

PETUNJUK PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS DASAR

**Penyusun :
TIM ANALISIS DASAR**



**LABORATORIUM KIMIA ANALITIK
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2019**

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, Juli 2019

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.....	19
Kegiatan V. Titrasi Pengendapan	22
Kegiatan VI. Titrasi Redoks	26
Kegiatan VII. Titrasi Potensiometri.....	30
Kegiatan VIII. Lab Kering : Pembuatan Kurva Titrasi Asam Basa	34
Daftar Pustaka	41

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.
- 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.
 - Garam dari **sulfit** pada umumnya tidak larut dalam air **kecuali** garam dari alkali dan **hidrogen sulfit** alkali tanah.
 - 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.
 - Garam **fosfat**, **arsenat** dan **arsenit** tidak larut dalam air **kecuali** garam **natrium(I)**, **kalium(I)** dan **ammonium(I)**.
 - Garam **fluorida** umumnya tidak larut dalam air **kecuali** garam **natrium(I)**, **kalium(I)** dan **ammonium(I)**, **perak(I)**, dan **merkuri(I)**
 - Garam **Borat** tidak larut dalam air kecuali garam alkali.
 - Garam **kromat** sedikit larut dalam air **kecuali** garam dari **alkali** dan **alkali tanah** (tidak termasuk barium(II)).
 - Garam dari **tiosulfat** umumnya larut dalam air.
 - 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, ammoniak, 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. Reaksi dengan Asam atau basa

Pertama diambil sedikit sampel dan dilarutkan dalam akuades, kemudian larutan sampel tersebut direaksikan dengan HCl 0,5M, H_2SO_4 0,5M, dan NaOH 0,5M. Amati apakah terdapat endapan yang terbentuk, berwarna atau tidak.

5. Pengujian kation

- Larutan sampel dididihkan dengan larutan pekat (atau padatan) Na_2CO_3 . 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. Endapan yang terbentuk kemungkinan terdiri dari Ba^{2+} , Sr^{2+} atau Ca^{2+} . Lakukan uji identifikasi kation.

6. 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)

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

Na(I)

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

7. 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.

8. 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.

a. 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 meng-

hasilkan HBr dan HI. Selanjutnya dapat dilakukan uji identifikasi.

b. 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.

c. 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 pada larutan sampel diendapkan sebagai perak klorida dengan

penambahan AgNO_3 , endapan disaring dan dilarutkan dengan amonium karbonat. Larutan dibagi dua

- a. ditambah asam nitrat perak klorida akan mengendap kembali
- b. 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 coklat seperti 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

Maka disimpulkan garam yang dianalisis adalah

CARA KERJA	HASIL	Kemungkinan Garam
Bentuk dan warna	Serbuk warna putih	-
Warna nyala	Tidak spesifik	Selain alkali dan alkali tanah
Kelarutan	Larut dalam air dingin	
Pengujian dengan asam atau basa Reaksi dengan HCl Reaksi dengan H ₂ SO ₄ Reaksi dengan NaOH	Tidak memunculkan endapan Tidak memunculkan endapan Menghasilkan endapan berwarna	
Pengujian kation	Membentuk endapan dengan karbonat jenuh dan Larut dengan HCl pekat panas Mengendap dengan amoniak	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⁺
Identifikasi kation	Bereaksi membentuk endapan coklat jika direaksikan dengan kalium heksasianoferat dalam suasana asam encer HCl	Cu ²⁺
Pengujian anion	Mengendap dengan karbonat jenuh dan Jika filtrat ditambah HCl dan larutan barium klorida menunjukkan endapan putih	SO ₄ ²⁻
Identifikasi anion	Jika larutan ditambah larutan timbal (II) nitrat terbentuk endapan putih. Endapan larut dalam ammonium asetat jenuh	SO ₄ ²⁻

ANALISIS GRAVIMETRI

I. 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

II. DasarTeori :

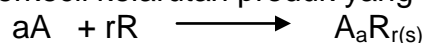
Analisis Gravimetri merupakan salah satu metode analisis kuantitatif dengan penimbangan. Tahap awal dari analisis gravimetri adalah pemisahan komponen yang ingin diketahui dari komponen-komponen lain yang terdapat dalam suatu sampel kemudian dilakukan pengendapan. Pengukuran dalam metode gravimetri adalah 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.

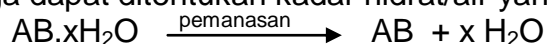
Endapan yang terbentuk dikeringkan pada suhu 100-130°C atau dipijarkan sampai suhu 800°C tergantung suhu dekomposisi dari analit. Pengendapan kation misalnya, pengendapan sebagai garam sulfida, pengendapan nikel dengan dimetilglioksim (DMG), pengendapan perak dengan klorida atau logam hidroksida dengan 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.

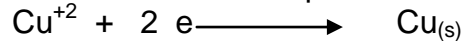
Metode Penguapan

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

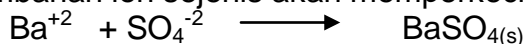


Cara elektrolisis ini dapat diberlakukan pada sampel yang diduga mengandung kadar logam terlarut cukup besar seperti air limbah.

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.

1. 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.

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

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

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 :

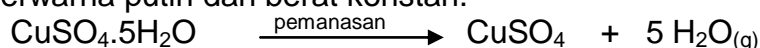
Sampel padat ditimbang secara kuantitatif dan dilarutkan dengan akuades 100 mL dan ditambahkan dengan 5 mL HCl 3 M sampai larut sempurna. Larutan dipanaskan diatas bunsen sampai hampir mendidih dan ditambahkan larutan H₂SO₄ 0,5 M 25 mL sedikit demi sedikit. Apabila masih terbentuk endapan putih, tambahkan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

2. 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 $1,2,3,\dots,n$. Berat sampel sebelum dipanaskan merupakan berat senyawa dan berat air kristal yang terikat dalam kristal. Pemanasan pada suhu $110-130^\circ\text{C}$ 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 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.

TITRASI ASAM BASA

I. Tujuan

1. Mengetahui konsentrasi larutan baku sekunder (HCl)
2. Mengetahui kadar Na_2CO_3 dalam baking soda komersil dengan menggunakan indikator asam-basa

II. Dasar Teori

Analisis titrimetri adalah metode analisis untuk mengetahui konsentrasi larutan berdasarkan pada larutan baku atau larutan yang telah diketahui konsentrasinya sebelumnya. Analisis titrimetrik disebut juga volumetri karena dalam analisisnya diperoleh data yaitu volume larutan baku dan larutan sampel. Larutan baku adalah larutan yang telah diketahui konsentrasinya. Jika suatu larutan dapat diperoleh dalam keadaan murni, maka untuk memperoleh larutan dengan konsentrasi tertentu, maka dapat dilakukan penimbangan secara teliti dengan jumlah tertentu dan dilarutkan dalam volume tertentu. Larutan baku yang diperoleh dengan cara tersebut dinamakan larutan **baku primer**.

Suatu zat yang dapat menjadi baku primer harus memenuhi persyaratan-persyaratan sebagai 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 prakteknya, 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.

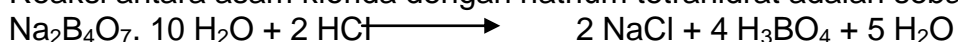
Cara pembakuan terbaik adalah dengan memanfaatkan jenis reaksi yang sama dengan reaksi yang terjadi pada pemakaian larutan yang dilakukan pada penentuan sampel. Larutan yang dibakukan terhadap larutan baku primer dinamakan larutan **baku skunder**

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 penghabluran 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:



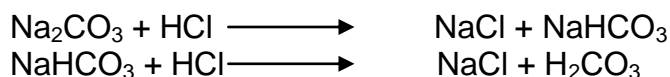
Titik ekuivalen adalah saat volume larutan standar telah mencapai kesetimbangan dengan larutan sampel. Berbeda dengan titik ekuivalen, titik akhir titrasi (TAT) adalah saat penambahan larutan standar dihentikan. Maka diharapkan titik akhir titrasi tidak jauh dari titik ekuivalen reaksi. Untuk mengetahui kapan kita mengakhiri titrasi (TAT) dilakukan dengan cara menambahkan indikator titrasi asam basa yang akan berubah warna pada saat TAT. Beberapa contoh indikator asam-basa yang biasa digunakan antara lain:

Nama Indikator	Rentang pH	Perubahan Warna
Biru Timol	1,2-2,8	Merah-kuning
Kuning Metil	2,9-4,0	Merah-kuning
Jingga Metil	3,1-4,4	Merah-kuning
Hijau Bromkresol	3,8-5,4	Kuning-biru
Biru Bromtimol	6.0-7.6	Kuning-biru
Merah Fenol	6,8-8,4	Kuning-merah
Fenolftalein	8,3-10	Tdk berwarna-merah jambu
Timolftalein	9,3-10,5	Tdk berwarna-biru

Penerapan titrasi asam basa dapat dilakukan untuk menentukan kadar dari baking soda. Baking Soda merupakan zat yang 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 ekuivalen 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 merah sesuai reaksi diatas ekuivalen dengan jumlah total karbonat Na_2CO_3 .

1. Pembakuan Asam Klorida

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.

2. Penentuan Kadar Na₂CO₃ Dalam Baking Soda Komersil**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 sebelumnya tetapi dengan menggunakan indikator yang berbeda yaitu metil jingga/metil merah.**

TITRASI PENGKOMPLEKSAN

I. Tujuan

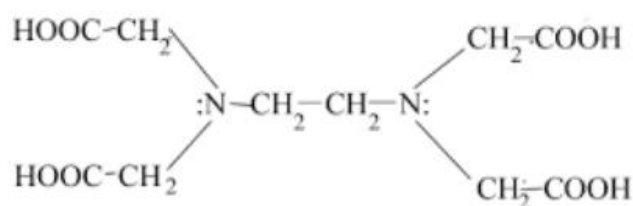
1. Mengetahui konsentrasi larutan baku EDTA dengan larutan Magnesium(II)klorida menggunakan metode titrasi pengompleksan.
2. Mengetahui kesadahan sementara, kesadahan tetap dan kesadahan total dari sampel air dengan titrasi pengompleksan

II. Dasar Teori

Titration pengompleksan 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.

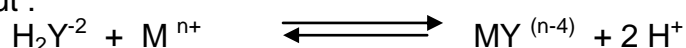
Senyawa kompleks yang terbentuk mempunyai sifat stabil dalam bentuk larutan dan hanya sedikit terdisosiasi. Kestabilan senyawa kompleks ditentukan oleh konstanta kestabilan senyawa kompleks masing-masing. Pemilihan ligan dalam titrasi pengompleksan harus memperhatikan tingkat kestabilannya.

Asam etilen diamin tetra aasetat 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:



structure of EDTA

Dalam bentuk asam, senyawa EDTA tidak larut dalam akuades tetapi dapat larut dalam pelarut basa misalnya larutan NaOH. Untuk keperluan titrasi pengompleksan 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 pengompleks. Beberapa indikator logam yang biasa digunakan pada titrasi pengompleksan ini diantaranya adalah Erichrome Black T (EBT) dan eurexide. Indikator EBT merupakan asam triprotik yang disingkat H_3In .

Penerapan dari titrasi kompleksometri, adalah penentuan kesadahan air. 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 karena karbonat mudah menguap menjadi CO_2 .

PEMBAKUAN LARUTAN EDTA

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) klorida sekitar 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 terbentuk 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

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 EBT-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 dididihkan selama setengah jam, kemudian ditunggu hingga dingin dan saring ke dalam labu takar 100 mL **tanpa pembilasan kertas saring**. Filtrat ditambahkan dengan akuades hingga tepat tanda batas. Selanjutnya, dipindahkan 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.

TITRASI PENGENDAPAN

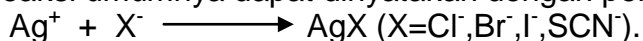
I. Tujuan

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

II. Dasar Teori

Titration 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.

Titration 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:



Titration 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

Titration 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.

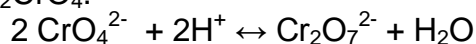
Adapun salah satu bahan yang digunakan dalam titrasi pengendapan adalah Kromat (CrO_4^{2-}) sebagai indikator titik akhir karena membentuk endapan Ag_2CrO_4 berwarna merah saat bereaksi dengan ion perak.

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

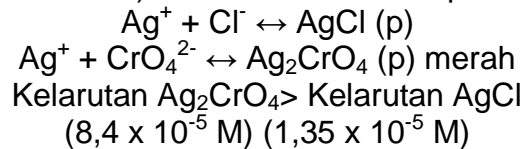
$$K_{sp} \text{AgCl} = 1,82 \cdot 10^{-10} \text{ mol}^2 \cdot \text{L}^{-2}$$

[Perhatikan satuan stoikiometrinya]

Meskipun tetapan hasil kali 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 .

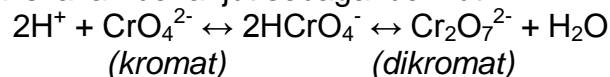


Jika larutan Ag^+ ditambahkan ke dalam larutan Cl^- mengandung sedikit CrO_4^{2-} , maka AgCl akan mengendap lebih dulu, sementara itu Ag_2CrO_4 belum terbentuk, dan $[\text{Ag}^+]$ akan naik hingga hasil kali kelarutan melampaui $K_{sp} \text{Ag}_2\text{CrO}_4 (2,0 \times 10^{-12})$ sehingga terbentuk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

Penerapan titration pengendapan adalah penentuan kadar NaCl dalam sampel dengan titration pengendapan **metode Mohr**. Penggunaan metode ini cukup

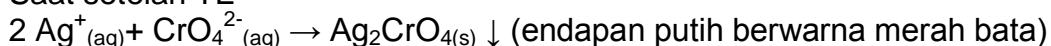
memuaskan apabila kadar NaCl diduga cukup besar misalnya pada air laut dan tidak tepat untuk penentuan kadar NaCl pada air minum. Sampel lain yang kaya garam yang dimungkinkan untuk dianalisis adalah bumbu masak, ikan asin dan makanan kaleng.

Dalam penentuan konsentrasi ion Cl^- dalam sampel melalui titrasi argentometri, larutan standar yang digunakan adalah AgNO_3 . Dari larutan sampel yang telah dibuat, diambil 10 ml untuk dititrasi kemudian ditambahkan indikator kalium kromat (K_2CrO_4). Pada awal penambahan, ion Cl^- dari NaCl akan bereaksi dengan ion Ag^+ sehingga membentuk endapan AgCl yang berwarna putih sedangkan warna larutan pada awalnya akan berwarna kuning karena penambahan indikator K_2CrO_4 . Titik ekuivalen terjadi saat ion Cl^- tepat bereaksi dengan ion Ag^+ yang berarti ion Cl^- habis dalam sistem. Dengan penambahan AgNO_3 yang sedikit berlebih menyebabkan ion Ag^+ bereaksi dengan ion CrO_4^{2-} sehingga membentuk endapan putih dengan warna merah bata. Reaksi-reaksi yang terjadi sebagai berikut :

- Saat sebelum TE sampai saat TE



- Saat setelah TE



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%

1. 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

2. PENETUAN KADAR NaCl DALAM SAMPEL PADAT

Cara Kerja Penentuan Kadar Klorida

Timbang teliti 0,2 g garam rakyat/bumbu masak dan dilarutkan dalam labu takar 100 mL, encerkan hingga tanda batas. **Jika larutan keruh**, maka larutan sampel 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 yang telah dibakukan. Ulangi 2 sampai 3 kali.

TITRASI REDOKS

I. Tujuan

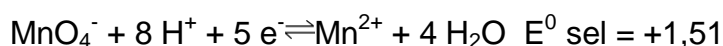
1. Mengetahui konsentrasi larutan baku sekunder kalium permanganat dengan metode titrasi redoks
2. Mengetahui kadar oksalat dalam sampel padat dan cair

II. Dasar Teori

Reaksi kimia yang melibatkan proses oksidasi dan reduksi atau redoks bisa dimanfaatkan untuk proses analisis melalui proses titrasi. Proses redoks terjadi akibat dari serah terima elektron yang menyebabkan bertambahnya dan berkurangnya bilangan oksidasi suatu unsur. Reaksi redoks tidak mensyaratkan hal khusus kecuali terjadinya proses oksidasi oleh satu reaktan dan proses reduksi oleh satu reaktan yang lain. Terkadang reaksi redoks yang berlangsung menyebabkan perubahan warna sehingga dapat digunakan sebagai indikator.

PEMBAKUAN LARUTAN KALIUM PERMANGANAT

Kalium permanganat merupakan zat pengoksidasi yang sangat kuat. Pereaksi ini dapat dipakai tanpa penambahan indikator, karena mampu ketika perubahan biloks dari permanganat juga turut mengalami perubahan warna. Dalam suasana sangat asam ion permanganat mengalami reduksi menjadi ion mangan(II) sesuai reaksi



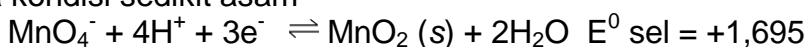
Untuk pengasaman larutan sebaiknya dipakai asam sulfat, karena asam ini tidak menghasilkan reaksi samping atau reaksi redoks lainnya. Sebaliknya jika dipakai asam klorida dapat terjadi kemungkinan teroksidasinya ion klorida menjadi gas klor dan reaksi ini akan mengakibatkan dibutuhkan larutan permanganat 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 sedikit asam, sesuai reaksi-reaksi berikut :

Pada keadaan netral



Pada kondisi sedikit asam



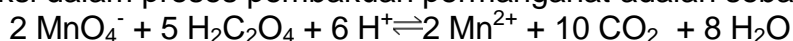
Pereaksi kalium permanganat bukan merupakan pereaksi baku primer. Sangat sukar untuk mendapatkan pereaksi tersebut dalam keadaan murni atau bebas dari mangan(IV)oksida (mangan dioksida). Lagi pula air yang dipakai sebagai pelarut sangat mungkin masih mengandung zat pengotor lain yang dapat mereduksi 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 ber dinding 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 pembakuan 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 dalam proses pembakuan permanganat adalah sebagai berikut:



PENENTUAN KADAR OKSALAT DALAM SAMPEL CAIR DAN SAMPEL PADAT

Titration 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.

Titration permanganometri ini dapat pula dimanfaatkan untuk penentuan kadar kalsium(II) secara tidak langsung dalam larutan memakai metoda titration 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

Bahan :

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

PEMBAKUAN LARUTAN KALIUM PERMANGANAT

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

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 :

a. 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.

b. 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

TITRASI ASAM BASA MENGGUNAKAN pH METER (TITRASI POTENSIOMETRI)

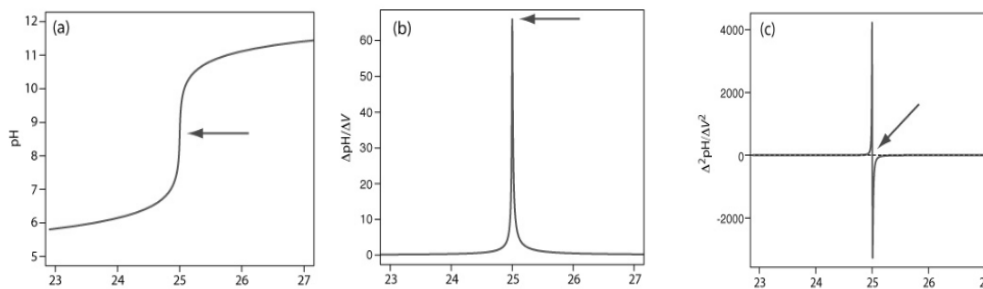
I. Tujuan

1. Mengetahui konsentrasi larutan baku sekunder (HCl)
2. Mengetahui kadar Na_2CO_3 dalam baking soda komersil melalui titrasi asam basa dengan menentukan titik ekuivalen menggunakan pH meter

II. Dasar Teori

Dalam metode analisis titrasi, menentukan titik akhir titrasi menjadi bagian yang sangat penting. Pada umumnya, titrasi akan dihentikan saat indikator yang ditambahkan berubah warna. Namun, untuk titrasi asam basa dapat memanfaatkan pH meter untuk menentukan titik ekuivalen. Sehingga data yang dicatat adalah hubungan antara pH dengan volume yang ditambahkan. Mengingat pada dasarnya titrasi asam basa juga berdasarkan pada perubahan pH dari penambahan larutan baku dalam larutan sampel.

Titrasi ini dapat dilakukan secara manual dimana setiap penambahan larutan baku dengan jumlah tertentu maka kemudian dicatat pH yang terukur. Sehingga didapatkan plot data hubungan antara pH dengan volume titran yang ditambahkan (gambar a) atau biasa disebut dengan kurva titrasi. Titik ekuivalen berada pada titik belok dari kurva tersebut. Untuk akurasi dibuatlah plot turunan pertama ($\Delta\text{pH}/\Delta V$) dan kedua ($\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$) dari kurva titrasi (gambar b dan c). Titik ekuivalen berada pada puncak tertinggi dari turunan pertama atau nilai yang mendekati nol dari turunan kedua.



Gambar. Plot data titrasi potensiometrik

Untuk menentukan titik ekuivalen maka akan dilakukan interpolasi dari data yang telah didapatkan. Sebagai contoh jika didapatkan data sebagai berikut (difokuskan pada volume yang dekat dengan titik ekuivalen) :

V (larutan baku) mL	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta V$	$\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$
24,70	3,29		
		2,2	
24,80	3,51		+6
		2,8	
24,90	3,79		+35
		6,3	
25,00	4,42		+225
		28,8	
25,10	7,3		-243
		4,5	
25,20	7,75		-4
		4,1	
25,30	8,16		

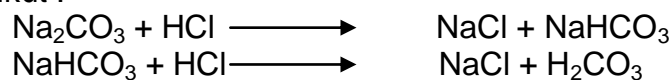
Perhitungan volume ekuivalen bisa dilakukan tanpa menggunakan pembuatan kurva titrasi dari data kita ketahui bahwa titik ekuivalen berada diantara volume 25,00 dan 25,10 karena melewati titik nol untuk turunan keduanya ($\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$). Titik ekuivalen tersebut berada pada rentang 25,00 – 25,10 dimana tiap kenaikan volume larutan baku (0,1 mL) menyebabkan perubahan $+225 - (-243) = 468$. Dengan mengasumsikan sifat linier, maka menghitung kenaikan volume yang berubah dari $\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$ dari +225 hingga tepat nol adalah sebagai berikut :

$$\frac{\text{titik batas atas } \Delta^2\text{pH}/\Delta V^2}{\text{titik batas atas } \Delta^2\text{pH}/\Delta V^2 - \text{titik batas bawah } \Delta^2\text{pH}/\Delta V^2} \times \Delta V$$

$$= \frac{225}{225 - (-243)} \times 0,10 = 0,048$$

Sehingga titik nol atau titik ekuivalen berada pada volume
(25,00 + 0,048) mL = 25,048 mL

Perlu diingat bahwa titik ekuivalen sebuah titrasi asam basa bisa lebih dari satu seperti jika kita mereaksikan antara natrium karbonat (Na_2CO_3) dengan HCl dengan reaksi sebagai berikut :



Reaksi pertama memiliki titik ekuivalen berkisar pada pH 8,3 sedangkan pada reaksi kedua pada pH 3,9. Sehingga penambahan volume larutan baku dapat dilakukan dengan cepat pada mulanya kemudian agar diperoleh titik-titik yang cukup yang dekat dengan titik ekuivalennya maka penambahan volume larutan baku dapat diperkecil. Sehingga titik ekuivalen dapat diketahui dengan baik. Dimungkinkan untuk melakukan 2 kali pengukuran dengan volume penambahan yang berbeda (yang kedua lebih kecil) khususnya pada daerah yang mendekati titik ekuivalen.

I. PEMBAKUAN ASAM KLORIDA

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

Alat dan Bahan

Alat :

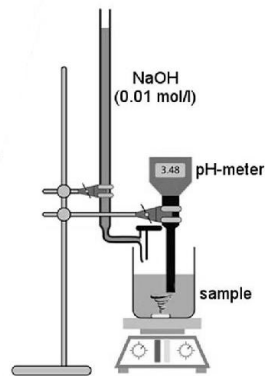
Beaker Glass, buret, pipet volume, pipet tetes, pH meter, stirrer dan statif yang dirangkai seperti gambar yang terlampir.

Bahan :

Larutan HCl, sampel baking soda, buffer kalibrasi untuk pH meter (pH 4,7 dan 10)

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 ditambahkan air hingga tepat tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam beaker glass 100 ml, masukkan *magnetic stirrer* ke gelas beaker dan masukkan pH meter ke dalam larutan sehingga elektrode tercelup. Lakukan pengadukan, dan bacalah nilai pH yang terukur sebagai pH pada volume larutan baku=0. Selanjutnya lakukan pembacaan pH tiap-tiap penambahan larutan HCl sebanyak 0,5 mL atau 0,2 mL jika mendekati titik ekuivalen. Lakukan titrasi hingga pH larutan telah melebihi pH titik ekuivalen kedua dari baking soda yaitu 3,9. Buatlah kurva titrasi dari hubungan antara volume HCl dengan pH serta kurva turunan pertama dan kedua. Tentukan volume ekuivalen titrasi tersebut sehingga diketahui konsentrasi dari baking soda.



Gambar rangkaian alat pengukuran titrasi potensiometri

KURVA TITRASI

I. Tujuan

Membuat Kurva Titrasi Asam Basa dengan Microsoft Excel

II. Dasar Teori

Kurva titrasi merupakan grafik hubungan volume titran dengan perubahan yang diamati. Pada titrai asam basa, volume titran sebagai variabel independen dan pH larutan sebagai variabel dependen. Suatu larutan asam yang dititrasi dengan basa akan mengalami kenaikan pH larutan sesuai dengan jumlah volume larutan basa yang ditambahkan. Hubungan antara volume titran (sumbu x) dan pH larutan (sumbu y) dapat membentuk suatu grafik, sehingga diperoleh **kurva titrasi asam basa**

Titrasi Asam Basa

1. Titrasi asam basa melibatkan asam maupun basa sebagai titran. Titrasi asam basa berdasarkan reaksi penetralan.
2. Kadar larutan asam ditentukan dengan menggunakan larutan basa dan sebaliknya. Titran ditambahkan titer sedikit demi sedikit sampai mencapai keadaan ekuivalen (secara stoikiometri titran dan titer tepat habis bereaksi) yang biasa disebut sebagai **titik ekuivalen**.

Perbedaan titik akhir titrasi dengan titik ekuivalen

- Titik ekuivalen adalah yaitu titik dimana konsentrasi asam sama dengan konsentrasi basa atau titik dimana jumlah basa yang ditambahkan sama dengan jumlah asam yang dinetralkan : $[H^+] = [OH^-]$.
- Titik akhir titrasi (TAT) adalah keadaan dimana titrasi dihentikan dengan cara melihat perubahan warna indikator.

Titik akhir titrasi seharusnya mendekati titik ekuivalen, tetapi biasanya titik akhir titrasi melewati titik ekuivalen. Oleh karena itu, titik akhir titrasi sering disebut juga sebagai titik ekuivalen. Pada saat ini (titik ekuivalen) proses titrasi dihentikan, dan kemudian kita mencatat volume titer yang diperlukan untuk mencapai keadaan tersebut, dengan menggunakan data volume titran, volume dan konsentrasi titer maka kita bisa menghitung kadar titran. Berikut merupakan contoh pembuatan kurva titrasi berdasarkan reaksi asam dan basa dari HCl 0,1 M sebanyak 10 mL yang dititrasi dengan NaOH 0,1 M.

Reaksi yang terjadi adalah : $HCl + NaOH \longrightarrow NaCl + H_2O$

vol HCl	M HCl	vol NaOH	M NaOH	$[H^+]$	pH
10	0,1	0	0,1	0,10000	1,0000
10	0,1	1	0,1	0,08182	1,0872
10	0,1	2	0,1	0,06667	1,1761
10	0,1	3	0,1	0,05385	1,2688
10	0,1	4	0,1	0,04286	1,3680
10	0,1	5	0,1	0,03333	1,4771
10	0,1	6	0,1	0,02500	1,6021
10	0,1	7	0,1	0,01765	1,7533

vol HCl	M HCl	vol NaOH	M NaOH	[H ⁺]	pH
10	0,1	8	0,1	0,01111	1,9542
10	0,1	9	0,1	0,00526	2,2788
10	0,1	9,5	0,1	0,00256	2,5911
10	0,1	9,7	0,1	0,00152	2,8173
10	0,1	9,9	0,1	0,00050	3,2989
10	0,1	10,0	0,1	0.0000001	7,0000
10	0,1	10,1	0,1	0,00050	10,6968
10	0,1	10,3	0,1	0,00148	11,1696
10	0,1	10,5	0,1	0,00244	11,3872
10	0,1	11	0,1	0,00476	11,6778
10	0,1	12	0,1	0,00909	11,9586
10	0,1	13	0,1	0,01304	12,1154
10	0,1	14	0,1	0,01667	12,2218
10	0,1	15	0,1	0,02000	12,3010
10	0,1	16	0,1	0,02308	12,3632
10	0,1	17	0,1	0,02593	12,4137
10	0,1	18	0,1	0,02857	12,4559
10	0,1	19	0,1	0,03103	12,4918
10	0,1	20	0,1	0,03333	12,5229

Untuk menghitung pH pada titrasi HCl dengan NaOH dilakukan

1. Menghitung konsentrasi sisa asam saat sebelum titik ekuivalen
2. Menghitung konsentrasi garam saat titik ekuivalen
3. Menghitung konsentrasi sisa basa saat sebelum titik ekuivalen

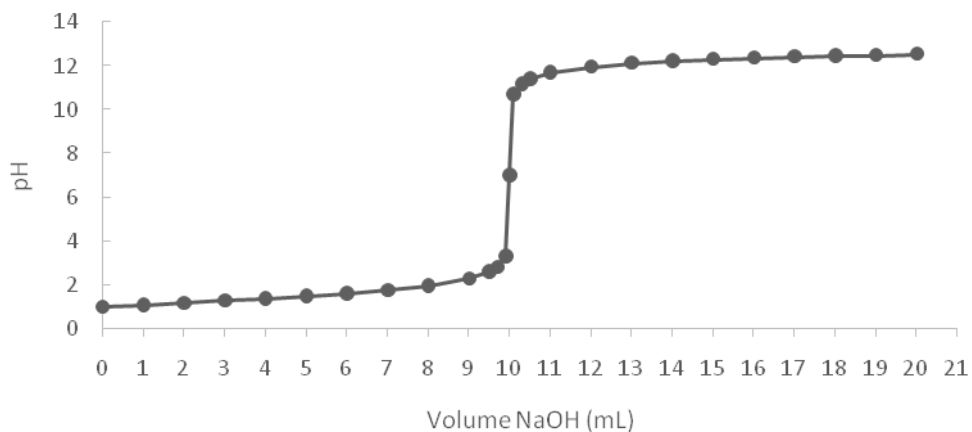
Contoh :

1. Pada saat penambahan volume NaOH 0,1 M sebanyak 1 ml, berapakah pH larutan?
 $\text{mol HCl} = 0,1 \text{ M} \times 10 \text{ ml} = 1 \text{ mmol}$
 $\text{mol NaOH} = 0,1 \text{ M} \times 1 \text{ ml} = 0,1 \text{ mmol}$
sisa asam adalah 0,9 mmol
 $[\text{H}^+] = 0,9 \text{ mmol} : 11 \text{ ml} = 0.081818182$
 $\text{pH} = -\log [\text{H}^+] = -\log 0.081818182 = 1.087150176$
2. Pada saat penambahan volume NaOH 0,1 M sebanyak 10 ml, berapakah pH larutan?
 $\text{mol HCl} = 0,1 \text{ M} \times 10 \text{ ml} = 1 \text{ mmol}$
 $\text{mol NaOH} = 0,1 \text{ M} \times 10 \text{ ml} = 1 \text{ mmol}$
 $\text{mmol NaCl} = 1 \text{ mmol}$
 $[\text{NaCl}] = 1\text{mmol} / 20 \text{ ml} = 0,05 \text{ M}$
karena NaCl adalah garam netral maka berapapun konsentrasinya $\text{pH} = 7$
3. Pada saat penambahan volume NaOH 0,1 M sebanyak 15 ml, berapakah pH larutan?
 $\text{mol HCl} = 0,1 \text{ M} \times 10 \text{ ml} = 1 \text{ mmol}$
 $\text{mol NaOH} = 0,1 \text{ M} \times 5 \text{ ml} = 1,5 \text{ mmol}$
sisa basa adalah 0,5 mmol
 $[\text{OH}^-] = 0,5 \text{ mmol} : 15 \text{ ml} = 0.02$
 $\text{pH} = 14 - \text{pOH} = 14 - (-\log [\text{OH}^-]) = 12.30103$

Untuk pembuatan grafik, dilakukan tahapan sebagai berikut:

1. Buka Microsoft excel
2. Isikan volume HCl (10 ml), Konsentrasi HCl 0,1 M dan Konsentrasi NaOH 0,1 M
3. Variasikan Vol NaOH dari 0-20 mL
4. Hitung konsentrasi $[H^+]$ jika terdapat sisa asam dan $[OH^-]$ jika terdapat sisa basa
5. Hitung pH

Jika sudah maka didapatkankurva hubungan antara Volume NaOH (sumbu x) dan pH (sumbu Y) sebagai berikut :



Pada kurva diatas, kenaikan pH melambat hingga titrasi mencapai titik ekuivalen (Titik ekuivalen pada pH 7). Setelah titik ekuivalen kenaikan pH kembali melambat. Pada grafik diatas, lonjakan pH terjadi ketika volume NaOH 9,9 ml menuju 10 ml dan volume 10 ml menuju 10,1 ml yang berarti bahwa perubahan 0,1 ml NaOH berpengaruh besar pada lonjakan pH. Seorang analis harus memperlambat kecepatan titrasi ketika mendekati titik ekuivalen sehingga kondisi ekuivalen diperoleh dengan tepat.

Dalam suatu titrasi, penggunaan larutan encer lebih disukai karena lonjakan pH larutan lebih sedikit. Contoh, apabila konsentrasi HCl dan NaOH diperkecil menjadi 0,01 M dan 0,001 M, maka jika diperhitungkan kembali pH larutan didapatkan tabel sebagai berikut

- Konsentrasi 0,1 M

vol HCl	M HCl	vol NaOH	M NaOH	$[H^+]$	pH
10	0,010	0	0,010	0,01000	2,0000
10	0,010	1	0,010	0,00818	2,0872
10	0,010	2	0,010	0,00667	2,1761
10	0,010	3	0,010	0,00538	2,2688
10	0,010	4	0,010	0,00429	2,3680
10	0,010	5	0,010	0,00333	2,4771
10	0,010	6	0,010	0,00250	2,6021

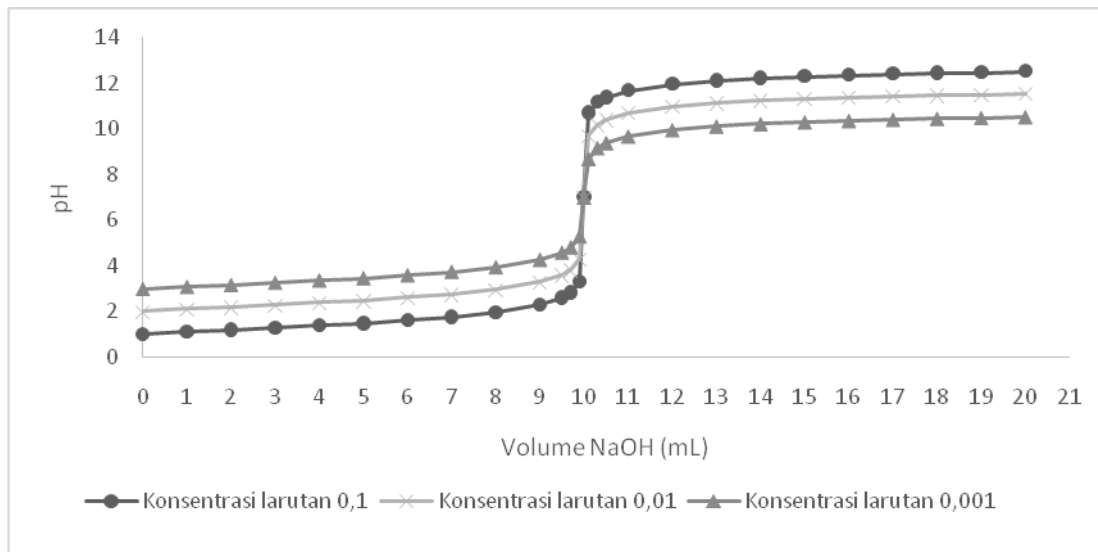
vol HCl	M HCl	vol NaOH	M NaOH	[H ⁺]	pH
10	0,010	7	0,010	0,00176	2,7533
10	0,010	8	0,010	0,00111	2,9542
10	0,010	9	0,010	0,00053	3,2788
10	0,010	9,5	0,010	0,00026	3,5911
10	0,010	9,7	0,010	0,00015	3,8173
10	0,010	9,9	0,010	0,00005	4,2989
10	0,010	10,0	0,010	0,0000001	7,0000
10	0,010	10,1	0,010	0,00005	9,6968
10	0,010	10,3	0,010	0,00015	10,1696
10	0,010	10,5	0,010	0,00024	10,3872
10	0,010	11	0,010	0,00048	10,6778
10	0,010	12	0,010	0,00091	10,9586
10	0,010	13	0,010	0,00130	11,1154
10	0,010	14	0,010	0,00167	11,2218
10	0,010	15	0,010	0,00200	11,3010
10	0,010	16	0,010	0,00231	11,3632
10	0,010	17	0,010	0,00259	11,4137
10	0,010	18	0,010	0,00286	11,4559
10	0,010	19	0,010	0,00310	11,4918
10	0,010	20	0,010	0,00333	11,5229

- Konsentrasi 0,001 M

vol HCl	M HCl	vol NaOH	M NaOH	[H ⁺]	pH
10	0,001	0	0,001	0,00100	3,0000
10	0,001	1	0,001	0,00082	3,0872
10	0,001	2	0,001	0,00067	3,1761
10	0,001	3	0,001	0,00054	3,2688
10	0,001	4	0,001	0,00043	3,3680
10	0,001	5	0,001	0,00033	3,4771
10	0,001	6	0,001	0,00025	3,6021
10	0,001	7	0,001	0,00018	3,7533
10	0,001	8	0,001	0,00011	3,9542
10	0,001	9	0,001	0,00005	4,2788
10	0,001	9,5	0,001	0,00003	4,5911
10	0,001	9,7	0,001	0,00002	4,8173
10	0,001	9,9	0,001	0,00001	5,2989
10	0,001	10,0	0,001	0,0000001	7,0000
10	0,001	10,1	0,001	0,00000	8,6968
10	0,001	10,3	0,001	0,00001	9,1696
10	0,001	10,5	0,001	0,00002	9,3872
10	0,001	11	0,001	0,00005	9,6778
10	0,001	12	0,001	0,00009	9,9586
10	0,001	13	0,001	0,00013	10,1154

vol HCl	M HCl	vol NaOH	M NaOH	[H ⁺]	pH
10	0,001	14	0,001	0,00017	10,2218
10	0,001	15	0,001	0,00020	10,3010
10	0,001	16	0,001	0,00023	10,3632
10	0,001	17	0,001	0,00026	10,4137
10	0,001	18	0,001	0,00029	10,4559
10	0,001	19	0,001	0,00031	10,4918
10	0,001	20	0,001	0,00033	10,5229

Apabila ketiga kurva titrasi HCl oleh NaOH digabung, diperoleh :



Pada penggabungan grafik ketiga konsentrasi larutan (0,1 M, 0,01 M dan 0,001 M) diketahui bahwa dengan penggunaan konsentrasi yang lebih kecil menghasilkan lonjakan yang lebih landai sebelum dan sesudah titik ekuivalen.

Tugas :

Simulasi titrasi NaOH dengan HCl

1. Buatlah kurva titrasi NaOH 0,1 M sebanyak 10 ml dengan HCl 0,1 M. volume HCl antara 0-20 ml
2. Bagaimana jika konsentrasi larutan NaOH dan HCl diturunkan mejadi 0,01 M dan 0,001 M. Buat kurva titrasinya
3. Gunakan microsoft excel untuk menghitung pH

Daftar Pustaka

- Arsyad, N., M., 2001, **Kamus Kimia Arti dan Penjelasannya**, 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 DAN POTENTIOMETRI	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