

**PETUNJUK PRAKTIKUM
KIMIA ANALISIS DASAR**

**Penyusun :
TIM KIMIA ANALISIS DASAR**



**LABORATORIUM KIMIA ANALITIK
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017**

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin, segala puji hanya untuk Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat dan Inayah-Nya sehingga kami dapat menyelesaikan penyusunan Diktat Petunjuk Praktikum Kimia Analisis Dasar ini. Diktat ini disusun untuk memperlancar penyelenggaraan praktikum Analisis Dasar yang bertujuan untuk meningkatkan keterampilan mahasiswa dalam kerja laboratorium sekaligus untuk menambah wawasan terhadap bidang Analisis Dasar yang telah diperoleh secara teoritik dalam perkuliahan.

Laboratorium Analisis Dasar berusaha untuk mengatasi segala kesulitan yang dihadapi pada saat persiapan dan pelaksanaan Praktikum Analisis Dasar. Kami mengharapkan masukan-masukan terhadap kekurangan yang ada. Tak lupa kami sampaikan banyak terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu penyusunan Diktat Petunjuk Praktikum Analisis Dasar.

Akhir kata, kami mengucapkan selamat bekerja dan mengharapkan agar Diktat Petunjuk Praktikum Analisis Dasar ini dapat memberikan manfaat bagi kita semua, Amin.

Malang, September 2017

Tim Penulis

DAFTAR ISI

Kata Pengantar	1
Daftar Isi.....	2
Kegiatan I. Analisis Kualitatif Anorganik	3
Kegiatan II. Analisis Gravimetri.....	11
Kegiatan III. Titrasi Asam Basa	15
Kegiatan IV. Titrasi Pengkompleksan	18
Kegiatan V. Titrasi Pengendapan	21
Kegiatan VI. Titrasi Redoks	25
Daftar Pustaka	28

KEGIATAN I ANALISIS KUALITATIF ANORGANIK

I. Tujuan

Mengetahui jenis kation dan anion yang terkandung dalam suatu sampel anorganik.

II. Dasar Teori

Analisis kualitatif dilakukan untuk mengetahui jenis zat atau komponen yang terkandung dalam suatu sampel. Analisis kualitatif dilakukan sebelum melakukan analisis kuantitatif, karena perlu diketahui komponen yang terkandung dalam suatu sampel untuk menyesuaikan metode yang digunakan. Analisis kualitatif secara konvensional dapat dilakukan secara visual, baik dalam keadaan kering maupun basah. Dalam keadaan kering analisis dapat dilakukan melalui pengenalan bentuk dan warna, bau serta warna nyala.

Pada analisis basah terdapat beberapa tahapan. Langkah pertama yang dilakukan adalah dengan cara melarutkan sampel dengan pelarut yang sesuai. Pelarut pertama yang digunakan adalah air. Jika sampel tidak larut dalam air, maka selanjutnya dapat digunakan asam klorida, asam nitrat dan air raja ($\text{HNO}_3:\text{HCl}$ 1:3). Untuk keperluan pengujian kelarutan ini, selalu menggunakan zat dalam jumlah yang sesedikit mungkin dalam volume pelarut yang sesuai. Mula-mula pengujian kelarutan dilakukan dalam keadaan dingin, jika setelah dikocok dengan kuat tidak memberikan hasil (tidak larut) maka dilanjutkan dengan pemanasan. Jika dalam keadaan panas tidak juga larut walaupun sudah dilakukan pengocokan/pengadukan, maka dilanjutkan dengan menggunakan pelarut lainnya sesuai dengan urutan yang telah disebutkan sebelumnya. Jika sudah ditemukan pelarut yang sesuai, dapat dilakukan analisis lebih lanjut, yaitu analisis pengenalan kation. Dalam sampel yang nyata biasanya terdapat lebih dari dua senyawa, maka diperlukan metode/cara analisis yang sistematis untuk dapat menentukan secara pasti komponen yang terdapat dalam suatu sampel tersebut.

Untuk mempermudah pengujian kation dan anion secara bersamaan, proses analisis diawali dengan pembuatan ekstrak soda, dimana endapan/residu yang terbentuk digunakan untuk uji kation dan filtratnya digunakan untuk uji anion. Pengujian kation yang diendapkan sebagai karbonat kemudian dilarutkan dengan HCl dan dipanaskan untuk menghilangkan karbonatnya (pelepasan CO_2). Pengendapan selanjutnya hanya dikelompokkan sebagai golongan kation yang mengendap dengan penambahan klorida, hidroksida dan/atau karbonat. Dengan adanya pengelompokan yang telah disederhanakan ini diharapkan dapat lebih mempersingkat pada analisis selanjutnya. Langkah pengujian selanjutnya adalah uji identifikasi dengan menggunakan pereaksi khusus sesuai dengan jenis kation atau anion yang telah diduga sebelumnya melalui reaksi penggolongan sebelumnya.

Uji kelarutan berbagai macam garam dalam air, dapat diperkirakan dari jenis anion yang mungkin terdapat dalam sampel. Beberapa petunjuk untuk kelarutan dalam air

1. Garam dari **nitrat**, **klorat** dan **asetat** semua larut dalam air, **kecuali** garam dari **perak(I)** dan **merkuri (I) asetat** sedikit larut
2. Semua garam **nitrit** larut dalam air **kecuali perak(I) nitrit** kurang larut dalam air.
3. Garam **klorida** dan **bromida** larut baik dalam air **kecuali perak(I)** dan **merkuri(I)**. **Timbal(II) klorida** larut dalam air panas
4. Garam **iodida** larut baik dalam air **kecuali perak(I)**, **merkuri (I)** dan **merkuri(II)**. **Timbal(II) iodida** sedikit larut dalam air.
5. Garam-garam **karbonat** pada umumnya tidak larut dalam air **kecuali** garam dari **natrium(I)**, **kalium(I)** dan **ammonium(I)**. Hal tersebut juga berlaku untuk garam **hidrogen karbonat** dari logam alkali tanah.

6. Garam dari **sulfida** umumnya tidak larut dalam air tetapi garam sulfida dari **stromsium(II)**, **barium(II)**, dan **kalsium(II)** sedikit larut, sedangkan **natrium(I)**, **kalium(I)** dan **ammonium(I)** sangat larut dalam air.
7. Garam dari **sulfid** pada umumnya tidak larut dalam air **kecuali** garam dari alkali dan **hidrogen sulfid** alkali tanah.
8. Garam **sulfat** pada umumnya larut dalam air **kecuali** garam dari **timbal(II)**, **merkuri(I)**, **stromsium(II)** dan **barium(II)**. Garam **Perak(I)** dan **merkuri(II)** sedikit larut dalam air.
9. Garam **fosfat**, **arsenat** dan **arsenit** tidak larut dalam air **kecuali** garam **natrium(I)**, **kalium(I)** dan **ammonium(I)**.
10. Garam **fluorida** umumnya tidak larut dalam air **kecuali** garam **natrium(I)**, **kalium(I)** dan **ammonium(I)**, **perak(I)**, dan **merkuri(I)**
11. Garam **Borat** tidak larut dalam air kecuali garam alkali.
12. Garam **kromat** sedikit larut dalam air **kecuali** garam dari **alkali** dan **alkali tanah** (tidak termasuk barium(II)).
13. Garam dari **tiosulfat** umumnya larut dalam air.
14. Garam **oksalat**, **format**, **tartrat** dan **sitrat** tidak larut dalam air **kecuali** garam **natrium(I)**, **kalium(I)** dan **ammonium(I)**.

III. Alat dan Bahan

3.1. Alat :

Tabung reaksi, penjepit kayu, kaca arloji, pipet tetes, lampu spiritus, papan tetes, kawat nikrom, beaker glass

3.2. Bahan :

Sampel anorganik, H₂O, HCl 1 M, HCl 6 M, larutan jenuh Na₂CO₃, amoniak, ammonium karbonat dan reagen-reagen identifikasi kation dan anion

IV. Cara Kerja :

1. Pengamatan bentuk dan warna sampel

Perlu diperhatikan apakah sampel berupa padatan, kristal, amorf, cairan, berwarna atau berbau. Beberapa senyawa berwarna, yaitu :

- **Merah** : Pb₃O₄, As₂S₂, HgO, HgI, HgS, Sb₂S₃, CrO₃, Cu₂O, K₂[Fe(CN)₆]
- **Merah Jambu** : Garam hidrat dari Mn dan Co
- **Kuning**: CdS, As₂S₃, SnCl₃, PbI₂, HgO, K₄[Fe(CN)₆].3H₂O, kromat, besi(III) nitrat dan besi (III) klorida
- **Hijau**: Cr₂O₃, Hg₂I₂, Cr(OH)₃, As₂S₃, FeSO₄·7H₂O, FeSO₄·(NH₄)₂SO₄·6H₂O, FeCl₂·4H₂O, CrCl₃·6H₂O, CuCl₂·2H₂O, CuCO₃, KMnO₄, garam-garam nikel.
- **Biru** : Garam Co anhidrat, garam Cu berhidrat
- **Coklat** : PbO₂, CdO·Fe₃O₄, Ag₂AsO₄, SnS, Fe₂O₃, Fe(OH)₃ (coklat kemerahan).
- **Hitam** : PbS, CuS, CuO, HgS, FeS, MnO₂, Co₃O₄, CoS, NiS, Ni₂O₃, Ag₂S, Carbon.

2. Warna nyala

Unsur-unsur alkali dan alkali tanah pada umumnya berwarna jika dipanaskan dalam api secara langsung, yaitu :

- Kuning : natrium
- Merah : stromsium atau litium
- hijau-kuning : barium
- hijau : tembaga

• ungu : kalium

Untuk keperluan ini, gunakan kawat yang sudah dicelupke dalam asam klorida kemudian dibakar dalam api sampai tidak terbentuk warna pada nyala, selanjutnya kawat dicelup dalam HCl pekat dan tempelkan pada sampel garam kemudian bakar secara langsung pada bagian api yang berwarna biru. Amati warna nyala yang timbul.

3. Kelarutan

Untuk uji kelarutan, pertama ambil sedikit sampel dan larutkan ke dalam air serta kocok beberapa saat, jika tidak larut maka perludipanaskan. Jika air panas tidak melarutkan sampel maka berturut- turut digunakan pelarut lainnya yaitu HCl encer dingin, HCl encer panas, HCl pekat dingin, HCl pekat panas dan air raja ($\text{HNO}_3 : \text{HCl} 1:3$)

4. Pengujian kation

- Cuplikan dididihkan dengan larutan pekat (atau padatan) natrium karbonat. Semua ion logam akan mengendap sebagai karbonat **kecuali** Na^+ , K^+ , dan NH_4^+ . Jadi jika tidak terjadi endapan dapat dipastikan bahwa cuplikan mengandung salah satu atau lebih kation di atas. Hal ini dapat dikonfirmasi dari uji nyala. Selanjutnya dapat dilakukan uji identifikasi.
- Jika pada (a) diperoleh endapan, maka pisahkan endapan dengan cara dekantasi (setelah disentrifugasi). Sentrat (biasa disebut dengan ekstrak soda, E.S) digunakan untuk uji anion sedangkan endapan/residu dilakukan untuk tahapan uji kation selanjutnya.
- Endapan yang diperoleh, ditambah dengan sedikit (beberapa mL) HCl pekat dan dipanaskan hingga mendidih sehingga CO_2 dari karbonat hilang. Jika endapan tidak larut kemungkinan cuplikan mengandung Ag^+ , Pb^+ , atau Hg_2^{2+} . PbCl_2 akan mengendap dalam keadaan dingin. Selanjutnya lakukan uji identifikasi kation.
- Jika pada (c) tidak terjadi endapan maka ditambahkan NH_4OH (setelah didinginkan~ memastikan kandungan Pb). Endapan yang dihasiikan kemungkinan dari Cd^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , As^{3+} , Sn^{2+} , Sb^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Al^{3+} , Mn^{4+} Mg^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} . Dengan mengkonfirmasi warna endapan yang terbentuk, selanjutnya dilakukan uji identifikasi kation.
- Jika pada (d) tidak terjadi endapan, tambahkan amonium karbonat dan amonium klorida. Endapan yang terbentuk kemungkinan terdiri dari Ba^{2+} , Sr^{2+} atau Ca^{2+} . Lakukan uji identifikasi kation.

5. Uji identifikasi kation

Untuk uji identifikasi larutkan sedikit cuplikan pada pelarut yang sesuai, gunakan plat test untuk melakukan pengujian.

Ag(I)

- Larutan cuplikan ditambah dengan setetes larutan HCl, terbentuk endapan putih yang akan larut dalam amonium karbonat. atau
- Pada larutan cuplikan ditambahkan setetes larutan kalium kromat, akan terjadi endapan merah coklat.

Pb(II)

- Pada larutan cuplikan ditambahkan setetes larutan kalium kromat, akan terjadi endapan kuning yang larut dalam larutan 2 M NaOH. Atau
- Pada larutan cuplikan ditambahkan setetes larutan asam sulfat, akan terjadi endapan putih yang larut dalam larutan amonium asetat pekat.

Hg(II)

Teteskan larutan cuplikan ke atas kertas saring, kemudian teteskan juga larutan Sn(II)

asetat dan setetes anilin, akan terbentuk noda hitam.

Cu(II)

- Asamkan larutan cuplikan dengan HCl encer dan reaksikan dengan kalium heksasianoferrat, akan terbentuk endapan coklat.
- Teteskan larutan cuplikan ke atas kertas saring, kemudian teteskan juga larutan benzoinoxim dan tempatkan di atas uap amoniak, akan terbentuk warna hijau.

Cd(II)

- Tambahkan sedikit larutan sulfida pada setetes larutan cuplikan, akan terbentuk endapan kuning.
- Tambahkan setetes larutan KCN pada setetes larutan cuplikan, akan terbentuk endapan putih yang akan larut jika ditambahkan larutan KCN berlebih.

Sn(II)

- Pada larutan cuplikan yang telah diasamkan tambahkan setetes larutan Hg(II), akan terbentuk endapan putih yang dapat berubah menjadi abu-abu atau hitam.
- Pada larutan cuplikan yang telah diasamkan tambahkan setetes larutan cacotheline, warna larutan akan menjadi ungu.

Fe(III)

Tambahkan setetes larutan KSCN pada setetes larutan cuplikan, akan menghasilkan warna merah.

Al(III)

- Pada larutan cuplikan tambahkan 2 tetes larutan amonium asetat dan 3 tetes pereaksi aluminon, akan terbentuk warna merah.
- Pada larutan cuplikan yang telah dibasakan dengan NaOH, tambahkan setetes pereaksi alizarin-S, tambahkan asam asetat hingga warna ungu hilang, teteskan lagi larutan akan menjadi merah.

Ni(II)

- Pada setetes larutan cuplikan tambahkan setetes larutan dimetilglioksim kemudian larutan amoniak, akan terbentuk endapan atau larutan warna merah.
- Pada larutan cuplikan tambahkan setetes larutan amonium hidroksida, akan terbentuk endapan hijau yang dapat larut kembali dalam larutan amonium hidroksida berlebih.

Zn(II)

- Setetes larutan kalium heksasianoferrat akan menghasilkan endapan putih jika ditambahkan pada setetes larutan cuplikan.
- Setetes larutan kalium $K_2Hg(SCN)_2$, akan menghasilkan endapan putih jika ditambahkan pada setetes larutan cuplikan.

Ca(II)

Setetes larutan amonium oksalat akan menghasilkan endapan putih jika ditambahkan pada setetes larutan cuplikan. Endapan tak larut dalam asam asetat encer.

Ba(II)

Dalam suasana asam asetat, setetes larutan cuplikan akan menghasilkan endapan kuning jika direaksikan dengan larutan kalium kromat.

Mg(II)

- Pada setetes larutan cuplikan tambahkan 2 tetes pereaksi magneson I, kemudian basakan dengan larutan NaOH, akan terbentuk endapan atau larutan warna biru.
- Pada setetes larutan cuplikan tambahkan setetes pereaksi titan kuning, kemudian basakan dengan NaOH, akan terbentuk endapan merah.

K(I)

Pada setetes larutan cuplikan yang telah diasamkan dengan asam asetat, tambahkan setetes pereaksi natrium heksanitrikokobalt, akan terbentuk endapan kuning.

Na(I)

Pada setetes larutan cuplikan tambahkan setetes pereaksi seng uranil asetat, akan terbentuk endapan kuning.

6. Pengujian anion

Seperti yang sudah dibahas sebelumnya, untuk pemeriksaan anion digunakan larutan hasil pendidihan cuplikan dengan larutan jenuh karbonat. Ion logam (kation) akan mengendap sebagai karbonat, sedangkan anion tetap dalam larutan yang bersifat basa, yang disebut ekstrak soda (E.S). Setiap kali akan melakukan pengujian, jangan lupa netralkan E.S, dengan asam secukupnya hingga bebas CO₂. Jika tidak terjadi endapan maka pengujian anion digunakan larutan sampel dalam air atau pelarut yang sesuai.

7. Pengujian menggunakan ekstrak soda

Pengujian sulfat dan sulfid

Sedikit E.S diasamkan dengan HCl, kemudian direaksikan dengan larutan barium klorida, endapan putih menunjukkan adanya sulfat. Endapan dipisahkan dan pada bagian filtratnya ditambah dengan air brom, endapan putih menunjukkan adanya sulfid.

Pengujian ion halida

Sedikit E.S diasamkan dengan asam nitrat berlebih, sampai tidak terbentuk lagi gas CO₂ kemudian tambahkan sedikit pereaksi perak nitrat. Endapan putih menunjukkan adanya ion-ion halida. Setelah endapan dipisahkan, direaksikan dengan amonium karbonat, perak klorida akan larut sedangkan perak iodida dan bromida tidak. Sisa endapan dimasak dengan logam seng dan asam sulfat, yang akan menghasilkan HBr dan HI. Selanjutnya dapat dilakukan uji identifikasi.

Pengujian nitrat dan nitrit

Sedikit E.S diasamkan dengan HCl encer, kemudian ditambah besi(II) sulfat yang baru dibuat, pelan-pelan tambahkan asam sulfat pekat. Jika pada perbatasan larutan terbentuk cincin coklat maka menunjukkan adanya nitrat dan nitrit.

Pengujian nitrit

Pada E.S ditambahkan HCl dan tiourea, tambahkan besi(III) klorida, akan terbentuk warna merah. Nitrit dapat dihilangkan dengan menambahkan urea pada E.S yang telah diasamkan, kemudian dipanaskan, akan terbentuk N₂. Jika pada E.S yang telah dihilangkan nitritnya, dilakukan uji cincin coklat, hasilnya positif artinya sampel positif mengandung nitrat positif dan sebaliknya.

Uji identifikasi anion

Klorida

Klorida diendapkan sebagai perak klorida, endapan disaring dan dilarutkan dengan amonium karbonat. Larutan dibagi dua

- ditambah asam nitrat perak klorida akan mengendap kembali
- ditambah sedikit KBr, terjadi endapan kuning dari AgBr

Bromida

Sedikit larutan sampel direaksikan dengan permanganat, asam nitrat dan kloroform. Kloroform akan berwarna coklat jika bromida berada dalam sampel.

Iodida

Pada larutan sampel ditambahkan besi(III) klorida dan sedikit kloroform, lapisan kloroform akan berwarna ungu jika dalam sampel terdapat iodida.

Nitrat

Uji cincin coklatseperti pada uji penggolongan

Nitrit

Pada larutan sampel ditambahkan HCl dan tiourea, tambahkan besi(III) klorida, akan terbentuk warna merah.

Sulfat

Pada larutan sampel tambahkan larutan timbal(II) nitrat, jika terjadi endapan putih yang larut dalam amonium asetat jenuh menandakan adanya sulfat.

Contoh
LEMBAR PENGAMATAN

CARA KERJA	HASIL	Kemungkinan Garam
Bentuk dan warna	Serbuk warna putih	Selain alkali dan alkali tanah Cd^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , As^{3+} , Sn^{2+} , Sb^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Al^{3+} , Mn^{4+} Mg^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} Cu^{2+} SO_4^{2-} SO_4^{2-}
Warna nyala	Tidak spesifik	
Kelarutan	Larut dalam air dingin	
Pengujian kation	Membentuk endapan dengan karbonat jenuh dan Larut dengan HCl pekat panas Mengendap dengan amoniak	
Identifikasi kation	Bereaksi membentuk endapan coklat jika direaksikan dengan kalium heksasianoferat dalam suasana asam encer HCl	
Pengujian anion	Mengendap dengan karbonat jenuh dan Jika filtrat ditambah HCl dan larutan barium klorida menunjukkan endapan putih	
Identifikasi anion	Jika larutan ditambah larutan timbal (II) nitrat terbentuk endapan putih. Endapan larut dalam ammonium asetat jenuh	

Maka disimpulkan garam yang dianalisis adalah

KEGIATAN II ANALISIS GRAVIMETRI

Tujuan :

1. Mengetahui cara analisis suatu sampel dengan metode gravimetri
2. Menentukan Kadar Barium dalam sampel padat
3. Menentukan kadar air dan rumus hidrat dalam suatu garam hidrat

DasarTeori :

Analisis Gravimetri merupakan salah satu metode analisis kuantitatif dengan penimbangan. Tahap awal dari analisis gravimetri adalah pemisahan komponen yang ingin diketahui dari komponen-komponen lain yang terdapat dalam suatu sampel kemudian dilakukan pengendapan. Pengukuran dalam metode gravimetri adalah dengan penimbangan. Banyaknya komponen yang dianalisis ditentukan dari hubungan antara berat sampel yang hendak dianalisis, massa atom relatif, massa molekul relatif dan berat endapan hasil reaksi.

Analisis gravimetri dapat dilakukan dengan cara pengendapan, penguapan dan elektrolisis.

Metode Pengendapan

Suatu sampel yang akan ditentukan secara gravimetri mula-mula ditimbang secara kuantitatif, dilarutkan dalam pelarut tertentu kemudian diendapkan kembali dengan reagen tertentu. Senyawa yang dihasilkan harus memenuhi syarat yaitu memiliki kelarutan sangat kecil sehingga bisa mengendap kembali dan dapat dianalisis dengan cara menimbang. Endapan yang terbentuk harus berukuran lebih besar daripada pori-pori alat penyaring (kertas saring), kemudian endapan tersebut dicuci dengan larutan elektrolit yang mengandung ion sejenis dengan ion endapan. Hal ini dilakukan untuk melarutkannya pengotor yang terdapat dipermukaan endapan dan memaksimalkan endapan.

Endapan yang terbentuk dikeringkan pada suhu 100-130°C atau dipijarkan sampai suhu 800 °C tergantung suhu dekomposisi dari analit. Pengendapan kation misalnya, pengendapan sebagai garam sulfida, pengendapan nikel dengan dimetilglioksim (DMG), pengendapan perak dengan klorida atau logam hidroksida dengan mengatur pH larutan. Penambahan reagen dilakukan secara berlebihan untuk memperkecil kelarutan produk yang diinginkan.

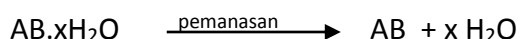


Penambahan reagen R secara berlebih akan memaksimalkan produk A_aR_r yang terbentuk.

Metode Penguapan

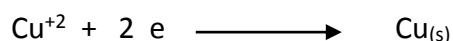
Metode penguapan dalam analisis gravimetri digunakan untuk menetapkan komponen-komponen dari suatu senyawa yang relatif mudah menguap. Cara yang dilakukan dalam metode ini dapat dilakukan dengan cara pemanasan dalam gas tertentu atau penambahan suatu pereksi tertentu sehingga komponen yang tidak diinginkan mudah menguap atau penambahan suatu pereksi tertentu sehingga komponen yang diinginkan tidak mudah menguap. Metode penguapan ini dapat digunakan untuk menentukan kadar air(hidrat) dalam suatu senyawa atau kadar air dalam suatu sampel basah. Berat sampel sebelum dipanaskan merupakan berat senyawa dan berat air kristal yang menguap. Pemanasan untuk menguapkan air kristal adalah 110-130°C. Garam-garam anorganik banyak

yang bersifat higroskopis sehingga dapat ditentukan kadar hidrat/air yang terikat sebagai air kristal.



Metode Elektrolisis

Metode elektrolisis dilakukan dengan cara mereduksi ion-ion logam terlarut menjadi endapan logam. Ion-ion logam berada dalam bentuk kation apabila dialiri dengan arus listrik dengan besar tertentu dalam waktu tertentu maka akan terjadi reaksi reduksi menjadi logam dengan bilangan oksidasi 0. Endapan yang terbentuk selanjutnya dapat ditentukan berdasarkan beratnya. Misalnya mengendapkan tembaga terlarut dalam suatu sampel cair dengan cara mereduksi

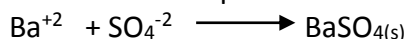


Cara elektrolisis ini dapat diberlakukan pada sampel yang diduga mengandung kadar logam terlarut cukup besar seperti air limbah.

Suatu analisis gravimetri dilakukan apabila kadar analit yang terdapat dalam sampel relatif besar sehingga dapat diendapkan dan ditimbang. Apabila kadar analit dalam sampel hanya berupa unsur perunut, maka metode gravimetri tidak mendapat hasil yang teliti. Sampel yang dapat dianalisis dengan metode gravimetri dapat berupa sampel padat maupun sampel cair.

Penentuan kadar Barium dalam sampel padat

Barium merupakan unsur logam alkali tanah. Di alam, barium terdapat dalam bentuk garam-garam anorganik yang memiliki kelarutan yang berbeda-beda dalam pelarut air. Barium dalam suatu sampel padat mula-mula dilarutkan dengan asam klorida sampai larut sempurna. Selanjutnya barium diendapkan kembali dengan anion sulfat sampai dihasilkan endapan barium sulfat. Penambahan anion sulfat dilakukan secara berlebihan untuk memperoleh hasil endapan maksimal. Penambahan ion sejenis akan memperkecil kelarutan.



Barium sulfat merupakan endapan kristalin yang sangat sedikit larut dalam pelarut air. Endapan barium sulfat yang terbentuk selanjutnya disaring dan dikeringkan. Endapan kering yang terbentuk ditimbang secara kuantitatif. Kadar barium dalam sampel dihitung dengan cara membandingkan berat produk yang dihasilkan, perbandingan nilai Ar Ba dan Mr BaSO₄ dan berat sampel.

$$\text{Kadar Barium} = \frac{\text{berat barium}}{\text{beratsample}} \times 100 \%$$

$$\text{Berat barium} = \text{berat BaSO}_4 \times \frac{\text{Ar Ba}}{\text{Mr BaSO}_4}$$

Alat dan Bahan

Alat :

Beaker glass, cawan/krus porselen, gelas ukur, pipet tetes, pengaduk kaca, bunsen, kertas saring, Timbangan analitik

Bahan :

Sampel padat BaCl₂, HCl 3 M, H₂SO₄ 0,5 M larutan AgNO₃ 0.1 M

Cara Kerja :

Sampel padat ditimbang secara kuantitatif dan dilarutkan dengan akuades 100 mL dan ditambahkan dengan 5 mL HCl 3 M sampai larut sempurna. Larutan dipanaskan diatas bunsen sampai hampir mendidih dan ditambahkan larutan H₂SO₄ 0,5 M 25 mL sedikit demi sedikit. Apabila masih terbentuk endapan putih, tambahkan larutan H₂SO₄ 0,5 M tetes demi

tetes sampai tidak terbentuk endapan lagi. Biarkan endapan diatas penangas air sampai setengah jam. Dinginkan pada suhu kamar. Potong kertas saring bulat dengan diameter 10 cm kemudian timbang kertas saring dengan teliti. Setelah endapan dingin disaring dengan kertas saring. Endapan dicuci dengan larutan H_2SO_4 0,05 M kurang lebih 50 mL (tetes demi tetes) sambil dicek filtrat sampai tidak menghasilkan reaksi positif Cl dengan AgNO_3 . Endapan dikeringkan dalam cawan porselen dan ditimbang. Tentukan kadar barium dalam sampel.

Penentuan Kadar Air dalam Sampel

Beberapa sampel organik dan anorganik di alam sering kali bersifat higroskopis. Dalam sampel anorganik, suatu garam dikatakan hidrat apabila memiliki kemampuan mengikat molekul air sebanyak 1,2,3,...n. Berat sampel sebelum dipanaskan merupakan berat senyawa dan berat air kristal yang terikat dalam kristal. Pemanasan pada suhu 110-130°C dilakukan untuk menguapkan air kristal sehingga kadar hidrat/air yang terikat sebagai air kristal dapat ditentukan dari selisih penimbangan sebelum dan sesudah pemanasan.

Kristal garam $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ berwarna biru sedangkan kristal anhidratnya CuSO_4 berwarna putih. Untuk memperoleh kristal CuSO_4 anhidrat dapat dilakukan dengan dengan memanaskan kristal garam $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ berwarna biru sampai diperoleh kristal berwarna putih dan berat konstan.



Untuk mengetahui kadar air dalam sampel alam seperti daging, buah, sayur, garam dapur, gula dan bahan makanan lain atau bahan industri seperti semen, dapat menggunakan metode yang sama.

Alat dan Bahan

Alat :

Cawan/krus porselen, bunsen, timbangan analitik, desikator

Bahan :

Sampel padat $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Cara Kerja :

Cawan/krus porselen kosong dipanaskan dalam oven untuk menguapkan air di dalamnya selama 20 menit, biarkan pada suhu kamar selama 5 menit kemudian didinginkan dalam desikator 10 menit. Timbang krus porselen secara kuantitatif. Sampel padat dimasukkan dalam krus porselen dan ditimbang secara kuantitatif. Panaskan sampel dalam krus porselen selama 1 jam dengan menggunakan oven, biarkan dalam suhu kamar 5 menit kemudian didinginkan dalam desikator 10 menit. Timbang kembali. Tentukan kadar air dalam sampel.

KEGIATAN III TITRASI ASAM BASA

I. PEMBAKUAN ASAM KLORIDA

Tujuan

Mengetahui konsentrasi larutan baku sekunder (HCl) yang akan digunakan untuk analisis volumetri dengan larutan baku primer.

Pendahuluan

Analisis titrimetri dilakukan untuk mengetahui konsentrasi larutan yang belum diketahui dengan menggunakan larutan baku. Analisis titrimetrik disebut juga volumetri karena dalam pelaksanaannya diperoleh data yaitu volume larutan pereaksi baku dan volume larutan sampel. Larutan baku adalah larutan yang telah diketahui secara tepat konsentrasinya. Jika suatu pereaksi dapat diperoleh dalam keadaan murni, maka untuk memperoleh larutan dengan konsentrasi tertentu, cukup dilakukan penimbangan teliti jumlah tertentu pereaksi tersebut dan dilarutkan dalam volum tertentu. Larutan baku yang diperoleh dengan cara ini dinamakan larutan **baku primer**.

Suatu zat dapat menjadi baku primer jika memenuhi persyaratan-persyaratan berikut

1. mudah diperoleh, dimurnikan dan dikeringkan (Jika mungkin pada suhu 110 - 120 ° C) dan disimpan dalam keadaan murni
2. tidak bersifat higroskopis dan tidak berubah berat selama penimbangan di udara
3. zat tersebut dapat diuji kadar pengotornya dengan uji kuantitatif dan kepekaan tertentu
4. sedapat mungkin mempunyai massa relatif dan atau massa ekivalen yang besar, sehingga kesalahan karena penimbangan dapat diabaikan
5. zat tersebut mudah larut dalam pelarut yang dipilih
6. reaksi yang berlangsung dengan pereaksi tersebut, harus bersifat stoikiometrik dan langsung. Kesalahan titrasi harus dapat diabaikan (tidak berpengaruh), atau dapat ditentukan secara tepat dan mudah.

Dalam praktek, zat baku primer yang ideal sangat sukar diperoleh dan toleransi pada persyaratan diatas dapat dilakukan. Zat-zat yang biasa digunakan sebagai zat baku primer pada titrasi asam-basa adalah antara lain, natrium(I) karbonat, natrium(I) tetraborat, kalium hidrogen ftalat, asam klorida dengan titik didih tetap, asam benzoat dan asam suksinat.

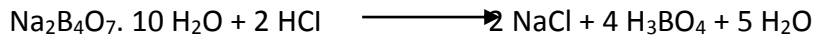
Cara pembakuan terbaik adalah dengan memanfaatkan jenis reaksi yang sama dengan reaksi yang terjadi pada pemakaian larutan yang dilakukan pada penentuan sampel. Larutan yang dibakukan terhadap larutan baku primer dinamakan larutan **baku skunder**

Pembakuan asam klorida dengan natrium(I) tetraborat dekahidrat

Keuntungan pemakaian natrium(I) tetraborat dekahidrat adalah

1. mempunyai massa relatif cukup besar (381.44)
2. mudah dimurnikan dengan cara pengabluran kembali
3. tidak memerlukan pemanasan untuk mendapatkan berat tetap
4. tidak higroskopis
5. titik akhir tajam diperoleh dengan memakai indikator metil merah pada suhu kamar, karena indikator ini tidak berpengaruh pada asam borat yang sangat lemah.

Reaksi antara asam klorida dengan natrium tetrahidrat adalah sebagai berikut:



Alat dan Bahan

Alat :

Beaker Glass, Erlenmeyer, buret, pipet volume, pipet tetes

Bahan :

Larutan HCl 0,1 M, Natrium boraks, indikator metil merah

Cara kerja :

Timbang teliti 0,5 g boraks dan pindahkan secara kuantitatif ke dalam gelas kimia 100 mL, larutkan dengan 50 mL air. Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 mL, tepatkan volumen larutan hingga tanda batas. Selanjutnya, pipet 10 mL larutan boraks ke dalam labu titrasi 250 mL, encerkan hingga 100 mL dan tambahkan beberapa tetes larutan indikator metil merah. Baca kedudukan meniskus larutan dalam buret dengan ketelitian bacaan 0,01 mL. Titrasi larutan boraks; tempatkan kertas putih dibawah labu titrasi, untuk mempermudah pengamatan perubahan warna. Titik akhir telah tercapai, apabila terjadi perubahan warna dari kuning ke merah. Ulangi pengerjaan ini 2 atau 3 kali.

II. PENENTUAN KADAR Na_2CO_3 DALAM BAKING SODA KOMERSIL

Tujuan

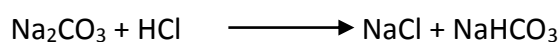
Mengetahui kadar Na_2CO_3 dalam baking soda komersil dengan menggunakan teknik titrasi asam basa

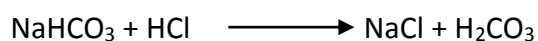
Dasar Teori :

Baking Soda merupakan zat yang digunakan untuk kegiatan sehari-hari di dapur. Penggunaan baking soda sebagai salah satu aditif makanan mempunyai beberapa tujuan misalnya baking soda diperlukan untuk membuat kue kering lebih renyah. Baking soda juga sering dicampurkan pada tepung goreng. Pada percobaan ini akan dilakukan penentuan Na_2CO_3 dalam baking soda komersil dengan menggunakan teknik titrasi asam basa .

pK_{a1} asam karbonat adalah 6,34 sedangkan pK_{a2} asam karbonat adalah 10,36. Ion karbonat pertama dititrasi sebagai basa dengan asam kuat. Diketahui bahwa natrium(I) karbonat yang setengah ternetralkan (menjadi NaHCO_3) mempunyai pH sekitar 8,35. Larutan NaHCO_3 mempunyai pH teoritis yang dihitung berdasarkan rumus $\text{pH} = \frac{1}{2} (\text{pK}_{a1} + \text{pK}_{a2})$. Indikator fenolftalein dengan skala pH 8,0-9,6 adalah indikator yang cocok untuk titik akhir titrasi reaksi netralisasi setengah Na_2CO_3 dengan HCl. Selanjutnya diikuti dengan reaksi netralisasi Natrium hidrogen karbonat menjadi asam karbonat. Harga pH dari asam karbonat yang terbentuk tergantung dari konsentrasi dari larutan. Larutan asam karbonat jenuh mempunyai pH 3,9. Titik equivalen reaksi netralisasi kedua terjadi pada pH sekitar 3,9 sehingga dapat digunakan indikator metil jingga (rentang pH 3,1-4,4) atau jika larutan cukup encer dapat digunakan metil merah (rentang pH 4,2-6,2).

Reaksi :





Volume HCl yang digunakan untuk titrasi dengan indikator fenolftalein sesuai reaksi diatas ekuivalen dengan jumlah setengah karbonat Na_2CO_3 .Volume yang digunakan untuk titrasi dengan indikator metil oranye/metil merahsesuai reaksi diatas ekuivalen dengan jumlah total karbonat Na_2CO_3 .

Alat dan Bahan

Alat :

Beaker Glass, Erlenmeyer, buret, pipet volume, pipet tetes

Bahan :

Larutan HCl 0,1 M, sampel baking soda, indikator metil oranye/ metil merah, indikator pp

Cara Kerja

Timbang teliti sampel baking soda komersil (sekitar 0,5 gram) ke dalam beaker glass dan larutkan. Pindahkan larutan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 mL dan tambah air hingga tepat tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam erlenmeyer 250 mL, tambahkan 100 mL akuades dan beberapa tetes larutan indikator fenolftalein, dan titrasi dengan larutan baku asam klorida yang telah dibakukan hingga terjadi perubahan warna dari merah ke larutan tidak berwarna. Lakukan pengerjaan ini dua atau tiga kali sampai diperoleh harga tetap

Ulangi prosedur di atas menggunakan indikator metil jingga/metil merah

KEGIATAN IV TITRASI PENGKOMPLEKSAN

PEMBAKUAN LARUTAN EDTA

Tujuan

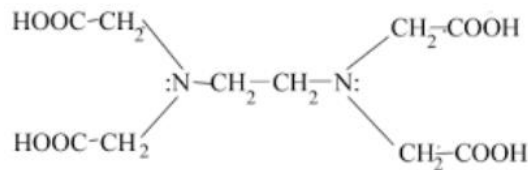
Mengetahui konsentrasi larutan baku EDTA dengan larutan Magnesium(II)klorida menggunakan metode titrasi pengkompleksan.

Dasar Teori

Titration pengkompleksan merupakan metode analisis volumetri berdasarkan reaksi pembentukan senyawa kompleks antara logam dengan ligan. Ion atau logam dalam senyawa kompleks disebut logam pusat sedangkan gugus yang terikat dengan atom pusat disebut ligan. Ikatan yang terjadi antara atom pusat dan ligan merupakan ikatan koordinasi.

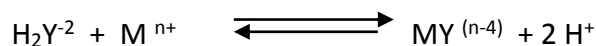
Senyawa kompleks yang terbentuk mempunyai sifat stabil dalam bentuk larutan dan hanya sedikit terdisosiasi. Kestabilan senyawa kompleks ditentukan oleh konstanta kestabilan senyawa kompleks masing-masing. Pemilihan ligan dalam titrasi pengkompleksan harus memperhatikan tingkat kestabilannya.

Asam etilen diamin tetra asetat atau disingkat EDTA, merupakan ligan multidentat. Potensi EDTA sebagai ligan untuk menyumbang pasangan elektron pada logam diketahui dari atom N dan O dalam strukturnya. EDTA dapat berperan sebagai ligan seksidentat dari dua atom N dan empat gugus karboksil. Apabila berada dalam bentuk asamnya (dilambangkan dengan H_4Y) mempunyai struktur molekul sebagai berikut :



Struktur EDTA

Dalam bentuk asam, senyawa EDTA tidak larut dalam akuades tetapi dapat larut dalam pelarut basa misalnya larutan NaOH. Untuk keperluan titrasi pengkompleksan sering digunakan garam natrium EDTA dengan rumus Na_2H_2Y sehingga ketika dilarutkan dalam pelarut air, garam Na_2H_2Y akan terdisosiasi menjadi kation Natrium dan anion EDTA (H_2Y^{2-}). Apabila ion H_2Y^{2-} bereaksi dengan ion logam, akan selalu dihasilkan dua buah ion hidrogen, reaksi umum berlangsung sebagai berikut :



Dalam reaksi diatas dibebaskan ion hidrogen sehingga untuk mempertahankan pH larutan sehingga perlu penambahan larutan buffer dengan pH tertentu.

Garam $Na_2H_2Y \cdot 2H_2O$ ($M_r = 372,74$) bukan merupakan zat baku primer sehingga perlu dilakukan pembakuan larutan EDTA sebagai pengkompleks.

Beberapa indikator logam yang biasa digunakan pada titrasi pengkompleksan ini diantaranya adalah Erichrome Black T (EBT) dan eureside. Indikator EBT merupakan asam triprotik yang disingkat H_3In .

Alat dan Bahan

Alat :

Beaker Glass, Erlenmeyer, buret, gelas ukur 100 ml, pipet tetes

Bahan :

Larutan EDTA 0,01 M, sampel air, indikator EBT-NaCl, Buffer amoniak (pH 10)

Cara kerja :

Timbang teliti padatan Mg(II)kloridasekitar 0,1 Gram, larutkan dalam labu takar 100 mL dan encerkan sampai tepat tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam labu titrasi 250 mL, tambahkan 2 mL larutan buffer pH 10 dan sejumlah air hingga volum kira-kira 100 mL. Tambahkan sedikit padatan indikator EBT-NaCl dan kocok sampai terbetuk larutan berwarna merah anggur. Titrasi dengan larutan baku 0,01 M EDTA, sampai warna larutan berubah dari merah ke biru jelas. Ulangi titrasi ini dua atau tiga kali dan hitung konsentrasi larutan EDTA.

PENENTUAN KESADAHAN AIR

Tujuan

Mengetahui kesadahan sementara, kesadahan tetap dan kesadahan total dalam sampel air dengan titrasi pengompleksan

Dasar Teori

Dalam air tanah atau air permukaan seperti air sumur terdapat sejumlah garam kalsium dan/atau magnesium yang terlarut baik dalam bentuk garam klorida atau sulfat. Demikian pula pada air PAM yang sering terdapat kalsium terlarut. Adanya garam-garam ini menyebabkan air menjadi sadah yaitu tidak dapat menghasilkan busa jika dicampurkan dengan sabun. Ukuran kesadahan air dinyatakan dalam ppm (satu per sejuta bagian CaCO_3). Dikenal tiga macam kesadahan, yaitu kesadahan total, kesadahan tetap dan kesadahan sementara. Kesadahan tetap diakibatkan oleh garam-garam yang dibentuk oleh kation logam dengan sulfat, fosfat atau halida. Kesadahan tetap tidak bisa dihilangkan dengan pemanasan. Kesadahan sementara diakibatkan oleh garam-garam yang dibentuk oleh kation logam dengan karbonat dan dapat dihilangkan dengan pemanasan karenakarbonat mudah menguap menjadi CO_2 .

Alat dan Bahan

Alat

Beaker Glass, Erlenmeyer, buret, pipet volume, pipet tetes

Bahan

Larutan EDTA 0,01 M, Mg(II)klorida, indikator EBT-NaCl, Buffer amoniak (pH 10)

Cara kerja penentuan kesadahan air

Pipet 100 mL cuplikan air ke dalam labu titrasi, tambahkan 2 mL larutan buffer pH 10 dan sedikit padatan campuran EDTA-NaCl. Kocok dengan baik, dan titrasi dengan larutan baku EDTA, sampai warna larutan berubah dari merah menjadi biru jelas. Ulangi pengerjaan ini dua atau tiga kali. Hitung kesadahan air yang dinyatakan dalam ppm kalsium(II) oksida.

Kesadahan tetap

Ukur sekitar 100 mL cuplikan air ke dalam gelas kimia 250 mL, dan didihkan selama setengah jam. Dinginkan larutan ini dan saring ke dalam labu takar 100 mL tanpa pembilasan kertas saring. Filtrat diencerkan dengan air suling hingga tepat tanda batas.

Pindahkan ke dalam erlenmeyer, tambahkan 2 mL larutan buffer pH 10, dan sedikit padatan indikator EBT-NaCl. Titrasi dengan larutan baku EDTA hingga warna larutan berubah dari merah menjadi biru jelas. Ulangi titrasi ini dua atau tiga kali. Hitung kesadahan tetap air,

dinyatakan dalam ppm kalsium(II) oksida.

Kesadahan sementara adalah selisih antara kesadahan total dikurangi kesadahan tetap

KEGIATAN V TITRASI PENGENDAPAN

PEMBAKUAN LARUTAN PERAK NITRAT

Tujuan

1. Mengetahui konsentrasi larutan baku perak nitrat (AgNO_3) dengan larutan NaCl dengan metode titrasi pengendapan
2. Mengetahui kemurnian garam rakyat
3. Mengetahui kadar garam dalam sampel padat

Dasar Teori

Titrasi pengendapan merupakan analisis titrimetri berdasarkan terbentuknya endapan antara reagen dengan analit dan reagen dengan indikator dengan warna yang berbeda. Cara ini didasarkan atas terbentuknya endapan berwarna, setelah pengendapan sempurna ion yang sedang ditentukan. Titrasi pengendapan berlangsung apabila antara reaktan-reaktan terjadi pembentukan endapan baik antara sampel dengan titran atau indikator dengan titran. Contoh logam yang sering ditentukan dengan titrasi pengendapan adalah merkuri dinamakan titrasi merkurimetri sedangkan perak dinamakan titrasi argentometri.

Titrasi pengendapan didasarkan pada pengendapan analit oleh larutan standar titran yang mampu secara spesifik mengendapkan analit. Metode ini banyak digunakan untuk menetapkan kadar ion halogen dengan menggunakan pengendap Ag^+ , yang reaksi umumnya dapat dinyatakan dengan persamaan:



Titrasi pengendapan (presipitasi) adalah penetapan kadar berdasarkan pada terjadinya endapan yang sukar larut misalnya pada penetapan kadar secara Argentometri. Argentometri adalah metode umum untuk menetapkan kadar halogenida dan senyawa senyawa lain yang membentuk endapan dengan perak nitrat pada suasana tertentu

Titrasi argentometri dapat digunakan untuk penentuan golongan klorida. Argentometri dibedakan menjadi beberapa metode yaitu Metode Mohr, Volhard dan Fajans. Metode Mohr dilakukan dengan cara titrasi ion klorida dengan penambahan sedikit ion kromat, yang mampu membentuk endapan berwarna merah coklat dengan ion perak(I) berlebih. Dengan mengamati hasil kali kelarutan perak(I) kromat dan perak(I) klorida, dapat diketahui bahwa kelarutan perak(I) kromat sedikit lebih besar dibandingkan kelarutan perak(I) klorida. Dengan demikian jika pada larutan campuran ion klorida dan ion kromat, seperti yang dimaksud diatas, ditambahkan larutan perak(I) nitrat, perak(I) klorida akan mengendap lebih dulu. Titrasi ini dapat berlangsung dengan baik, jika pH larutan diatur antara 6,5 - 9,0. Dalam larutan asam dapat terjadi perubahan kromat menjadi dikromat, sedangkan dalam larutan terlalu basa, dapat terjadi pengendapan dari perak(I) oksida.

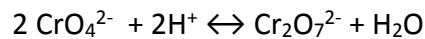
Adapun salah satu bahan yang digunakan dalam titrasi pengendapan adalah Kromat (CrO_4^{2-}) sebagai indikator titik akhir karena membentuk endapan Ag_2CrO_4 berwarna merah saat bereaksi dengan ion perak.

$$K_{sp} \text{Ag}_2\text{CrO}_4 = 1,2 \cdot 10^{-12} \text{ mol}^3 \cdot \text{L}^{-3}$$

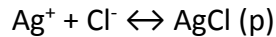
$$K_{sp} \text{AgCl} = 1,82 \cdot 10^{-10} \text{ mol}^2 \cdot \text{L}^{-2}$$

[Perhatikan satuan stoikiometrinya]

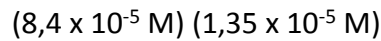
Meskipun tetapan hasilkali kelarutan (K_{sp}) Ag_2CrO_4 hampir sama dengan K_{sp} perak(I) klorida, tetapi kelarutan kedua garam perak tersebut berbeda jika dilakukan pada pH 7-9 (netral hingga basa lemah). Jika pH terlalu kecil (asam) kesetimbangan kromat dikromat akan menurunkan kepekaan $[\text{CrO}_4^{2-}]$ sehingga menghambat pembentukan endapan Ag_2CrO_4 .



Jika pH terlalu besar (larutan basa) akan terbentuk endapan Ag_2O .



Kelarutan $\text{Ag}_2\text{CrO}_4 >$ Kelarutan AgCl

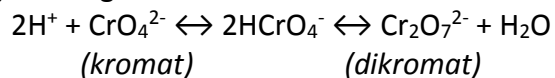


Jika larutan Ag^+ ditambahkan ke dalam larutan Cl^- mengandung sedikit CrO_4^{2-} , maka AgCl akan mengendap lebih dulu, sementara itu Ag_2CrO_4 belum terbentuk, dan $[\text{Ag}^+]$ akan naik hingga hasil kali kelarutan melampaui $K_{sp} \text{Ag}_2\text{CrO}_4 (2,0 \times 10^{-12})$ sehingga terbentuk endapan merah.

Titration pengendapan ini terbatas pada pH 6-10 (atau 7-9). Dalam larutan basa akan terjadi reaksi :



dalam larutan asam jumlah $[\text{CrO}_4^{2-}]$ turun sehingga hanya sedikit HCrO_4^- yang terionisasi, karena reaksi akan berlanjut sebagai berikut:



Metode Volhard digunakan jika larutan perak(I) nitrat dititrasi memakai larutan penitrasi tiosianat. Endapan yang terbentuk adalah endapan perak(I) tiosianat yang berwarna putih. Kelebihan ion tiosianat dideteksi memakai indikator besi(III), menghasilkan kompleks $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ yang berwarna merah. Titration ini dapat dilakukan dalam suasana asam kuat. Metode ini dapat digunakan untuk menentukan kadar ion halida, dengan ditambahkan ke dalam larutan ion halida mula-mula jumlah tertentu perak(I) nitrat berlebih, selanjutnya kelebihan ion perak(I) nitrat dititrasi kembali memakai larutan tiosianat dan indikator besi(III). Jika metoda ini diterapkan terhadap ion klorida, harus diketahui bahwa kelarutan perak(I) klorida sedikit lebih besar dari kelarutan perak(I) tiosianat. Ini berarti bahwa endapan perak(I) klorida harus dipisahkan atau dilindungi agar tidak bereaksi dengan ion tiosianat. Biasanya dilakukan dengan cara kedua, yaitu endapan perak(I) klorida dilapisi dengan nitrobenzena sebelum dititrasi dengan larutan tiosianat.

Metode Fajans menggunakan titran larutan perak dengan indikator suatu senyawa flourosensi. Mekanisme yang terjadi adalah apabila endapan perak halida telah terbentuk sebagai koloid maka koloid tersebut akan dilindungi oleh suatu asam organik lemah yang berwarna cukup kuat sehingga dapat diamati secara visual.

Beberapa contoh titration argentometri dengan berbagai indikator dan sampel disajikan dalam tabel

Tabel Beberapa indikator dan sampel menggunakan titration argentometri

Indikator	Sampel yang dititrasi	Titran
Diklorofluoresin	Cl	Ag
Fluoresin	Cl	Ag
Eosin	Br, I SCN	Ag
Bromkresol hijau	SCN	Ag
Metil Lembayung	Ag	Cl
Rhodamin G	Ag	Br
Bromfenol Biru	Hg	Cl

Perak Nitrat merupakan titran universal yang dapat digunakan untuk menentukan semua golongan halida. Apabila dalam suatu sampel terdapat klorida, iodida dan bromida maka kurva titration yang dihasilkan berbeda.

Alat dan Bahan**Alat :**

Beaker Glass, Erlenmeyer, buret, pipet volume, pipet tetes, labu takar 100 ml

Bahan :

Larutan Perak Nitrat 0,05 M, Kristal Natrium klorida, indikator kalium kromat 2%

PEMBAKUAN LARUTAN PERAK(I) NITRAT**Cara Kerja Pembakuan perak(I) nitrat**

Timbang teliti natrium(I) klorida sekitar 0,1 gram dan larutkan dalam labu takar 100 ml, sampai tepat tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam erlenmeyer 250 mL, tambahkan air hingga volum kira-kira 100 mL. Tambahkan ke dalam larutan ini 1 ml, larutan 2% kalium(I) kromat.

Bilas dan isi buret dengan larutan 0,05 M perak(I) nitrat dan lakukan titrasi. Amati bahwa warna merah dari endapan, mula-mula cepat hilang, tetapi proses hilangnya warna ini semakin lama akan semakin lambat. Pada titik akhir titrasi, warna merah ini tidak akan hilang meskipun larutan dikocok dengan kuat. Ulangi pengerjaan ini dua atau tiga kali

PENETUAN KADAR NaCl DALAM SAMPEL PADAT

Penentuan kadar NaCl dalam sampel padat maupun cair dapat dilakukan dengan titrasi pengendapan metode Mohr. Penggunaan metode ini cukup memuaskan apabila kadar NaCl diduga cukup besar misalnya pada air laut. Metode ini tidak tepat untuk penentuan kadar NaCl pada air minum. Sampel lain yang kaya garam misalnya bumbu masak, ikan asin dan makanan kaleng dapat menggunakan metode ini. Kemurnian garam rakyat dari petani garam juga dapat ditentukan dengan metode argentometri, contoh : Garam dapur kasar sebanyak 0,45 gram dilarutkan dalam akuades dan diencerkan hingga 100 ml didalam labu ukur, kadar NaCl murni yang terkandung dalam 0,45 gram sampel tadi dapat ditentukan dengan menentukan ion Cl⁻ nya menggunakan titrasi argentometri dan AgNO₃ sebagai larutan standar.

Dari larutan garam dapur yang telah dibuat, diambil 10 ml untuk dititrasi. Indikator yang digunakan adalah kalium kromat (K₂CrO₄). Pada awal penambahan, ion Cl⁻ dan NaCl yang tergantung dalam larutan bereaksi dengan ion Ag⁺ yang ditambah sehingga membentuk endapan AgCl yang berwarna putih sedangkan larutan pada awalnya berwarna kuning karena penambahan indikator K₂CrO₄. Titik ekuivalen terjadi saat ion Cl⁻ tepat bereaksi dengan ion Ag⁺ yang berarti ion Cl⁻ habis dalam sistem. Dengan penambahan AgNO₃ yang sedikit berlebih menyebabkan ion Ag⁺ bereaksi dengan ion CrO₄²⁻ dalam indikator kalium kromat membentuk endapan putih dengan warna merah bata. Reaksi-reaksi yang terjadi sebagai berikut :

- Saat sebelum TE sampai saat TE
 $\text{AgNO}_{3(\text{aq})} + \text{NaCl}_{(\text{aq})} \rightarrow \text{AgCl}\downarrow (\text{putih}) + \text{NaNO}_{3(\text{aq})}$
- Saat setelah TE
 $2 \text{Ag}^+_{(\text{aq})} + \text{CrO}_4^{2-}_{(\text{aq})} \rightarrow \text{Ag}_2\text{CrO}_{4(\text{s})} \downarrow (\text{endapan putih berwarnamerah bata})$

Setelah dihitung, diperoleh berat NaCl sebesar 38,902 mgram. Dari berat tersebut dapat kita hitung kadarnya yaitu :

$$\text{Kadar NaCl} = \frac{\text{berat NaCl yang dihasilkan}}{\text{berat garam rakyat}} \times 100\%$$

Cara Kerja Penentuan Kadar Klorida

Timbang teliti 0,2 g garam rakyat dan larutkan dalam labu takar 100 mL, encerkan hingga tanda batas. Jika larutan keruh dapat disaring dengan kertas saring. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam labu titrasi, tambahkan air hingga volum kira-kira 100 mL. Tambahkan 1 mL larutan 2% kalium(I) kromat. Lakukan titrasi dengan larutan perak(I) nitrat seperti tercantum diatas. Ulangi 2 sampai 3 kali.

Penentuan kadar NaCl dalam bumbu masak dilakukan dengan cara yang sama

KEGIATAN VI TITRASI REDOKS

Tujuan

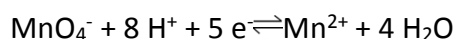
1. Mengetahui konsentrasi larutan baku sekunder kalium permanganat dengan metode titrasi redoks
2. Mengetahui kadar oksalat dalam sampel

Dasar Teori

Reaksi kimia yang melibatkan proses oksidasi dan reduksi atau redoks sering digunakan dalam proses titrasi. Peristiwa redoks dalam reaksi kimia yang dapat memberikan perubahan warna dapat dipakai sebagai indikator. Reaksi redoks tidak mensyaratkan hal khusus kecuali terjadinya proses oksidasi oleh satu reaktan dan proses reduksi oleh satu reaktan yang lain. Proses redoks terjadi dimana terjadi serah terima elektron yang menyebabkan bertambahnya dan berkurangnya bilangan oksidasi suatu unsur.

PEMBAKUAN LARUTAN KALIUM PERMANGANAT

Kalium permanganat merupakan zat pengoksidasi yang sangat kuat. Pereaksi ini dapat dipakai tanpa penambahan indikator, karena mampu bertindak sebagai indikator. Dalam suasana asam ion permanganat mengalami reduksi menjadi ion mangan(II) sesuai reaksi



Untuk pengasaman larutan sebaiknya dipakai asam sulfat, karena asam ini tidak menghasilkan reaksi samping. Sebaliknya jika dipakai asam klorida dapat terjadi kemungkinan teroksidasinya ion klorida menjadi gas klor dan reaksi ini akan mengakibatkan dibutuhkan larutan permanganat dalam jumlah yang lebih banyak dari yang seharusnya. Meskipun demikian, untuk beberapa reaksi tertentu, harus dipakai asam klorida seperti misalnya pada reaksi dengan arsen(III) oksida, antimon(II) dan hidrogen peroksida, karena pemakaian asam sulfat justru menghasilkan beberapa tambahan kesulitan.

Reaksi reduksi ion permanganat juga dapat berlangsung dalam suasana netral dan basa kuat, sesuai reaksi-reaksi berikut

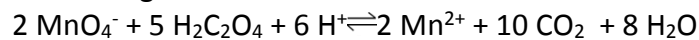
Pereaksi kalium permanganat bukan merupakan pereaksi baku primer. Sangat sukar untuk mendapatkan pereaksi tersebut dalam keadaan murni atau bebas dari mangan(IV) oksida (mangan dioksida). Lagi pula air yang dipakai sebagai pelarut sangat mungkin masih mengandung zat pengotor lain yang dapat mereduksi permanganat menjadi mangan dioksida. Timbulnya mangan dioksida justru akan mempercepat reaksi reduksi permanganat. Demikian juga adanya ion mangan(II) dalam larutan akan dapat mempercepat reduksi permanganat menjadi mangan dioksida, reaksi tersebut berlangsung dalam suasana asam dan berlangsung sangat cepat dalam suasana netral.

Dengan adanya alasan-alasan tersebut, maka pembuatan larutan baku permanganat dilakukan sebagai berikut. Larutkan sejumlah (gram) pereaksi dalam air kemudian dididihkan selama satu jam diatas penangas air. Wadah bertutupkan sumbat kaca, yang dipakai untuk menyimpan larutan, harus benar-benar bebas dari zat pengotor seperti misalnya lemak atau zat pengotor lain. Larutan ini sebaiknya disimpan ditempat gelap, terhindar dari cahaya, karena itu sebaiknya dipakai botol berdinding gelap.

Untuk membakukan larutan permanganat, dapat dipakai pereaksi arsen(III) oksida atau garam natrium(I) oksalat. Arsen(III) oksida merupakan zat baku primer yang baik untuk membakukan larutan permanganat. Pereaksi ini stabil, tidak higroskopis dan mullah diperoleh dalam keadaan murni. Oksida ini mula-mula dilarutkan dalam basa NaOH untuk kemudian diasamkan dengan asam klorida. Selain itu, Natrium(I) oksalat juga merupakan zat baku primer yang baik untuk membakukan larutan permanganat. Pereaksi ini mudah diperoleh

dalam keadaan murni, stabil dan tidak higroskopis. Titrasi pembakuan dilakukan dalam suasana asam sulfat setelah larutan dipanaskan terlebih dulu hingga suhu 60° C untuk mempercepat reaksi. Reaksi ini dikatalisis oleh ion mangan(II) yang dihasilkan sendiri dari reaksi penguraian permanganat .

Reaksi adalah sebagai berikut



Alat dan Bahan

Alat :

Beaker Glass, Erlenmeyer, buret, pipet volume, pipet tetes

Bahan :

Larutan pemanganat 0,1 M, garam natrium oksalat, asam sulfat 1 M

Cara Kerja :

Timbang teliti garam oksalat (kurang lebih 0,1 gram) dan larutkan dalam sedikit air, kemudian pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 mL, encerkan hingga tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam labu titrasi dan tambahkan 50 mL larutan asam sulfat 1 M, panaskan sampai keluar asap putih. Segera titrasi dengan larutan baku permanganat sampai teramati warna merah muda. Ulangi titrasi ini dua atau tiga kali sampai didapat harga tetap.

PENENTUAN KADAR OKSALAT DALAM SAMPEL CAIR DAN SAMPEL PADAT

Tujuan

Mengetahui kadar oksalat dalam sampel cair dan sampel padat dengan titrasi redoks

Dasar Teori

Titrasi Redoks menggunakan permanganat dapat digunakan untuk penentuan oksalat pada sampel baik sampel padat maupun cair. Oksalat berada dalam bentuk garam natrium atau kalsium. Penentuan kadar oksalat dengan penitrasi permanganat merupakan titrasi langsung yang dapat dilakukan seperti proses pembakuan. Sampel padat mula-mula ditimbang, dilarutkan dan disaring sebelum dititrasi.

Titrasi permanganometri ini dapat pula dimanfaatkan untuk penentuan kadar kalsium(II) secara tidak langsung dalam larutan memakai metoda titrasi redoks. Ion kalsium mula-mula diendapkan terlebih dulu sebagai kalsium(II) oksalat. Pengendapan dilakukan dengan cara pengendapan serba sama sebagai berikut. Pada larutan ion kalsium(II) yang telah diasamkan (pH = 1), mula-mula ditambahkan garam amonium(I) oksalat, kemudian pada larutan ini ditambahkan amoniak tetes demi tetes sambil diaduk untuk menaikkan pH larutan sampai tercapai harga sesuai untuk pengendapan kalsium(II) oksalat. Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci untuk menghilangkan kelebihan oksalat dan bebas dari klorida. Endapan ini lengkap dengan kertas saringnya dimasukkan ke dalam labu titrasi, diasamkan dengan asam sulfat dan setelah pengenceran dengan air, dipanaskan sampai 60 C, baru dititrasi dengan larutan baku permanganat sampai warna merah muda

Alat dan Bahan

Alat

Beaker Glass, Erlenmeyer, buret, pipet volume, pipet tetes, gelas ukur

Bahan

Larutan pemanganat 0,1 M, sampel padat, sampel cair, kertas saring, asam sulfat 1 M

Cara Kerja :

Penentuan kadar oksalat dalam sampel cair

Pipet 25 mL sampel cair ke dalam labu titrasi dan tambahkan 50 mL larutan asam sulfat 1 M,

panaskan sampai keluar asap putih. Segera titrasi dengan larutan baku permanganat sampai teramati warna merah muda. Ulangi titrasi ini dua atau tiga kali sampai didapat harga tetap.

Penentuan kadar oksalat dalam sampel padat

Timbang teliti sampel padat (kurang lebih 1 – 2 gram). Hancurkan dengan mortar kemudian larutkan dengan 80 ml akuades. Saring larutan dan pindahkan dalam labu takar 100 ml kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas. Pipet 25 mL sampel cair ke dalam labu titrasi dan tambahkan 50 mL larutan asam sulfat 1 M, panaskan sampai keluar asap putih. Segera titrasi dengan larutan baku permanganat sampai teramati warna merah muda. Ulangi titrasi ini dua atau tiga kali sampai didapat harga tetap.

Sampel cair : minuman ringan atau sampel air bening atau tidak berwarna

Sampel padat : makanan instan, bayam, kubis dll

DAFTAR PUSTAKA

- Arsyad, N., M., 2001, **Kamus Kimia Arti dan Penjelasanannya**, PT Gramedia Jakarta
- Day and Underwood, **Analisis Kimia Kuantitatif**, Penerbit Erlangga, Jakarta
- Harris and
- Vogel, A., I., 1999, **Analisis Kuantitatif Anorganik**, EGC, Penerbit Buku Kedokteran
- Vogel A.I., 1999, **A Text Book of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis**, Longman

Limbah Yang Dihasilkan Praktikum Kimia Analisis Dasar

JUDUL PRAKTIKUM	JENIS LIMBAH	KATEGORI	WADAH
ANALISIS KUALITATIF ANORGANIK	1. Logam berat (analisis kualitatif)	Logam	Biru
ANALISIS GRAVIMETRI	1. BaCl ₂ , HCl, H ₂ SO ₄	Asam-basa	Putih
	2. Endapan H ₂ SO ₄ , AgNO ₃ + filtrat	Logam berat	Merah
	3. CuSO ₄	Logam berat	Merah
TITRASI ASAM BASA	1. Larutan borak, metilmerah, HCl	Asam-basa	Putih
	2. Larutan baking soda, pp, HCl	Asam-basa	Putih
TITRASI PENGOMPLEKSAN	1. Larutan MgCl ₂ , Buffer pH 10, EBT, NaCl, EDTA	Asam-basa	Putih
	2. Buffer pH 10, EDTA, NaCl	Asam-basa	Putih
	3. Buffer pH 10, EDTA, NaCl, EBT	Asam-basa	Putih
TITRASI PENGENDAPAN	1. Larutan NaCl, kalium kromat, lar. AgNO ₃	Logam berat	Merah
TITRASI REDOKS	1. Larutan garam oksalat, asam sulfat, permanganat,	Logam berat	Merah
	2. Larutan H ₂ SO ₄ , lar. Permanganat	Logam berat	Merah