IDN_2

UJIAN PRAKTIKUM

51st — International Chemistry Olympiad
France — Paris — 2019

Making science together!

2019-07-24

2018 ANNÉE DE LA CHIMIE de l'école à l'université 2019

Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

MINISTÈRE DE L'ÉDUCATION NATIONALE ET DE LA JEUNESSE

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR, DE LA RECHERCHE ET DE L'INNOVATION

Instruksi Umum

- Buklet ujian praktikum ini terdiri dari 27 halaman.
- Sebelum memulai ujian praktikum, **Baca** perintah yang diberikan. Anda hanya diberikan waktu 15 menit untuk membaca buklet ujian ini. Anda hanya diperbolehkan **membaca** selama periode ini; **jangan menulis ataupun menggunakan kalkulator.**
- Segeralah mulai bekerja ketika perintah **Start** diberikan. Anda diberikan waktu selama **5 jam** untuk menyelesaikan ujian ini.
- Anda boleh bekerja dalam urutan yang mana saja, namun **sebaiknya mulailah dengan mengerjakan soal P1**.
- Semua hasil dan jawaban harus ditulis dengan jelas **menggunakan pena di bagian yang diperuntukkan untuk jawaban** pada berkas ujian. Jawaban di luar kotak jawaban tidak akan dinilai.
- Jika anda memerlukan kertas untuk corat-coret, gunakanlah bagian belakang lembar ujian. Ingatlah bawa **di luar tempat yang diperuntukkan untuk jawaban tidak akan dinilai**.
- Versi Bahasa Inggris dapat diminta jika diperlukan, tapi hanya untuk klarifikasi saja.
- Jika Anda perlu meninggalkan laboratorium (untuk ke kamar kecil atau minum atau makan), angkat kartu yang sesuai. Asisten lab akan datang untuk mendampingi Anda.
- Rak di atas meja kerja tidak boleh digunakan selama ujian berlangsung demi kesetaraan luas tempat kerja.
- Anda harus **mengikuti aturan keselamatan** yang ada dalam peraturan IChO. Jika anda melanggar, anda hanya akan menerima satu kali peringatan dari asisten lab. Pelanggaran berikutnya akan membuat anda dikeluarkan dari laboratorium dan ujian praktikum anda tidak akan dinilai.
- Bahan kimia dan peralatan lab, kecuali yang diperingatkan sebelumnya, akan diisi ulang atau digantikan tanpa penalti untuk kecelakaan yang terjadi pertama kali. Setiap kejadian selanjutnya akan diberikan pengurangan 1 poin dari total 40 poin nilai ujian praktikum anda.
- Supervisor lab akan memberi peringatan 30 menit sebelum perintah **Stop** diberikan.
- Anda harus segera berhenti bekerja ketika perintah **Stop** diumumkan. Jika anda tidak berhenti menulis setelah satu menit atau lebih, maka berkas ujian praktikum anda tidak akan dinilai.
- Setelah perintah **Stop** diberikan, supervisor lab akan datang untuk menandatangani berkas ujian anda.
- Setelah Anda dan supervisor lab menandatangani berkas ujian, masukkan berkas ujian ke dalam amplop dan serahkanlah bersama-sama dengan produk yang anda peroleh beserta pelat *thin-layer chromatography* (TLC) anda.

Aturan Keselamatan Lab

- Anda harus menggunakan jas lab yang dikancingkan. Gunakan sepatu tertutup.
- Gunakan selalu kacamata pelindung selama bekerja di lab. Jangan gunakan lensa kontak.
- Jangan makan dan minum di lab. Jangan mengunyah permen karet.
- Bekerjalah hanya di tempat kerja yang sudah ditentukan. Rapikan dan jagalah kebersihan tempat kerja anda.
- Tidak diperbolehkan melakukan percobaan yang tidak diperintahkan. Tidak boleh melakukan modifikasi selama percobaan.
- Jangan memipet menggunakan mulut. Gunakanlah selalu pipet filler karet.
- Segera bersihkan tumpahan dan pecahan peralatan gelas dari meja kerja dan lantai.
- Semua limbah harus dibuang pada tempat yang sesuai untuk mencegah kontaminasi dan cedera. Larutan dengan pelarut air boleh dibuang ke wasbak. Limbah organik harus dibuang ke dalam wadah bertutup yang bertanda limbah organik.

Tetapan Fisik dan Persamaan

Dalam soal ujian ini, diasumsikan aktivitas semua spesi larutan dalam air (*aqueous*) bisa disetarakan dengan konsentrasi dalam satuan mol L^{-1}. Untuk menyederhanakan formula dan lambang, konsentrasi standar $c^\circ = 1$ mol L^{-1} dapat diabaikan.

Bilangan Avogadro:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23}$ mol^{-1}
Tetapan gas universal:	$R = 8.314$ J mol^{-1} K^{-1}
Tekanan standar:	$p^\circ = 1$ bar $= 10^5$ Pa
Tekanan atmosfer:	$P_{atm} = 1$ atm $= 1.013$ bar $= 1.013 \cdot 10^5$ Pa
Nol skala Celsius:	273.15 K
Tetapan Faraday:	$F = 9.649 \cdot 10^4$ C mol^{-1}
Watt:	1 W = 1 J s^{-1}
Kilowatt hour:	1 kWh $= 3.6 \cdot 10^6$ J
Tetapan Planck:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34}$ J s
Kecepatan cahaya dalam ruang hampa:	$c = 2.998 \cdot 10^8$ m s^{-1}
Muatan elektron *elementary*:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19}$ C
Electrical power (Daya Listrik):	$P = \Delta E \times I$
Power efficiency (Efisiensi Daya):	$\eta = P_{obtained}/P_{applied}$
Hubungan Planck-Einstein:	$E = hc/\lambda$
Persamaan gas Ideal:	$pV = nRT$
Energi bebas Gibbs:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$
	$\Delta_r G^\circ = -n F E_{cell}^\circ$
	$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$
Kuosien reaksi, Q untuk reaksi a A(aq) + b B(aq) = c C(aq) + d D(aq):	$Q = \frac{[C]^c[D]^d}{[A]^a[B]^b}$
Persamaan Henderson−Hasselbalch:	$pH = pK_a + \log \frac{[A^-]}{[AH]}$
Persamaan Nernst–Peterson:	$E = E^o - \frac{RT}{zF} \ln Q$
dengan Q adalah kuosien reaksi dari setengah reaksi reduksi	pada $T = 298$ K, $\frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0.059$ V
Hukum Beer–Lambert:	$A = \varepsilon l c$
Hukum laju terintegrasi:	
- orde ke-nol:	$[A] = [A]_0 - kt$
- orde pertama:	$\ln[A] = \ln[A]_0 - kt$
- orde kedua:	$1/[A] = 1/[A]_0 + kt$
Waktu paruh untuk proses orde pertama:	$t_{1/2} = \ln 2/k$
Number average molar mass M_n:	$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$
Mass average molar mass M_w:	$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$
Indeks Polydispersity I_p:	$I_p = \frac{M_w}{M_n}$

Catatan

Satuan konsentrasi molar adalah "M" ataupun "mol L^{-1}":

1 M = 1 mol L^{-1} 1 mM = 10^{-3} mol L^{-1} 1 µM = 10^{-6} mol L^{-1}

Tabel Periodik

1																	18
1 H 1.008	2											13	14	15	16	17	2 He 4.003
3 Li 6.94	4 Be 9.01											5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.31	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.63	33 As 74.92	34 Se 78.97	35 Br 79.90	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.95	43 Tc -	44 Ru 101.1	45 Rh 102.9	46 Pd 106.4	47 Ag 107.9	48 Cd 112.4	49 In 114.8	50 Sn 118.7	51 Sb 121.8	52 Te 127.6	53 I 126.9	54 Xe 131.3
55 Cs 132.9	56 Ba 137.3	57-71	72 Hf 178.5	73 Ta 180.9	74 W 183.8	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.1	79 Au 197.0	80 Hg 200.6	81 Tl 204.4	82 Pb 207.2	83 Bi 209.0	84 Po -	85 At -	86 Rn -
87 Fr -	88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -	112 Cn -	113 Nh -	114 Fl -	115 Mc -	116 Lv -	117 Ts -	118 Og -

57 La 138.9	58 Ce 140.1	59 Pr 140.9	60 Nd 144.2	61 Pm -	62 Sm 150.4	63 Eu 152.0	64 Gd 157.3	65 Tb 158.9	66 Dy 162.5	67 Ho 164.9	68 Er 167.3	69 Tm 168.9	70 Yb 173.0	71 Lu 175.0
89 Ac -	90 Th 232.0	91 Pa 231.0	92 U 238.0	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -

Definisi Pernyataan GHS

Pernyataan Bahaya GHS (H-*phrases*) yang berhubungan dengan material yang digunakan dalam soal ujian ini. Berikut definisinya masing-masing.

Bahaya bagi Fisik

H225 Highly flammable liquid and vapor.
H226 Flammable liquid and vapor.
H228 Flammable solid.
H271 May cause fire or explosion; strong oxidizer.
H272 May intensify fire; oxidizer.
H290 May be corrosive to metals.

Bahaya bagi Kesehatan

H301 Toxic if swallowed.
H302 Harmful if swallowed.
H304 May be fatal if swallowed and enters airways.
H311 Toxic in contact with skin.
H312 Harmful in contact with skin.
H314 Causes severe skin burns and eye damage.
H315 Causes skin irritation.
H317 May cause an allergic skin reaction.
H318 Causes serious eye damage.
H319 Causes serious eye irritation.
H331 Toxic if inhaled.
H332 Harmful if inhaled.
H333 May be harmful if inhaled.
H334 May cause allergy or asthma symptoms or breathing difficulties if inhaled.
H335 May cause respiratory irritation.
H336 May cause drowsiness or dizziness.
H351 Suspected of causing cancer.
H361 Suspected of damaging fertility or the unborn child.
H371 May cause damage to organs.
H372 Causes damage to organs through prolonged or repeated exposure.
H373 May cause damage to organs through prolonged or repeated exposure.

Bahaya bagi Lingkungan

H400 Very toxic to aquatic life.
H402 Harmful to aquatic life.
H410 Very toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H411 Toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H412 Harmful to aquatic life with long-lasting effects.

Bahan Kimia

Untuk Semua Soal

Bahan Kimia	Diberi Label	Pernyataan Bahaya GHS
Deionized water dalam: - Botol semprot (di meja) - Botol plastik (di meja) - Jerigen plastik (di lemari asam)	**Deionized Water**	Tidak berbahaya
Etanol, dalam botol semprot	**Ethanol**	H225, H319
Sampel *white wine*, 300 mL dalam botol plastik coklat	**Wine sample**	H225, H319

Untuk Soal P1

Bahan Kimia	Diberi Label	Pernyataan Bahaya GHS
4-nitrobenzaldehyde, 1.51 g dalam vial kaca coklat	**4-nitrobenzaldehyde**	H317, H319
Eluen A, 20 mL dalam vial kaca	**Eluent A**	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluen B, 20 mL dalam vial kaca	**Eluent B**	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone® (potassium peroxomonosulfate salt), 7.87 g dalam botol plastik	**Oxone®**	H314
Sampel 4-nitrobenzaldehyde untuk TLC	**TLC standard**	H317, H319

Untuk Soal P2

Bahan Kimia	Diberi Label	Pernyataan Bahaya GHS
1 M potassium thiocyanate solution, 20 mL dalam botol plastik	**KSCN 1 M**	H302+H312+H332, H412
0.00200 M potassium thiocyanate solution, 60 mL dalam botol plastik	**KSCN 0.00200 M**	Tidak berbahaya
1 M perchloric acid solution, 10 mL dalam botol plastik	**$HClO_4$**	H290, H315, H319
0.00200 M iron(III) solution, 80 mL dalam botol plastik	**Fe(III) 0.00200 M**	Tidak berbahaya
0.000200 M iron(III) solution, 80 mL dalam botol plastik	**Fe(III) 0.000200 M**	Tidak berbahaya
0.3% hydrogen peroxide solution, 3 mL dalam botol plastik coklat	**H_2O_2**	Tidak berbahaya

Untuk Soal P3

Bahan Kimia	Diberi Label	Pernyataan Bahaya GHS
0.01 M iodine solution, 200 mL dalam botol plastik coklat	**I_2**	H372
0.03 M sodium thiosulfate solution, 200 mL dalam botol plastik	**$Na_2S_2O_3$**	Tidak berbahaya
1 M NaOH solution, 55 mL dalam botol plastik	**NaOH**	H290, H314
2.5 M sulfuric acid solution, 80 mL dalam botol plastik	**H_2SO_4**	H290, H315, H319
0.5 M potassium iodide solution, 25 mL dalam botol plastik	**KI**	H372
Potassium iodate, *ca* 100 mg (exact mass written on the label), dalam vial kaca	**KIO_3**	H272, H315, H319, H335
Starch solution, 25 mL dalam botol plastik	**Starch**	Tidak berbahaya

Peralatan

Untuk Semua Soal

Peralatan Pribadi	Jumlah
Pipet filler karet	1
Kacamata pelindung	1
1 L botol plastik untuk limbah organik, berlabel "**Organic waste**"	1
Lap kertas	15 lembar
Kertas isap atau kertas timbang	30 lembar
Spatula (besar)	1
Spatula (kecil)	1
Stopwatch	1
Pensil	1
Penghapus	1
Pena hitam	1
Spidol hitam untuk peralatan gelas	1
Penggaris	1

Peralatan Bersama	Jumlah
Lampu UV untuk penampakan TLC	2 per lab
Colorimeter	5 per lab
Sarung tangan	Semua ukuran (S, M, L, XL) tersedia sesuai permintaan kepada asisten lab
Ember Es	1 per lab

Untuk Soal P1

Peralatan Pribadi	Jumlah
Statif yang dilengkapi dengan: - Pemegang klem dan klem kecil - Pemegang klem dan klem besar	1 2 1
Labu *ground-joint* Erlenmeyer, 100 mL	1
Labu *ground-joint* Erlenmeyer, 50 mL	1
Kondensor refluks	1
Pemanas listrik berpengaduk (*Hotplate stirrer*)	1
Penangas kaca untuk kristalisasi	1
Batang pengaduk magnet	1
Labu isap	1
Corong Büchner dengan adaptor karet	1
Kantong plastik berisi 3 lembar kertas saring	1
Cawan Petri	1
Wadah pengelusi TLC, berlabel "**TLC elution chamber**"	1
Kantong plastik berisi 3 pelat TLC (dengan indicator berfluorens), berlabel Kode Siswa	1
Pipa kapiler TLC (dalam cawan Petri)	4
Pinset plastik	1
Batang pengaduk kaca	1
Gelas ukur, 25 mL	1
Gelas kimia, 150 mL	2

Corong plastik	1
Pipet plastik	2
Vial kaca coklat bertutup, untuk sampel TLC, 1.5 mL, berlabel **C** dan **R**	2
Vial kaca bertutup yang sudah ditimbangkan, 10 mL, berlabel **Kode Siswa**	1
Batang untuk mengambil batang pengaduk magnet	1

Untuk Soal P2

Peralatan Pribadi	Jumlah
Pipet seukuran (volumetrik), 10 mL	1
Pipet ukur, 10 mL	3
Pipet ukur, 5 mL	3
Rak tabung reaksi	1
Tabung reaksi	15
Tutup tabung reaksi	7
Kuvet colorimeter, *path length* 1.0 cm	2
Gelas kimia, 100 mL	2
Pipet plastik	15

Untuk soal P3

Peralatan Pribadi	Jumlah
Statif yang dilengkapi klem buret	1
Buret, 25 mL	1
Corong penyaring kaca	1
Labu Erlenmeyer, 100 mL	3
Labu Erlenmeyer, 250 mL	3
Gelas kimia, 150 mL	1
Gelas kimia, 100 mL	2
Labu ukur (volumetrik), 100 mL, dengan tutupnya	1
Pipet seukuran (volumetrik), 50 mL	1
Pipet seukuran (volumetrik), 25 mL	1
Pipet seukuran (volumetrik), 20 mL	1
Gelas ukur, 25 mL	1
Gelas ukur, 10 mL	1
Gelas ukur, 5 mL	1
Pipet plastik	3
Parafilm	20 lembar

Soal P1 13% dari total	Pertanyaan	*Yield*	Kemurnian	TLC	P1.1	P1.2	Total
	Poin	12	12	8	2	3	37
	Nilai						

Soal P1. Oksidasi nitrobenzaldehyde ýang lebih 'hijau'

Selama dekade terakhir, kimiawan telah berupaya untuk menggantikan reagen berbahaya dalam proses oksidasi untuk mengurangi limbah beracun dan berbahaya. Dalam soal ini, potassium peroxomonosulfate dipilih sebagai zat pengoksidasi, karena hanya menghasilkan produk samping garam non-toksik dan non-polutan. Senyawa tersebut tersedia sebagai Oxone®. Selain itu, reaksi tersebut berlangsung dalam campuran air dan etanol, yang juga dikelompokkan sebagai pelarut 'hijau'.

Tugas anda adalah melakukan oksidasi 4-nitrobenzaldehyde, merekristalisasi produk, membandingkan eluen TLC dan menguji kemurnian produk dengan TLC.

Catatan: limbah etanol dan eluen harus dibuang ke dalam botol bertuliskan "Organic waste".

Prosedur

I. Oksidasi 4-nitrobenzaldehyde

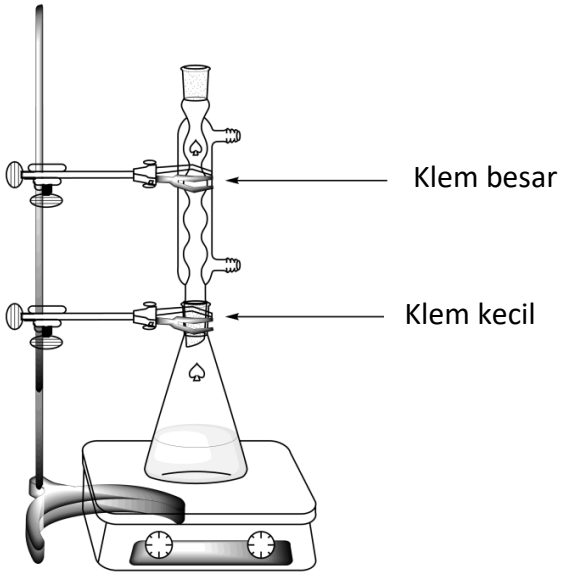
1. **Campurkan** 20 mL air dan 5 mL etanol.

2. **Masukkan** batang magnet ke dalam labu ***ground-joint*** Erlenmeyer 100 mL.

3. **Masukkan** 1.51 g 4-nitrobenzaldehyde yang sudah ditimbangkan ke dalam labu Erlenmeyer. **Tambahkan** semua campuran air/etanol yang telah disiapkan sebelumnya. **Klem** labu Erlenmeyer pada statif. **Mulai pengadukan** campuran, lalu **tambahkan** 7.87 g Oxone® yang sudah ditimbangkan.

4. **Pasang** kondensor refluks dengan cara melonggarkan klem besar dan sesuaikan dengan posisi leher labu *ground-joint* Erlenmeyer (Lihat Gambar 1). **Angkat** kartu HELP. Asisten lab akan menjalankan air dan menyalakan pemanas listrik.

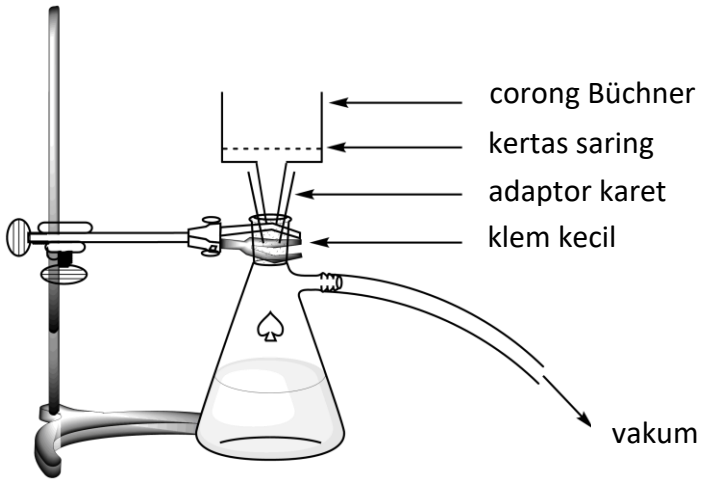
5. **Panaskan** campuran reaksi sehingga proses refluks berlangsung perlahan (1 tetes pelarut yang terefluks per detik) selama 45 menit. Tandai pada pemanas listrik untuk memastikan posisi knop pada alat ketika proses refluks berlangsung perlahan.



Gambar 1. Rangkaian untuk pemanasan campuran reaksi secara refluks

6. Kemudian **matikan** pemanas listrik. **Geser** pemanas listrik dan **biarkan** campuran reaksi selama 10 menit hingga mencapai suhu kamar. Selanjutnya, **letakkan** labu di dalam penangas kaca untuk kristalisasi yang telah diisi campuran es-air. **Biarkan** proses pendinginan berlangsung selama 10 menit lagi.

7. **Pasang** peralatan penyaringan vakum (lihat Gambar 2) menggunakan corong Büchner, selembar kertas saring dan labu isap yang diklem pada statif agar aman. **Angkat** kartu HELP. Asisten lab akan datang dan menunjukkan cara bagaimana menghubungkan labu isap ke sumber pengisap vakum.



Gambar 2. Rangkaian alat untuk penyaringan vakum

8. **Basahi** kertas saring dengan air dan **pastikan** kertas saring menutupi semua lubang pada corong Büchner.

9. **Tuangkan** suspensi produk kasar ke dalam corong Büchner dan **nyalakan** sumber vakum. **Cuci** padatan sesempurna mungkin dengan *deionized water* (sedikitnya 4×20 mL).

10. **Biarkan** proses pengisapan dilakukan selama 5 menit lagi untuk mengeringkan produk. **Matikan** sumber vakum. **Gunakan** spatula kecil untuk memindahkan produk seujung spatula ke dalam vial kaca coklat ukuran 1,5 mL, **berlabel C**. **Tutup** vial dan **simpan** untuk Bagian III.

11. **Pindahkan** semua padatan yang tersisa ke dalam labu *ground-joint* Erlenmeyer 50 mL.

12. **Buang** filtrat ke dalam botol "Organic waste" dan **cuci** labu isap beserta corong Büchner dengan etanol dan air. **Buang** bilasan etanol ke dalam botol "Organic waste".

II. Rekristalisasi Produk

1. **Campurkan** 9 mL air dan 21 mL etanol.

2. **Lakukan** rekristalisasi terhadap produk kasar yang terdapat di dalam labu *ground-joint* Erlenmeyer 50 mL dengan campuran air/etanol tersebut secukupnya, gunakan perangkat refluks untuk proses pemanasan refluks (lihat Gambar 1). **Angkat** kartu HELP. Asisten lab akan datang untuk menjalankan air dan menyalakan pemanas listrik. **Tambahkan** pelarut secukupnya, jika diperlukan, melalui bagian atas kondensor.

3. Ketika produk telah mengkristal, **gunakan** prosedur yang sama dengan sebelumnya (I.7 hingga I.10) untuk mengumpulkan produk. **Gunakan** spatula kecil yang sudah bersih untuk

memindahkan seujung spatula produk rekristalisasi ke dalam vial kaca coklat ukuran 1.5 mL, **berlabel R**. **Tutup** vial dan **simpan** untuk Bagian III.

4. **Pindahkan** padatan murni ke dalam vial yang sudah ditimbangkan berlabel Kode Siswa anda. **Tutup** vial tersebut.

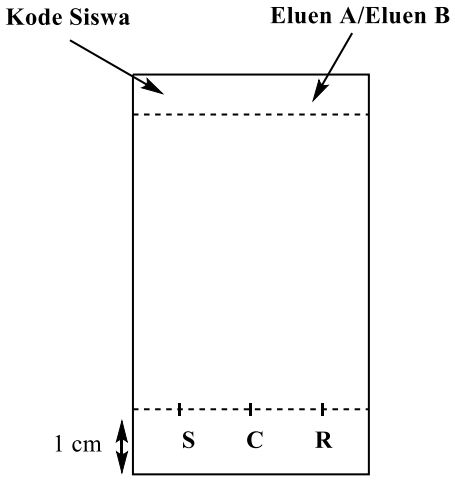
5. **Buang** filtrat ke dalam botol "Organic waste" dan **angkat** kartu HELP. Asisten lab akan datang untuk mematikan air kondensor.

III. Analisis TLC

1. **Siapkan wadah pengelusi. Isilah** wadah pengelusi berlabel "*elution chamber*" dengan eluen A pada ketinggian sekitar 0.5 cm dari dasar wadah. Tutup wadah dengan cawan Petri. **Tunggu** hingga eluen menjenuhkan atmosfer dalam wadah pengelusi.

2. **Siapkan sampel anda**. Anda akan diberi sampel 4-nitrobenzaldehyde dalam vial kaca coklat berlabel **TLC standard** (tuliskan sebagai **S** pada pelat TLC). Anda sudah menyisihkan sedikit sampel produk kasar (vial **C**) dan produk rekristalisasi (vial **R**) di dalam dua vial kaca coklat dari percobaan sebelumnya. **Tambahkan** sekitar 1 mL etanol ke dalam masing-masing vial tersebut untuk melarutkan sampel.

3. **Siapkan pelat TLC**. Gunakan pensil untuk **menggambar** garis awal secara hati-hati (1 cm di atas batas bawah pelat) dan **tandai** posisinya untuk menotolkan 3 sampel. **Berikan label** di bawah tanda tersebut berturut-turut dengan huruf **S** (senyawa awal), **C** (produk kasar) dan **R** (produk rekristalisasi), seperti pada Gambar 3. Pada bagian kiri atas, **tuliskan Kode Siswa** anda. Pada bagian kanan atas, **tuliskan** eluen yang anda gunakan (pertama **Eluen A**, kemudian **Eluen B**). **Totolkan** ketiga sampel pada pelat menggunakan pipa kapiler.



Gambar 3. Penyiapan pelat TLC

4. **Lakukan analisis TLC**. Dengan menggunakan pinset, **masukkan** pelat TLC ke dalam wadah pengelusi dan **tutup** dengan cawan Petri. **Biarkan** eluen **mencapai** sekitar 1 cm di bawah batas atas pelat. Dengan menggunakan pinset, **keluarkan** pelat, tandai batas eluen dengan pensil dan biarkan pelat kering di udara terbuka.

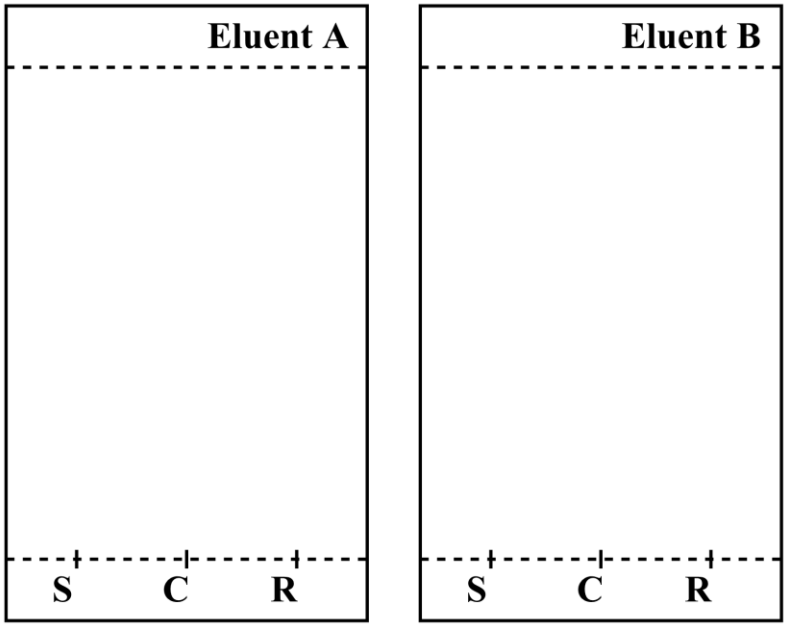
5. **Penampakkan pelat TLC. Letakkan** pelat TLC di bawah lampu UV yang terletak di meja umum. **Lingkari** semua noda yang tampak menggunakan pensil.

6. **Buang eluen ke dalam botol "Organic waste".**

7. **Ulangi** tahap 1, 3, 4, 5, dan 6 menggunakan eluen B.

8. **Masukkan** pelat anda di dalam kantong plastik berlabel Kode Siswa anda.

Hasil analisis TLC (**lengkapi** skema berikut dengan hasil yang anda peroleh). Gunakan gambar tersebut untuk membantu menjawab pertanyaan berikut. Skema berikut tidak akan dinilai.



Pada akhir ujian praktikum ini, supervisor lab akan mengambil:
- Vial kaca berlabel **Kode Siswa** yang berisi produk rekristalisasi yang anda peroleh;
- Pelat TLC A dan B dalam kantong plastik berlabel **Kode Siswa** anda.

Barang yang harus dikumpulkan			
Produk rekristalisasi	□		
Pelat TLC A	□		
Pelat TLC B	□		
Tanda tangan		Siswa	Supervisor Lab

Pertanyaan

1. **Gambarkan** struktur produk organik akhir dari reaksi 4-nitrobenzaldehyde dan Oxone®.

2. Berdasarkan hasil analisis TLC, **jawab** pertanyaan-pertanyaan berikut.

- Eluen mana yang lebih baik untuk memonitor keberlangsungan reaksi?

□ **A** □ **B**

- Produk kasar (C) mengandung sedikit 4-nitrobenzaldehyde.

□ **Betul** □ **Salah**

- Produk rekristalisasi (R) mengandung sedikit 4-nitrobenzaldehyde.

□ **Betul** □ **Salah**

Soal P2 14% of total	Pertanyaan	Kalibrasi	Penentuan kadar besi	P2.1	P2.2	P2.3	Penentuan stoikiometri	P2.4	P2.5	Total
	Poin	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Nilai									

Soal P2. Umur besi pada wine

Besi adalah unsur yang secara alami ditemukan pada *wine*. Ketika konsentrasinya melebihi 10 sampai 15 mg per liter, terjadi oksidasi besi(II) menjadi besi(III) yang menyebabkan penurunan kualitas karena terbentuk endapan. Oleh karena itu penting untuk menguji kadar besi dalam *wine* selama produksi.

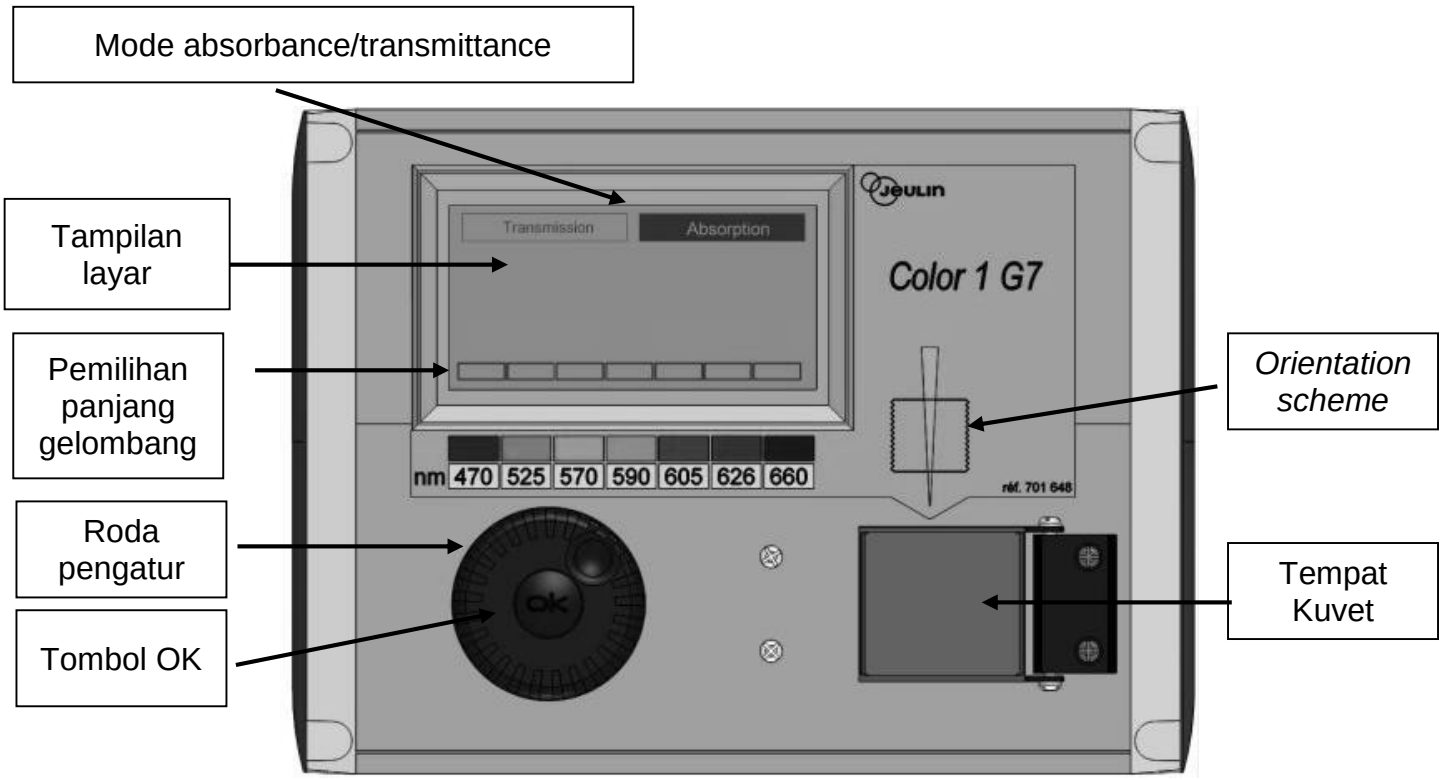
Spesies besi dengan konsentrasi sangat rendah dapat ditentukan melalui pembentukan senyawa kompleks berwarna dari besi(III) dengan ligan thiocyanate SCN^- yang diukur secara spektrofotometri.

Tugas Anda adalah menentukan konsentrasi besi total dari sampel *white wine* menggunakan spektrofotometri, dan menentukan stoikiometri dari kompleks besi(III) – thiocyanate.

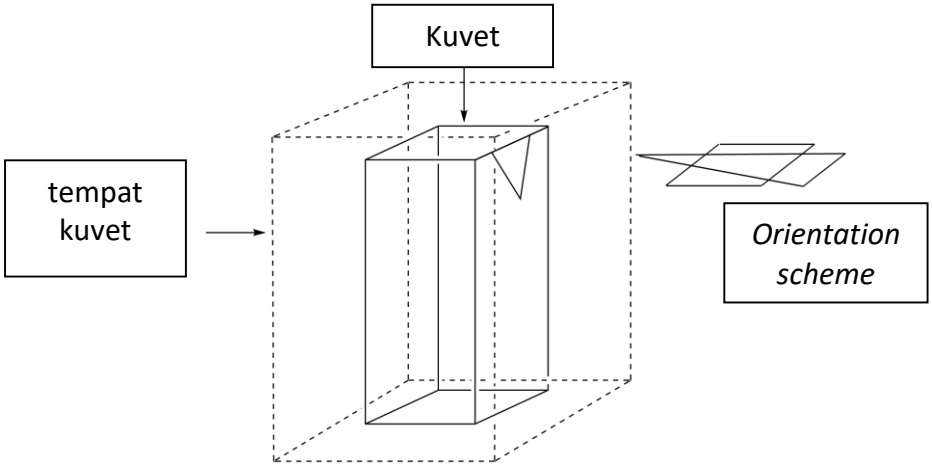
Perhatian

- Pada tugas ini, tersedia dua larutan besi(III) dan dua larutan potassium thiocyanate yang berbeda konsentrasinya. Hati-hati jangan sampai bingung dan tertukar.
- Larutan-larutan yang telah siap diukur menggunakan spektrofotometri, dicatat nilai absorbansinya. Pencatatan dilakukan tidak lebih dari satu jam setelah penambahan thiocyanate.
- Ketika Anda memerlukan colorimeter, angkat kartu HELP. Asisten lab akan memberikan Anda sebuah colorimeter. Anda dapat menggunakan colorimeter tersebut selama 15 menit. Asisten lab akan mengambil kembali colorimeter setelah pengukuran anda selesai, atau setelah lewat waktu 15 menit. Jika tidak ada colorimeter yang tersedia untuk Anda karena sedang digunakan peserta lain, nama Anda akan dicatat dalam daftar tunggu.
- Instruksi penggunaan colorimeter ada pada halaman berikutnya.
- Anda hanya diberi kesempatan menggunakan colorimeter tiga kali untuk soal ini.

Instruksi penggunaan colorimeter



- Hidupkan colorimeter.
- Pastikan mode "Absorbance" yang dipilih. Jika tidak, putar roda pengatur sampai garis putus-putus muncul di sekitar "Absorbance" dan kemudian tekan tombol OK.
- Putar roda pengatur sampai garis putus-putus muncul di sekitar panjang gelombang (470 nm). Tekan tombol OK.
- Isi kuvet dengan larutan blanko setinggi sekitar 3 cm kemudian tempatkan dalam tempat kuvet. Hati-hati saat memasukkan kuvet, (lihat arah yang benar pada colorimeter, sinar berada pada arah panah kuning, lihat gambar di bawah), dan tekan kuvet ke bawah sampai posisi akhir yang tepat. Tutup penutupnya.
- Putar roda pengatur sampai garis putus-putus muncul di sekitar "Absorbance" dan kemudian tekan tombol OK. Putar lagi roda pengatur, untuk memunculkan "Calibration" dan tekan tombol OK.
- Tunggu sampai tampilan layar menunjukkan nilai 0.00 (atau –0.00).
- Tempatkan kuvet yang telah diisi larutan yang akan dianalisis setinggi sekitar 3 cm dalam wadah. Tutup penutupnya.
- Baca nilai absorbance-nya.



I. Penentuan kadar besi dalam *wine*

Pada percobaan ini, Anda memerlukan larutan besi(III) 0.000200 M dan larutan potassium thiocyanate 1 M.

Prosedur

1. **Siapkan** 6 tabung masing-masing berisi larutan sesuai yang tertera pada Tabel berikut:

Tabung #	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
Larutan besi(III) 0.000200 M	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
Larutan perchloric acid 1 M	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Wine					10.0 mL	10.0 mL
Larutan Hydrogen peroxide					0.5 mL	0.5 mL
Deionized water	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. **Tutup** tabung dengan tutupnya dan **homogenkan** isinya.

3. **Tambahkan** 1.0 mL larutan potassium thiocyanate 1 M pada tabung **1**, **2** **3**, **4** dan **5**. **Jangan** tambahkan larutan ini pada tabung **6**. **Tutup** dan **homogenkan**.

4. Ketika semua tabung sudah siap, **Angkat** kartu HELP untuk mendapatkan colorimeter dari asisten lab.

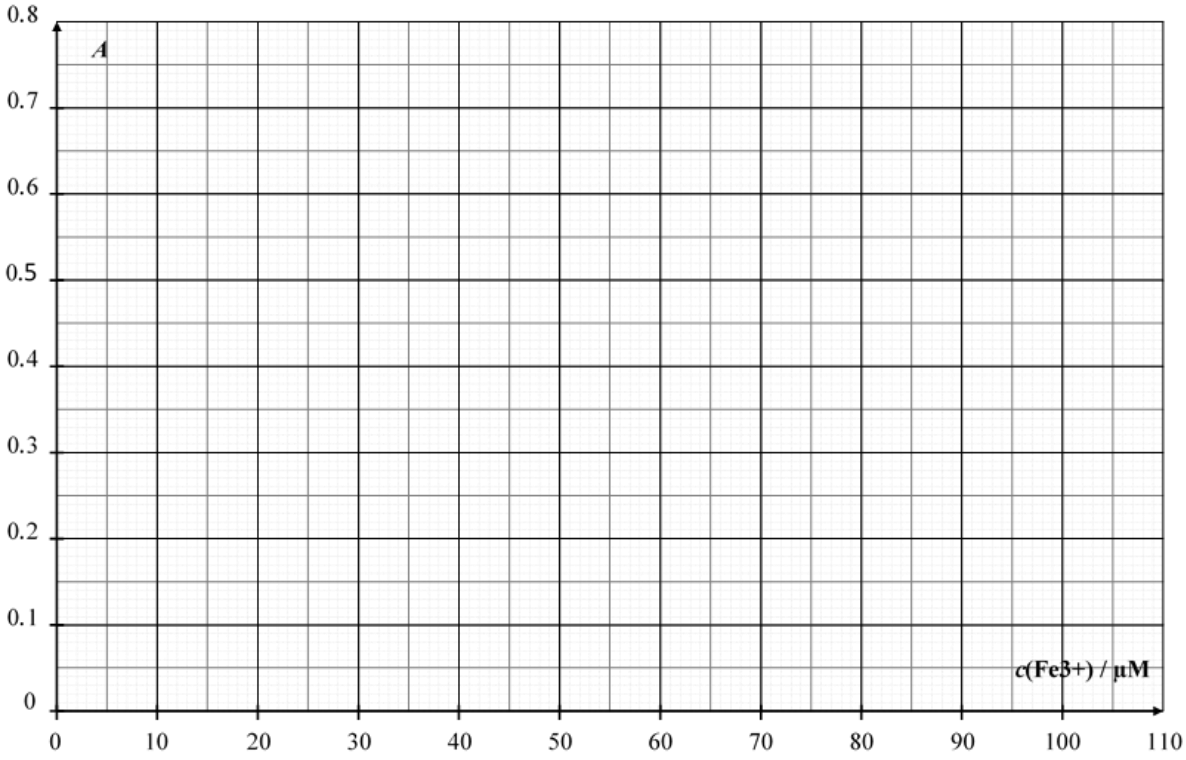
5. **Siapkan** colorimeter menggunakan prosedur yang dijelaskan sebelumnya (lihat halaman 16). **Atur** panjang gelombang pada 470 nm. **Gunakan** *deionized water* sebagai blanko.

6. **Catat** absorbansi setiap tabung (**1** sampai **6**) pada panjang gelombang ini. **Tuliskan** hasilnya pada tabel berikut. **Angkat** kartu HELP untuk mengembalikan colorimeter.

Tabung #	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
Absorbansi (pada 470 nm)						
Konsentrasi analitis Fe^{3+} pada tabung $c(Fe^{3+})$ / µM	16	32	64	96		
Kode Colorimeter						

Pertanyaan

1. **Plot** nilai absorbansi *A* pada tabung **1** sampai **4** sebagai fungsi konsentrasi ion Fe^{3+} pada masing-masing tabung.



- Pada Tabel berikut ini, beri tanda ceklis pada kotak atau kolom data yang akan anda gunakan untuk membuat kurva kalibrasi.

Tabung #	**1**	**2**	**3**	**4**
Nilai Absorbansi yang digunakan untuk kurva kalibrasi				

2. Dengan menggunakan plot di atas dan data yang anda pilih, **gambarkan** garis lurus kalibrasi pada plot di atas dan **tentukan** konsentrasi analitis Fe^{3+} pada tabung **5** (dalam µmol L^{-1}).

$c(Fe^{3+})_{\text{tabung 5}}$ = _____ µmol L^{-1}

Jika anda tidak dapat menghitung c(Fe^{3+}), gunakan nilai c(Fe^{3+}) = 50 µmol L^{-1} untuk mengerjakan soal berikutnya.

3. **Hitung** konsentrasi massa besi yang terkandung dalam *white wine*, dalam satuan mg per liter.

c_m(iron) = _____ mg L^{-1}

II. Penentuan stoikiometri kompleks

Pada bagian ini, Anda membutuhkan larutan besi(III) 0.00200 M dan larutan potassium thiocyanate 0.00200 M.

Prosedur

Pada bagian I dari soal ini, kita gunakan warna dari kompleks besi(III)-thiocyanate untuk menentukan konsentrasi besi dalam sampel *wine*. Bagian II dari soal ini bertujuan untuk menentukan stoikiometri dari kompleks $[Fe_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$ (koordinasi dari air tidak diperhitungkan), dengan *a* dan *b* adalah bilangan bulat tidak lebih besar dari 3.

Tersedia larutan berikut untuk bagian ini:

- Larutan besi(III) 0.00200 M (sudah diasamkan) (80 mL)
- Larutan potassium thiocyanate 0.00200 M (80 mL)

Tersedia pula tabung lengkap dengan tutupnya yang dapat dicuci dan dikeringkan, pipet ukur, kuvet untuk spektrofotometri, colorimeter (harus diminta), dan perlengkapan lain di meja anda yang dapat anda gunakan.

1. **Isi** tiga baris pertama pada tabel berikut ini dengan nilai volume yang akan anda gunakan untuk menentukan stoikiometri kompleks melalui pengukuran spektrofotometri. *Anda tidak harus mengisi semua kolom*. **Hitung** fraksi molar besi(III) pada setiap tabung, menggunakan rumus berikut ini.

$$x(\mathrm{Fe^{3+}}) = \frac{V_{\mathrm{Fe(III)}}}{V_{\mathrm{Fe(III)}} + V_{\mathrm{SCN^-}}}$$

Tabung #	**7**	**8**	**9**	**10**	**11**	**12**	**13**	**14**	**15**
Volume larutan besi(III) 0.00200 M $V_{\mathrm{Fe(III)}}$ / mL									
Volume larutan potassium thiocyanate 0.00200 M $V_{\mathrm{SCN^-}}$ / mL									
Fraksi Molar besi(III) $x(\mathrm{Fe^{3+}})$									
Absorbansi (pada 470 nm)									
Kode Colorimeter									

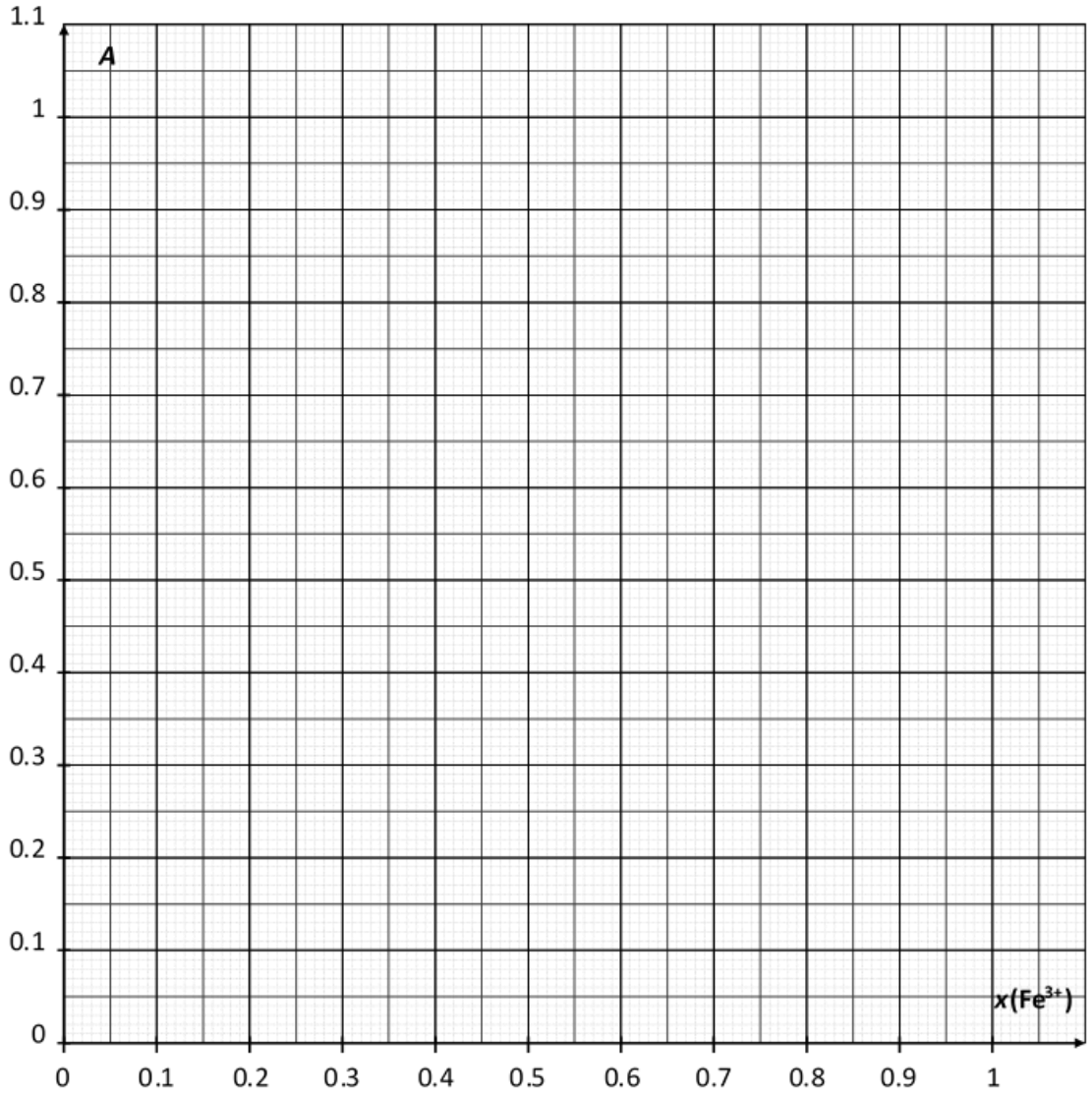
2. **Isi** seluruh tabung-tabung tersebut dengan larutan sesuai Tabel. Jika larutan dalam semua tabung sudah siap diukur, **angkat** kartu HELP untuk mendapatkan colorimeter dari asisten lab.

3. **Siapkan** colorimeter menggunakan prosedur yang telah dijelaskan (lihat halaman 16). **Atur** panjang gelombang pada 470 nm. **Gunakan** *deionized water* sebagai blanko.

4. **Catat** nilai absorbansi setiap larutan pada panjang gelombang ini. **Tuliskan** hasilnya pada tabel di atas.

Pertanyaan

1. **Plot** absorbansi *A* pada tabung-tabung sebagai fungsi fraksi molar besi(III) $x(Fe^{3+})$.



2. Berdasarkan hasil percobaan yang Anda lakukan, **Hitung** stoikiometri dari kompleks $[(Fe)_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$.

a = _____ ***b*** = _____

Soal P3 13% dari total	Pertanyaan	Titrasi I	Titrasi II	Titrasi III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Total
	Poin	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Nilai									

Soal P3. Pengawet Wine

Sulfur dioxide, SO_2, digunakan sebagai pengawet *wine*. Ketika SO_2 ditambahkan dalam *wine*, ia dapat bereaksi dengan air membentuk ion bisulfite, HSO_3^-, dan proton, H^+. Bisulfite dapat dikonversi menjadi sulfite, SO_3^{2-}, dengan melepaskan proton ke dua sesuai reaksi berikut:

$$SO_2 + H_2O = H^+ + HSO_3^-$$
$$HSO_3^- = H^+ + SO_3^{2-}$$

Ketiga bentuk berbeda dari sulfur dioxide dalam air dapat bereaksi dengan zat kimia dalam *wine* seperti acetaldehyde, pigmen, gula dll. membentuk produk P. Konsentrasi total sulfur dioxide adalah jumlah konsentrasi bentuk "bebas" (SO_2, HSO_3^- dan SO_3^{2-}) dan P.

Konsentrasi pengawet harus diatur karena sulfites dan sulfur dioxide dapat menjadi racun bagi beberapa orang. Di Uni Eropa (EU), kadar maksimum sulfur dioxide total adalah 100 mg L^{-1} untuk *red wine* dan 150 mg L^{-1} untuk *white* atau *rosé wine*.

Tugas anda adalah menentukan konsentrasi sulfur dioxide total dari sampel *white wine* dengan cara titrasi iodometri.

Prosedur

I. Standarisasi larutan sodium thiosulfate

1. Tersedia sekitar 100 mg potassium iodate KIO_3 murni dalam vial. Massa sebenarnya tertulis pada label di vial nya. **Tuliskan** data massa tersebut pada Tabel di bawah ini.

2. **Buatlah** larutan potassium iodate dalam labu ukur 100 mL, menggunakan seluruh sampel padatan potassium iodate yang tersedia dan larutkanlah dalam *deionized water* sampai tanda batas. Larutan ini dinyatakan sebagai **S**.

3. Dalam labu Erlenmeyer 100 mL, **tambahkan**:
- 20 mL larutan **S** menggunakan pipet seukuran;
- 5 mL larutan potassium iodide (0.5 M), menggunakan gelas ukur 5 mL;
- 10 mL larutan asam sulfat (2.5 M) menggunakan gelas ukur 10 mL.

4. **Goyangkan** labu Erlenmeyer, **tutup** labu dengan Parafilm dan **simpan** labu dalam lemari selama paling sedikit lima menit.

5. **Isi** buret dengan larutan thiosulfate menggunakan gelas kimia. **Titrasi** larutan dalam labu Erlenmeyer sambil digoyangkan secara konstan. Ketika larutan berubah menjadi kuning pucat, **tambahkan** sepuluh tetes larutan kanji dan **teruskan titrasi** sampai warna larutan tepat berubah menjadi tidak berwarna. **Catat** volume pemakaian titrasi V_1.

6. **Ulangi** prosedur tahap 3-5 sebanyak yang diperlukan.

Massa potassium iodate (Tuliskan sesuai yang tertera pada label)	

Titrasi ke	**V_1 / mL**
1	
2	
3	
Nilai yang dipilih V_1 / mL	

II. Standarisasi larutan iodine

1. Dengan pipet seukuran, **pindahkan** 25 mL larutan iodine berlabel **I_2** ke dalam labu Erlenmeyer 100 mL.

2. **Titrasi** isi labu Erlenmeyer dengan larutan sodium thiosulfate. Ketika larutan berubah menjadi kuning pucat, **tambahkan** sepuluh tetes larutan kanji dan **teruskan titrasi** sampai warna larutan berubah menjadi tidak berwarna. **Catat** volume pemakaian titrasi V_2.

3. **Ulangi** procedur tahap 1-2 sebanyak yang diperlukan.

Titrasi ke	**V_2 / mL**
1	
2	
3	
Volume yang dipilih V_2 / mL	

III. Penentuan sulfur dioxide total

1. Dengan pipet seukuran, **pindahkan** 50 mL sampel *wine* ke dalam Labu Erlenmeyer 250 mL

2. **Tambahkan** 12 mL larutan sodium hydroxide (1 M), menggunakan gelas ukur 25 mL. **Tutup** labu dengan Parafilm, **putar** isi labu dan biarkan larutan paling sedikit 20 menit.

3. **Tambahkan** 5 mL larutan sulfuric acid (2.5 M), dan 2 mL larutan kanji menggunakan pipet ukur plastik.

4. **Titrasi** isi labu Erlenmeyer dengan larutan iodine dalam buret, sampai terbentuk warna gelap yang tidak berubah selama paling sedikit 15 detik. **Catat** volume pemakaian titrasi V_3.

5. **Ulangi** prosedur (tahap 1-4) sebanyak yang diperlukan.

Titrasi ke	**V_3 / mL**
1	
2	
3	
Nilai yang dipilih V_3 / mL	

Pertanyaan

1. **Tuliskanlah** persamaan reaksi setara untuk semua reaksi yang terjadi selama standarisasi larutan sodium thiosulfate.

2. **Hitung** konsentrasi molar larutan sodium thiosulfate. Diketahui massa molar potassium iodate adalah $M(KIO_3) = 214.0$ g mol^{-1}.

$$c(S_2O_3^{2-}) = _____ \text{ mol L}^{-1}$$

Jika anda tidak berhasil menghitung $c(S_2O_3^{2-})$, gunakan nilai $c(S_2O_3^{2-}) = 0.0500$ mol L^{-1} untuk menjawab soal selanjutnya.

3. **Hitung** konsentrasi molar larutan iodine.

$c(I_2)$ = _____ mol L^{-1}

Jika tidak berhasil menghitung konsentrasi $c(I_2)$, gunakan nilai $c(I_2) = 0.00700$ mol L^{-1} untuk menyelesaikan soal selanjutnya.

4. **Tuliskan** persamaan reaksi setara antara iodine I_2 dan sulfur dioxide SO_2, assumsikan bahwa sulfur dioxide teroksidasi menjadi ion sulfate, SO_4^{2-}.

5. **Hitung** massa sulfur dioxide total dalam satuan mg per liter *wine*. Diketahui massa molar sulfur dioxide adalah $M(SO_2) = 64.1$ g mol^{-1}.

$c_m(SO_2)$ = _____ mg L^{-1}

PENALTI

Kejadian ke #	Tanda tangan siswa	Tanda tangan supervisor Lab
1 (tidak dipenalti)		
2		
3		
4		
5		