan penyangga (*buffer*) 1.
- Larutan penyangga (*buffer*) 2.
- Larutan eluen pengembang KLT
- Penampak noda KLT/ pembangkit warna (larutan bromkresol hijau 1%).
- Larutan standar sampel untuk KLT. (Asam laktat, Asam tartarat, Asam sitrat)

Peralatan dan Perlengkapan Lab

- Satu set peralatan praktikum pada baki plastik berisi botol pereaksi dan botol titrasi.
- Pipet plastik.
- Masker Respirator.
- Kacamata Google
- Sarung tangan karet.
- Pinset.
- Pelat KLT (kromatografi lapis tipis) dan pipa kapiler penotol.
- Botol kaca untuk wadah pengembang KLT yang sudah dilengkapi kertas saring dan penutup aluminium foil.

Peralatan yang Digunakan Bersama

- pH-Meter, dengan akurasi $\pm 0,01$ → dipakai bersama oleh dua orang peserta.
- Pengereng rambut → dipakai bersama oleh peserta dalam satu ruang laboratorium/kelas.

Prosedur

I. Penentuan Konsentrasi Larutan Sampel Asam Hidroksi Karboksilat

1. Pipet sampel larutan asam hidroksi karboksilat menggunakan pipet tetes plastik, kemudian masukkan sebanyak 20 tetes larutan tersebut ke dalam botol plastik kosong untuk dititrasi.
2. Tambahkan 5 tetes larutan KI 1 M dan 5 tetes larutan KIO_3 3% ke dalam botol titrasi berisi larutan sampel, kemudian tambahkan 0,2 g CaCl_2 ke dalam botol titrasi dan **segera tutup botol titrasi tersebut (menggunakan tutupnya)** sambil digoyangkan perlahan hingga CaCl_2 larut sempurna ($\pm 1,5$ menit).
3. Titrasi larutan dalam botol titrasi menggunakan larutan baku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ **sampai warna larutan menjadi lebih muda**, kemudian tambahkan indikator amilum sebanyak 1- 2 tetes ke dalam botol titrasi, dan **lanjutkan titrasi sampai warna biru tepat hilang**.
4. Catat jumlah tetes volume penitrasi (**catatan: 1 tetes = 0,030 mL**). Lakukan proses titrasi sebanyak dua kali.
5. Tentukan konsentrasi larutan sampel asam dan jawablah pertanyaan-pertanyaan pada Lembar Jawaban.

II. Identifikasi Asam Hidroksi Karboksilat dalam Sampel

Untuk menentukan identitas asam hidroksi karboksilat dalam sampel, maka dilakukan proses identifikasi berdasarkan nilai pK_a dari asam hidroksi karboksilat, sebagaimana ditampilkan pada Tabel-1. Asam dapat diidentifikasi dengan cara mengukur pH larutan *buffer*/ penyangga yang dibuat dari sampel asam hidroksi karboksilat dan larutan natrium hidroksida, yaitu ketika konsentrasi asam dan basa konjugatnya sama.

Tabel-1. Nilai pK_a beberapa asam hidroksi karboksilat

Asam	pK_{a1}	pK_{a2}	pK_{a3}
Laktat($\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3$)	3,86	-	-
Tartarat($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$)	3,04	4,37	-
Sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)	3,13	4,76	6,40

Cara menentukan identifikasi asam hidroksi karboksilat dalam sampel adalah sebagai berikut:

1. Nyalakan pH-meter dan lakukan kalibrasi menggunakan larutan standar pH = 4,01 dan pH=6,86 yang tersedia.

Catatan:

- Perhatikan baik-baik cara penggunaan pH-meter yang sudah dijelaskan pada saat *technical meeting*.
 - Setelah kalibrasi, beri label nama pada pH-meter anda, dan simpan dengan kondisi bagian elektroda . tercelup dalam larutan air demineralisasi yang sudah disediakan !!!.
2. Tuangkan larutan **buffer 1** yang tersedia ke dalam botol plastik tak bertutup kemudian celupkan pH-meter yang sudah dikalibrasi ke dalam larutan buffer tersebut dan catat pH-nya. Lakukan pengukuran sebanyak minimal 2 kali, dengan cara sebagai berikut:
 - Angkat dulu pH-meter dari dalam larutan **buffer 1**, celupkan lagi ke dalam botol berisi larutan pencelup pH meter yang disediakan
 - Angkat pH-meter dan bilas dengan akuades, lap ujung elektroda dengan kertas *tissue*,
 - Kemudian celupkan kembali ke dalam larutan **buffer**. Setelah selesai pengukuran, kembalikan larutan **buffer 1** ke dalam botol tempatnya semula.
 3. Tuangkan larutan **buffer 2** ke dalam botol plastik tak bertutup (yang sudah bersih dari larutan yang digunakan pada tahap ke-2 di atas), kemudian lakukan pengukuran pH seperti tahap ke-2 di atas, catat pH yang terbaca dan lakukan pengukuran sebanyak 2 kali.
 4. Catat semua data, bandingkan data nilai pH yang teramati dengan nilai pK_a pada **Tabel-1**, kemudian jawablah pertanyaan yang ada di Lembar Jawab.

III. Uji KLT Sampel Asam Hidroksi Karboksilat

1. Siapkan pelat KLT, beri garis batas bawah (1,0 cm) dan atas (0,5 cm) dari masing-masing tepi pelat KLT menggunakan pensil

Catatan:

- jangan menekan pensil terlalu dalam, jangan sampai lapisan silikanya menjadi tergores, lihat contoh pada **Gambar-1**.

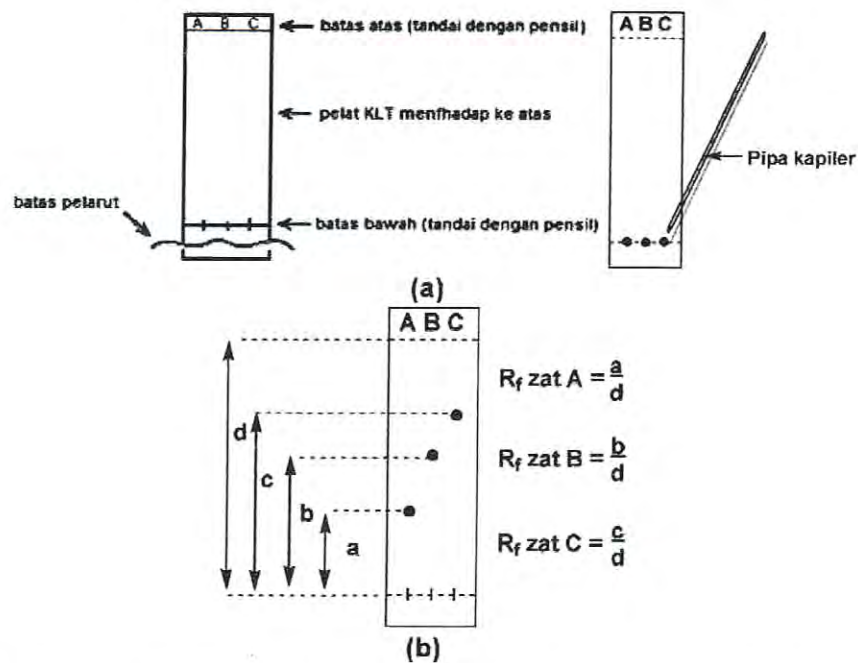
2. Totolkan masing-masing berurutan yaitu: **larutan sampel, larutan standar asam hidroksi- karboksilat yang sudah tersedia** (asam laktat ($C_3H_5O_3$), asam tartarat ($C_4H_5O_6$) dan asam sitrat ($C_6H_7O_7$)) pada pelat KLT yang telah diberi tanda batas bawah seperti pada **Gambar-1**

Catatan:

- **terdapat 4 (empat) sampel pada pelat KLT yang sama .**
 - **Lakukan penotolan tiap larutan sebanyak masing-masing 3 kali di titik yang sama; perhatikan bahwa pada setiap kali penotolan, pastikan selalu bahwa totolan sebelumnya sudah mengering.**
3. Tuangkan seluruh larutan eluen pengembang KLT yang sudah tersedia ke dalam botol kaca yang sudah berisi kertas saring. Tutup botol kaca tersebut dengan aluminium *foil* yang tersedia **serapat mungkin** hingga kertas saring di dalam botol kaca tersebut basah seluruhnya.
 4. Dengan menggunakan pinset, masukkan pelat KLT yang sudah ditotoli dengan sampel ke dalam botol kaca pengembang KLT, dengan posisi bagian bawah pelat KLT yang sudah ditotoli sampel tidak boleh terendam oleh larutan eluen (lihat **Gambar 2**). Tutup kembali botol kaca dengan aluminium *foil* **serapat mungkin** dan lakukan elusi KLT hingga pelarut naik mencapai batas atas pelat KLT.
 5. Setelah proses elusi selesai, angkat pelat KLT dari dalam botol menggunakan pinset, kemudian keringkan pelat KLT di udara. Lakukan penampakan noda dengan cara meneteskan larutan penampak noda bromkresol hijau (sudah tersedia) menggunakan pipet tetes plastik, hingga seluruh permukaan pelat KLT dibasahi oleh penampak noda. Keringkan pelat KLT menggunakan pengering rambut dengan cara memanaskan bagian belakang pelat alumuniumnya hingga muncul noda berwarna kuning. Beri tanda noda-noda yang muncul pada pelat KLT tersebut dengan cara melingkarinya dengan pensil. Tentukan nilai R_f masing-masing noda pada pelat KLT (lihat **Gambar 1**). Nilai R_f adalah "*retardation factor*" atau nilai "*ratio-to-front*" yang diekspresikan sebagai fraksi desimal (Persamaan 1).

Tempelkan pelat KLT pada Lembar Jawab.

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh sampel}}{\text{Jarak yang ditempuh pelarut}} = \frac{\text{Jarak noda dari batas bawah}}{\text{Jarak tempuh pelarut dari batas bawah}} \quad (\text{Persamaan 1})$$



Gambar 2 (a) Cara penotolan pada pelat KLT; dan (b) cara penentuan nilai R_f



Gambar 3 Cara melakukan elusi pada pelat KLT di dalam botol wadah pengembang KLT

Referensi

Ménová, P. dan Putala, M. (editor), 2018, *50th IChO Preparatory Problems: Practical*, International Chemistry Olympiad / Slovakia & Czech Republic, www.50icho.eu, p. 11 – 14