

PANDUAN PRAKTIKUM

LABORATORIUM KIMIA ANALISISIS KUANTITATIF



**JURUSAN TEKNIK KIMIA
POLITEKNIK NEGERI UJUNG PANDANG
MAKASSAR
2017**

PRAKATA

Analisis Kimia, baik secara kualitatif maupun secara kuantitatif merupakan salah satu kegiatan yang banyak dilakukan di laboratorium, lembaga penelitian, dan industri. Analisis ini memegang peranan penting dalam pengembangan ilmu pengetahuan, perbaikan proses produksi dan kualitas produk yang dihasilkan, dan informasi kimiawi lainnya. Mata kuliah Kimia Analisis ditawarkan untuk memberikan bekal pengetahuan dan keterampilan kepada mahasiswa mengenai teknik-teknik yang dapat diterapkan dalam melakukan analisis kimia terhadap suatu bahan kimia, baik untuk penentuan jenis maupun untuk penentuan kadar/konsentrasinya.

Guna membantu mahasiswa memahami mata kuliah tersebut, maka disusunlah Bahan Ajar Panduan Lab. Kimia Analisis Kuantitatif. Bahan ajar ini berisikan beberapa percobaan, yang memberikan pemahaman tentang analisis kuantitatif yaitu membahas tentang analisis gravimetri dan analisis volumetri/titrimetri (titrasi asam-basa, pengenapan, reduksi-oksidasi, dan kompleksometri).

Walaupun penyusun telah berusaha untuk menyempurnakan bahan ajar ini dengan menggunakan beberapa sumber pustaka yang sesuai, namun disadari sepenuhnya bahwa tentunya masih jauh dari kesempurnaan dan terdapat beberapa kekurangan di dalamnya. Oleh karena itu segala macam kritik, saran dan informasi ilmiah sebagai masukan untuk perbaikan dan penyempurnaan bahan ajar ini.

Akhirnya penyusun berharap semoga bahan ini membawa manfaat dalam memahami Kimia Analisis dan semoga Allah SWT meridhoi dan memberi nilai ibadah atas segala niat baik kita memajukan ilmu pengetahuan. Amin.

Makassar, Desember 2015

Penyusun

DAFTAR ISI

SAMPUL	
PRAKATA	2
DAFTAR ISI	3
TINJAUAN MATA KULIAH	4
PERCOBAAN I TITRASI ASAM – BASA	5
PERCOBAAN 2 TITRASI PENGENDAPAN (ARGENTOMETRI)	20
PERCOBAAN 3 TITRASI PERMANGANOMETRI	27
PERCOBAAN 4 TITRASI KOMPLEKSOMETRI	36
PERCOBAAN 5 ANALISA ASAM LEMAK BEBAS	47
PERCOBAAN 6 TITRASI IODOMETRI	56
PERCOBAAN 7 ANALISA ANGKA PENYABUNAN	62
PERCOBAAN 8 ANALISA BILANGAN PEROKSIDA	67
PERCOBAAN 9 ANALISA ASAM SIANIDA	72
PERCOBAAN 10 GRAVIMETRI NIKEL	77
PERCOBAAN 11 GRAVIMETRI SULFAT	86
PERCOBAAN 12 ANALISA PADUAN Al – Zn (GASOMETRI)	106

TINJAUAN MATA KULIAH

Mata kuliah Kimia Analisis merupakan dasar utama bagi berbagai mata kuliah lain seperti Kimia Analisis Air, Kimia Analisis Mineral, Kimia Analisis Organik, Kimia Analisis Instrumen, dan lain-lain baik mata kuliah teori maupun mata kuliah praktikum. Mata kuliah Kimia Analisis ditawarkan untuk memberikan bekal pengetahuan dan keterampilan kepada mahasiswa mengenai teknik-teknik yang dapat diterapkan dalam melakukan analisis kimia terhadap suatu bahan kimia, baik untuk penentuan jenis maupun untuk penentuan kadar/konsentrasinya.

Mata kuliah Kimia Analisis ini membahas beberapa bab, diawali dengan analisis kualitatif yang memberikan pemahaman tentang defenisi analisis kualitatif sekaligus defenisi analisis kuantitatif dan langkah-langkah analisis kualitatif secara rinci untuk metode konvensional. Sedangkan untuk analisis kuantitatif akan dibahas tentang analisis gravimetri dan analisis volumetri/titrimetri (titrasi asam-basa, pengendapan, reduksi-oksidasi, dan kompleksometri). Di minggu terakhir perkuliahan, mahasiswa akan diberi materi tentang Kesalahan Dalam Analisis Kimia sehingga mahasiswa dapat memahami faktor atau sumber kesalahan dalam analisis kimia dan dapat meminimalkan bahkan menghindarinya.

Topik-topik tersebut merupakan dasar pengetahuan bagi mahasiswa, sehingga mahasiswa dapat melakukan analisis kimia pada berbagai jenis zat/bahan. Adapun zat/bahan yang dimaksud dapat berupa bahan alam, bahan makanan dan minuman, obat-obatan dan kosmetik, pupuk pestisida, dan sebagainya; baik analisis kualitatif, maupun analisis kuantitatif.

PERCOBAAN I TITRASI ASAM – BASA

I. Tujuan

Setelah melakukan percobaan ini diharapkan anda mampu:

- Melakukan standarisasi suatu asam kuat dan basa kuat.
- Melakukan titrasi untuk suatu larutan yang tidak diketahui konsentrasinya dengan benar.
- Menjelaskan prinsip titrasi campuran karbonat-bikarbonat.
- Menghitung konsentrasi masing-masing didalam campuran.

II. Perincian Kerja

- Standarisasi larutan NaOH dengan asam benzoate.
- Standarisasi larutan HCl dengan borax.
- Menentukan konsentrasi dari suatu asam atau basa dengan menggunakan NaOH atau HCl sebagai penitrasi.
- Menitrasi sejumlah campuran dengan menggunakan indikator yang berbeda-beda.

III. Alat-Alat Yang Digunakan

- Botol timbang
- Erlenmeyer 250 ml 5
- Buret 25 ml 1
- Pipet seukuran 10 ml 1
- Pipet seukuran 25 ml 1
- Corong 1
- Gelas kimia 50 ml 2
- Gelas kimia 300 ml 1
- Labu takar 1000 ml 1
- Buret 50 ml 1
- Pipet volume 10 ml 1

IV. Bahan Kimia

- Larutan baku sekunder NaOH
- Larutan baku sekunder HCl
- Larutan CH_3COOH x N (cuplikan)
- Larutan NaOH x N (cuplikan)
- Etanol 95%

- Metil orange
- Asam benzoate p.a
- Borax p.a
- Indicator phenolphthalein
- Indicator metil merah
- Larutan NaOH (cuplikan)
- Amonium oksalat (cuplikan)
- Larutan H₂SO₄ (cuplikan)
- Larutan CH₃COOH (cuplikan)
- Larutan HCl
- Larutan natrium karbonat dan natrium bikarbonat dicampurkan (NaHCO₃ & Na₂CO₃)
- Larutan baku HCl 0,1 N
- Indikator campuran thymol blue – cresol red atau phenolphthalein
- Indikator metal orange atau bromophenol blue

V. Dasar Teori

Titration adalah suatu metode untuk menentukan kadar secara kuantitatif dari zat-zat yang telah dikenal rumus kimianya. Titration dikatakan juga sebagai analisa massa, karena jumlah larutan yang digunakan untuk menentukan kadar suatu zat, diukur secara cepat.

Untuk dapat mengerti apa yang terjadi pada suatu titration, maka perlu dipahami terlebih dahulu :

- Persamaan reaksinya
- Mol
- Derajat keasaman dan kebasaan
- Ekuivalen

Pada analisa massa, larutan yang akan ditentukan direaksikan dengan sejumlah tertentu larutan yang telah diketahui kadarnya (larutan baku), sampai titik akhir dari reaksi tercapai.

Dengan mengukur berapa jumlah larutan yang diketahui kadarnya yang dibutuhkan untuk bereaksi dengan sejumlah tertentu larutan yang ditentukan, maka dapat dihitung kadar dari larutan yang ditentukan tersebut.

Persyaratan yang harus dipenuhi untuk suatu analisa massa adalah:

- Reaksi kimia harus berlangsung dengan cepat, kuantitatif dan sesuai dengan perbandingan stokiometrinya.

- Reaksi harus memiliki keboleh ulang (reproducibility) dengan perbedaan hasil tidak lebih dari 0.5%.
- Titik akhir reaksi harus dapat diketahui dengan jelas.
- Kadar dari larutan baku harus diketahui dengan tepat.

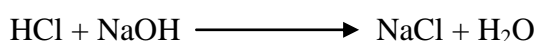
Dikenal dua cara titrasi yaitu:

➤ **Titrasi secara langsung**

Zat yang akan ditentukan dilarutkan dalam pelarut yang sesuai (umumnya air demineral), lalu dititrasi dengan larutan baku sampai titik akhir dicapai. Dari jumlah larutan baku yang digunakan dapat dihitung secara langsung kadar larutan yang ditentukan.

Contoh:

Titrasi HCl dengan NaOH



➤ **Titrasi secara tak langsung**

Zat-zat yang sukar larut atau hanya dapat bereaksi secara cepat dan kuantitatif bila konsentrasinya tinggi, dapat ditentukan kadarnya melalui titrasi secara tidak langsung.

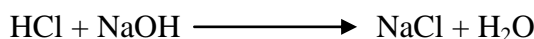
Zat-zat tersebut direaksikan dengan larutan baku dalam jumlah berlebih dan kelebihan larutan baku tersebut dititrasi dengan larutan baku lainnya.

Contoh:

CaCO_3 mempunyai kelarutan dalam air 20°C sebesar $1,4 \times 10^{-3}\%$, karena itu CaCO_3 direaksikan lebih dahulu dengan larutan baku HCl dalam jumlah berlebih.



Kelebihan HCl, lalu dititrasi dengan larutan baku NaOH.



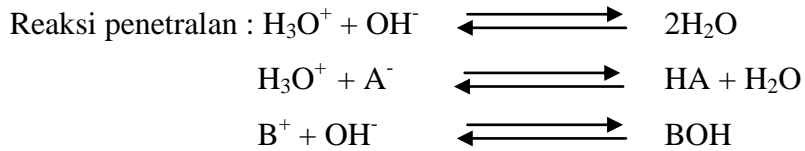
➤ **Asidimetri dan Alkalimetri**

Natrium hidroksida atau asam klorida sangat umum digunakan karena harganya murah. Natrium hidroksida padat sangat jarang dijumpai dalam bentuk murni, sehingga bisa membuat larutan baku dengan melarutkan oksida tersebut dengan berat tertentu ke dalam sejumlah volume air.

Karena oksida tersebut sangat hidroskopis, maka selalu terdapat sejumlah tertentu alkali karbonat dan air. Hasil yang tepat tidak mungkin didapatkan dengan adanya karbonat sehingga perlu dibicarakan cara menyiapkan larutan alkali bebas karbonat.

Asam dari basa lemah dapat dititrasi dengan larutan baku basa, proses ini dinamakan *alkalimetri*.

Basa dan garam dari asam lemah dapat dititrasi dengan larutan baku asam, proses ini dinamakan *asidimetri*.



Suatu larutan basa atau asam dapat ditentukan kadarnya melalui penambahan larutan baku asam atau larutan baku basa yang tepat ekuivalen dengan jumlah basa atau asam yang ada.

Titik dimana saat tersebut tercapai dinamakan titik ekuivalen atau titik akhir teoritis. Jumlah basa atau asam adalah ekuivalen dengan asam atau basa.

Untuk menentukan titik ekuivalen ini dipergunakan indikator asam basa, yaitu suatu zat yang dapat berubah warnanya tergantung pada pH larutan. Macam indikator yang dipilih harus sedemikian rupa sehingga pH titik ekuivalen titrasi terdapat dalam daerah perubahan warna indikator. Jika pada suatu titrasi dengan indikator tertentu timbul perubahan warna, maka titik akhir titrasi telah tercapai dan titik tersebut dinamakan *titik akhir titrasi*.

Titik akhir titrasi tidak selalu berimpit dengan titik ekuivalen dan selisihnya dinamakan *kesalahan titrasi*. Pemilihan indikator yang tepat dapat memperkecil kesalahan titrasi.

Sebagai ukuran umum dapat dikatakan bahwa suatu reaksi kimia dapat dipakai untuk suatu titrasi bila terjadi perubahan pH sebesar dua satuan pada/dekat titik stokhiometri, setelah ditambahkan sedikit (satu atau dua tetes) titran. Indikator yang dipilih harus mempunyai daerah pH pada titik ekuivalen atau dekat ekuivalen.

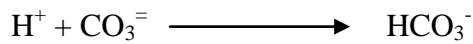
Untuk menentukan konsentrasi suatu larutan asam atau basa diperlukan suatu larutan baku. Larutan baku yang dibuat melalui pelarutan zat dengan berat yang diketahui sampai volume tertentu dan secara langsung konsentrasinya diketahui dinamakan *larutan baku primer*.

Larutan baku yang konsentrasinya ditentukan melalui titrasi dengan larutan baku primer dinamakan *larutan sekunder*. Contohnya adalah larutan NaOH.

Penentuan kadar dari asam lemah ini dapat dilakukan dengan menggunakan larutan baku asam. Titrasi dilakukan secara bertahap :

1. Sejumlah volume campuran garam karbonat-bikarbonat dititrasi dengan HCl dengan indikator yang perubahan warnanya sekitar pH pembentukan H_2CO_3 dari CO_3^{2-} (phenolphthalein atau campuran thymol blue – cresol red)

Reaksinya:



Jumlah asam yang digunakan ekuivalen dengan separuh jumlah karbonat yang ada didalam larutan.

2. Sejumlah volume yang sama dari garam tersebut dititrasi dengan HCl dengan indikator yang pH perubahan warnanya meliputi pH pembentukan H_2CO_3 dari semua CO_3^{2-} dan HCO_3^- yang ada didalam larutan, yaitu MO, Indigo Carmine atau BPB. Jumlah asam yang digunakan ekuivalen dengan jumlah HCO_3^- dan CO_3^{2-} yang ada di dalam larutan.

➤ *Titration Pendahuluan*

Titration pendahuluan biasanya dilakukan untuk memperkirakan secara kasar konsentrasi suatu zat. Tujuannya adalah untuk mempermudah mempersiapkan larutan untuk titration yang lebih teliti, serta untuk menghemat waktu dan bahan kimia.

Titration pendahuluan biasanya dilakukan dalam jumlah zat yang kecil yaitu 1 gram atau 1 ml zat yang ditentukan.

Walaupun demikian lebih baik bila dihitung dahulu berat teoritis zat yang harus ditimbang.

Setelah konsentrasi zat diketahui secara kasar, maka dilakukan titration lebih lanjut dengan lebih teliti. Terdapat kemungkinan bahwa zat yang akan ditentukan perlu diencerkan lebih dahulu atau penitrasi diencerkan atau jumlah zat yang harus lebih banyak atau kurang dari 1 gram, agar kesalahan titration dapat dihitung dari ketelitian alat yang digunakan (pipet seukuran, buret, labu ukur, timbangan).

Latihan 1 :

Standarisasi larutan baku sekunder HCl dengan menggunakan boraks.

Untuk memperkirakan jumlah boraks yang diperlukan, maka lebih dahulu titration pendahuluan dengan menggunakan 0,1 g boraks. Dari titration pendahuluan dapat diketahui jumlah boraks yang diperlukan, agar kesalahan titration sekecil mungkin (lihat ketelitian buret).

- Timbang sejumlah tertentu boraks.

- Masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml.
- Larutan boraks dengan air.
- Titrasi dengan HCl.
- Ulangi percobaan (perbedaan kedua hasil harus < 0,5%).
- Hitung konsentrasi larutan baku sekunder HCl.

Latihan 2 :

Standarisasi larutan baku sekunder NaOH dengan asam benzoat.

Lakukan titrasi pendahuluan dengan menggunakan 0,1 g Asam benzoat. Dari titrasi pendahuluan dapat diketahui jumlah asam benzoat yang diperlukan, agar kesalahan titrasi sekecil mungkin (lihat ketelitian buret).

- Timbang sejumlah tertentu asam benzoat
- Dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml
- Tambahkan 3 tetes indikator phenolphthalein
- Titrasi dengan NaOH
- Mengitung konsentrasi larutan baku sekunder NaOH
- Ulangi percobaan (perbedaan kedua hasil harus <0,5%)
- Lakukan titrasi blanko dengan volume yang sama dari etanol yang sama dari etanol serta indikator yang sama
- Hitung konsentrasi larutan baku sekunder NaOH

Latihan 3

Asidimetri dengan menggunakan larutan baku sekunder NaOH.

3.1 Penentuan HCL

Lakukan titrasi pendahuluan dengan menggunakan 1 ml HCL + 25 ml aquades dan indikator. Dari titrasi pendahuluan dapat diketahui jumlah HCL yang harus dipipet agar kesalahan titrasi sekecil mungkin (lihat ketelitian pipet dan buret yang digunakan).

- Pipet sejumlah tertentu HCL dengan menggunakan pipet seukuran.
- Masukkan kedalam botol timbang, kemudian timbang.
- Masukkan kedalam erlenmeyer 250 ml
- Tambahkan indikator phenolphthalein (3 tetes)
- Titrasi dengan larutan baku sekunder NaOH
- Ulangi titrasi
- Hitung konsentrasi HCL

3.2 Penentuan H₂SO₄

Lakukan titrasi pendahuluan dengan menggunakan H_2SO_4 1 ml + 25 ml aquades dan indikator. Dari titrasi pendahuluan dapat diketahui jumlah H_2SO_4 yang harus dipipet agar kesalahan titrasi sekecil mungkin (lihat ketelitian pipet dan buret yang digunakan).

- Pipet sejumlah tertentu H_2SO_4 dengan menggunakan pipet seukuran
- Masukkan ke dalam botol timbang, kemudian timbang
- Masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml
- Tambahkan indikator metal orange (3 tetes)
- Titrasi dengan larutan baku sekunder NaOH
- Ulangi titrasi
- Hitung konsentrasi H_2SO_4

3.3 Penentuan CH_3COOH

Lakukan titrasi pendahuluan dengan menggunakan CH_3COOH 1 ml + 25 ml aquades dan indikator. Dari titrasi pendahuluan pendahuluan dapat diketahui jumlah CH_3COOH yang harus dipipet agar kesalahan titrasi sekecil mungkin (lihat ketelitian pipet dan buret yang digunakan).

- Pipet sejumlah tertentu CH_3COOH dengan menggunakan pipet seukuran
- Masukkan ke dalam botol timbang, kemudian timbang
- Masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml
- Tambahkan 3 tetes indikator phenolphthalein
- Titrasi dengan larutan baku sekunder NaOH sampai berubah warna
- Panaskan, bila warna berubah seperti semula, titrasi lagi
- Ulangi titrasi
- Hitung konsentrasi CH_3COOH

Latihan 4 :

Alkalimetri dengan menggunakan larutan baku sekunder HCL

4.1 Penentuan NaOH

Lakukan titrasi pendahuluan dengan menggunakan NaOH 1 ml + 25 ml aquades dan indikator. Dari titrasi pendahuluan pendahuluan dapat diketahui jumlah NaOH yang harus dipipet agar kesalahan titrasi sekecil mungkin (lihat ketelitian pipet dan buret yang digunakan).

- Pipet sejumlah tertentu NaOH dengan menggunakan pipet seukuran
- Masukkan kedalam botol timbang, kemudian timbang
- Masukkan kedalam Erlenmeyer 250 ml
- Tambahkan 3 tetes indikator phenolphthalein
- Titrasi dengan larutan baku sekunder HCL
- Hitung konsentrasi NaOH

4.2 Penentuan amonium dalam garam amonium

Lakukan titrasi pendahuluan dengan menggunakan 0,1 gr garam amonium (amonium oksalat). Dari titrasi pendahuluan dapat diketahui jumlah garam amonium yang harus ditimbang agar kesalahan titrasi sekecil mungkin (lihat ketelitian buret yang digunakan).

- Timbang sejumlah tertentu amonium oksalat
- Masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml
- Larutkan dalam air demineral

- Tambahkan 3 tetes indikator metal merah
- Titrasi dengan dengan larutan baku sekunder HCl
- Ulangi titrasi
- Hitung kadar amonium dalam amonium oksalat

Perhitungan:

Pada titik ekivalen diperoleh :

$$\boxed{V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2} \tag{1}$$

Seandainya :

$V_1 = 1000 \text{ ml}$, $N_1 = 1 \text{ N}$, $V_2 = 1000 \text{ ml}$, maka unruk persamaan (1) diperoleh :

$$1000 \text{ ml} \times 1 \text{ N} = 1000 \text{ ml} \times \frac{\text{berat ekivalen zat}}{1 \text{ Liter}} \tag{2}$$

Agar kedua ruas mempunyai harga yang sama, maka berat zat (2) yang harus ditimbang adalah sama dengan berat ekivalen zat (2) tersebut.

Persamaan 2 menjadi :

$$100 \text{ ml} \times 1 \text{ N} = \frac{\text{Berat}}{\text{Berat Ekivalen}}$$

Berat zat (2) = $1000 \text{ ml} \times 1 \text{ N} \times \text{berat ekivalen}$

Seandainya $V_1 = 25 \text{ ml}$, maka persamaan (3)

Menjadi :

$$\text{Berat zat (2)} = \frac{250 \text{ ml}}{1000 \text{ ml}} \times 1 \text{ N} \times \text{Berat ekivalen} \tag{4}$$

Seandainya $N_1 = 0,1 \text{ N}$, maka persamaan (4) menjadi

$$\text{Berat zat (2)} = \frac{25 \text{ ml}}{1000 \text{ ml}} \times 0,1 \text{ N} \times \text{Berat ekivalen} \tag{5}$$

Seandainya kemurnian zat (2) tidak 100% melainkan G% maka berat zat (2) yang harus ditimbang adalah X gram.

$$G\% \times \infty = (\text{berat zat (2) dari persamaan (5)}) \times 100\%$$

$$G\% = \frac{25 \text{ ml}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{0,1 \text{ N} \times \text{Berat ekuivalen}}{\alpha} \times 100\%$$

Jadi persamaan umum untuk menyatakan kadar suatu zat berdasarkan persen berat (%G) adalah:

$$\%G = \frac{\text{Vol penitrasi} \times \text{konsentrasi penitrasi} \times \text{berat ekuivalen tersebut}}{1000 \text{ ml} \times \text{Berat zat tersebut yang harus ditimbang}} \times 100\% \quad (6)$$

Selain % berat, dapat juga konsentrasi dinyatakan dalam persen berat terhadap volume (%GV)

$$\%GV = \frac{\text{Vol penitrasi} \times \text{konsentrasi penitrasi} \times \text{berat ekuivalen zat tersebut}}{1000 \text{ ml} \times \text{Volume zat tersebut}} \times 100\% \quad (7)$$

Zat :

Nama :

Sifat-sifatnya :

Tanggal :

Nomor :

Preparat :

Prinsip/metode :

Skema reaksi :

Berat molekul zat yang ditentukan :

Ekivalen :

Berat ekivalen :

Berat teoritis yang harus ditimbang :

Zat penitrasi :

Indikator :

Zat-zat lain yang digunakan selama titrasi :

Peralatan pembantu titrasi :

Hasil Pengamatan :

	Titration preliminary	Titration 1	Titration 2	Titration 3
Weight of substance weighed				
Indicator substance required				
Result (Concentration of substance determined)				

Latihan 5

- Bilas buret yang bersih dengan menggunakan larutan baku yang akan dipakai sebanyak 3 kali masing-masing 5 ml.
- Pipet sejumlah larutan $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaHCO}_3$ ke dalam erlenmeyer 250 ml.
- Titrasi pelan-pelan dengan larutan baku HCl dengan menggunakan indikator phenolphthalein, sampai terjadi perubahan warna dari merah muda menjadi hamper tak berwarna.

Catat volume asam baku yang digunakan (misalnya M ml).

- Pipet sejumlah sampel yang sama ke dalam erlenmeyer 250 ml.
- Titrasi pelan-pelan dengan larutan baku HCl dengan menggunakan indikator metal orange atau bromophenol blue, sampai terjadi perubahan warna dari kuning ke jingga lemah.

Catat volume asam baku yang digunakan, misalnya m ml.

$2M =$ jumlah karbonat

$m - 2M =$ jumlah bikarbonat

Data percobaan dan diskusi

a. Indikator phenolphthalein

Volume sampel	Volume HCl 0,1 N (M)
	ml
	ml
	ml
	ml
	ml

b. Indikator metal orange

Volume sampel	Volume HCl 0,1 N (M)

VI. Pembahasan

VII. Kesimpulan dan Saran

VIII. Daftar Pustaka

- A. I. Vogel, Quantitative Inorganic Analysis, Longman, New York, 1961
- D. A. Day, Quantitative Analysis, Prentice Hall of India, New Delhi, 1981

PERCOBAAN 2 TITRASI PENGENDAPAN (ARGENTOMETRI)

I. Tujuan percobaan :

Dapat menerapkan titrasi dengan metode “Mohr”, untuk menentukan konsentrasi larutan klorida dan menstandarkan larutan AgNO_3

II. Perincian Kerja :

- Melakukan titrasi dengan metode “Mohr” (titrasi pengendapan)
- Standarisasi larutan AgNO_3
- Penentuan konsentrasi CaCl_2 di dalam larutan

III. Peralatan yang dipakai :

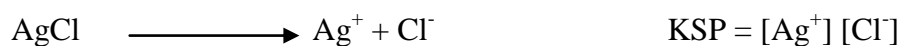
- | | |
|---|--------|
| - Pipet ukuran 1 ml | 1 buah |
| - Buret ukuran 50 ml | 1 buah |
| - Penyangga buret dengan klem | 1 buah |
| - Erlenmeyer 250 ml | 2 buah |
| - Tabung gelas dan tutup ukuran 1000 ml | 1 buah |
| - Labu takar 1000 ml | 1 buah |
| - Labu takar ukuran 500 ml | 1 buah |
| - Labu takar ukuran 250 ml | 1 buah |
| - Batang gelas | 1 buah |
| - Beker gelas | 2 buah |
| - Corong gelas | 1 buah |

IV. Bahan yang digunakan :

- NaCl p.a (kering)
- Larutan K_2CrO_4 5%
- Larutan AgNO_3 0,02 M (dibuat dari larutan AgNO_3 0,1 M)

V. Latar belakang teori

Salah satu penggunaan penting dari reaksi pengendapan terletak di daerah analisa kualitatif. Banyak zat-zat yang diendapkan dari larutan yang sedemikian mudah dilarutkan, sehingga pengendapan yang terbentuk dianggap menuju penyelesaian, AgCl adalah salah satu contohnya



Meskipun perak klorida berada dalam kesetimbangan dengan ion-ionnya didalam larutan, konstanta kesetimbangan KSP untuk reaksi sedemikian rendahnya, sehingga bila AgCl diendapkan dengan cara menambahkan larutan yang mengandung ion Ag^+ kedalam larutan yang mengandung Cl^- , jumlah mol Ag^+ yang ditambahkan kedalam larutan sama dengan jumlah mol Cl^- pada larutan sampel yang ditandai dengan terbentuknya endapan. Suatu metode yang sering digunakan dalam menganalisis kadar klorida adalah titrasi pengendapan dengan metode argentometri Mohr. Pada cara ini dipakai larutan K_2CrO_4 (dalam larutan netral) sebagai indikator. Pada awal titrasi terjadi reaksi Cl^- atau Br^- dengan Ag^+ menghasilkan endapan AgCl atau AgBr berwarna putih untuk AgCl dan agak kuning muda untuk warna endapan AgBr. Pada titik akhir titrasi ion CrO_4^{2-} akan bereaksi dengan kelebihan Ag^+ yang ditambahkan, membentuk endapan Ag_2CrO_4 yang berwarna merah coklat.

Kesalahan titrasi akan makin besar jika konsentrasi larutan yang dititrasi makin encer. Kesalahan ini dapat dihitung dengan menentukan blanko indikator, yaitu dengan mengukur volume larutan AgNO_3 baku yang diperlukan untuk menimbulkan warna jika ditambahkan ke dalam air suling dengan volume yang sama yang mengandung sejumlah indikator yang sama dengan indikator pada titrasi yang dilakukan.

Hal lain yang harus diperhatikan ialah pH larutan selama titrasi harus berada antara 6,5 – 9. Jika larutan bersifat asam akan terjadi reaksi:



Reaksi ini menyebabkan berkurangnya CrO_4^{2-} , dan mungkin Ksp Ag_2CrO_4 tidak akan terlampaui. Jika larutan bersifat basa akan terbentuk endapan AgOH. Untuk menetralkan larutan yang asam dapat ditambahkan CaCO_3 atau NaHCO_3 . sedangkan untuk larutan yang basa dapat diatur pHnya dengan menambahkan asam asetat, lalu ditambahkan CaCO_3 yang agak berlebih.

Pada metode ini, larutan sampel yang mengandung ion klorida yang tidak diketahui konsentrasinya akan dititrasi dengan larutan AgNO_3 yang telah distandarisasi menggunakan larutan baku primer seperti NaCl, KCl, NaBr atau KBr. Hubungan yang terdapat pada titrasi ini adalah: jumlah ekivalen Ag^+ sama dengan jumlah ekivalen Cl^- .

$$\text{Jumlah mol Ag}^+ = \text{Jumlah mol sampel yang mengandung Cl}^- \quad (1)$$

$$M \text{ AgNO}_3 \times V \text{ AgNO}_3 = M \text{ Sampel} \times V \text{ Sampel} \quad (2)$$

$$M \text{ Sampel} (\text{Cl}^-) = \frac{M \text{ AgNO}_3 \times V \text{ AgNO}_3}{V \text{ Sampel}} \quad (3)$$

Jika kita ingin mengetahui massa ion klorida yang terkandung dalam sampel :

$$\text{Massa Cl}^- (\text{gram}) = \text{mol Cl}^- \times \text{BM Cl} = \text{mol Cl}^- \times 35,5 \text{ g/mol} \quad (4)$$

$$\text{Kadar NaCl (\% b/b)} = \frac{\text{Massa Cl}}{\text{Massa Sampel}} \times 100\% \quad (5)$$

Contoh :

Akan ditentukan kemurnian (kadar) NaCl dalam garam dapur. Seberat 1,0 g sampel garam dilarutkan dalam air sampai 100,0 mL . Sebanyak 10,0 mL larutan tersebut dititrasikan dengan larutan baku AgNO₃ 0,1100 M dengan cara Mohr. Untuk larutan sampel membutuhkan pentiter 9,60 mL. Jika Mr. NaCl = 58,5 tentukan kadar NaCl dalam sampel garam tersebut dalam % b/b?

Jawaban :

Dik : Volume Sampel (1 gr/100 mL) = 10,0 mL

Volume AgNO₃ = 9,60 mL

Konsentrasi (N) AgNO₃ = 0,1100 M

Mr. NaCl = 58,5

Dit : Kadar NaCl (%b/b) ?

Peny :

Titik Akhir titrasi terjadi jika,

$$\text{Mol Ag}^+ = \text{mol Cl}^-$$

$$M_{\text{Ag}} \times V_{\text{Ag}} = N_{\text{Cl}} \times V_{\text{Cl}}$$

$$M_{\text{Cl}} = N_{\text{Ag}} \times V_{\text{Ag}} / V_{\text{Cl}}$$

$$M_{\text{Cl}} = 0,1100 \text{ N} \times 9,60 \text{ mL} / 10,0 \text{ mL}$$

$$M_{\text{Cl}} = 0,1056 \text{ N}$$

Artinya , dalam 1 L terdapat 0,1056 mol NaCl

Atau dalam 100 mL mengandung 0,01056 mol NaCl

$$0,01056 \text{ mol} = 0,1056 \text{ mol} \times 58,5 \text{ gr/mol} = 0,61776 \text{ gram}$$

$$\text{Kadar NaCl (\% b/b)} = (0,61776 \text{ g} / 1,0 \text{ gr}) \times 100\% = 61,776\%$$

VI. Prosedur Percobaan

- Pembuatan larutan baku NaCl 0,02 M
 - Timbang 0,585 gram kristal NaCl yang kering (telah dipanaskan dalam oven pada suhu 250 °C selama 1 jam) pada sebuah botol timbang yang bersih.
 - Larutkan dalam labu ukur 500 mL dengan air suling secukupnya, jika telah larut tambahkan air suling sampai tepat tanda batas.
- Pembuatan larutan AgNO₃ 0,02 M
 - Panaskan kristal AgNO₃ dalam oven pada temperatur 120 °C selama 1 jam, kemudian didinginkan di dalam desikator.
 - Timbang kristal AgNO₃ yang telah dikeringkan seberat kira-kira 1,7 gram dan larutkan dalam sebuah labu ukur 500 mL, setelah larut tambahkan air suling sampai tepat tanda batas.
 - Larutan ini tidak stabil jika terkena cahaya, sebaiknya labu ukur dibalut dengan kertas karbon atau disimpan di dalam lemari yang gelap.
- Standarisasi larutan AgNO₃
 - Cucilah dengan bersih buret, erlenmeyer dan pipet yang akan digunakan. Sebelum digunakan, buret harus dibilas dengan larutan yang akan diisikan ke dalamnya.
 - Isilah buret coklat dengan larutan AgNO₃ yang akan diukur kadarnya.
 - Pipet dengan tepat 10 mL larutan NaCl 0,02 M dan masukkan dalam erlenmeyer yang bersih. Kemudian tambahkan 10 tetes larutan indikator K₂CrO₄ 0,1 M.
 - Titrasi larutan NaCl dengan AgNO₃ dari buret sampai terbentuk warna merah yang tidak hilang lagi jika dilakukan pengocokan.
 - Ulangi titrasi dua kali dan tentukan konsentrasi larutan AgNO₃.
- Penentuan Konsentrasi Cl⁻ pada sampel
 - Cucilah dengan bersih buret, erlenmeyer dan pipet yang akan digunakan. Sebelum digunakan, buret harus dibilas dengan larutan yang akan diisikan ke dalamnya.
 - Pipet dengan tepat 50 mL sampel dan masukkan dalam erlenmeyer yang bersih. Kemudian tambahkan 10 tetes larutan indikator K₂CrO₄ 0,1 M.
 - Titrasi sampel dengan AgNO₃ dari buret sampai terbentuk warna merah yang tidak hilang lagi jika dilakukan pengocokan.
 - Ulangi titrasi dua kali dan tentukan kadar Cl⁻ dalam air ledeng.

VII. Hasil pengamatan**➤ Standarisasi AgNO₃ 0,02 M**

Larutan NaCl	Titration 1	Titration 2	Titration 3
Volume AgNO ₃ yang digunakan mL mL mL
Jumlah mol NaCl mol mol mol
Molaritas AgNO ₃ M M M
Molaritas Rata-Rata M		

➤ Penentuan konsentrasi sampel

Larutan Sampel	Titration 1	Titration 2	Titration 3
Berat Sampel			
Volume AgNO ₃ yang digunakan mL mL mL
Jumlah mol AgNO ₃ mol mol mol
Konsentrasi %(b/b)
Rata-rata Konsentrasi %(b/b)
Molaritas Sampel M M M
Molaritas Rata-Rata	M		

VIII. Perhitungan dan Pembahasan

$$\text{Kadar Cl}^- (\% \text{b/b}) = \frac{\text{Massa Cl}}{\text{Massa Sampel}} \times 100\%$$

IX. Kesimpulan dan Saran

X. Daftar pustaka

- Emil J. Slowinski, Wayne Wulsey, “*chemical principleunds in laboratory with Qualitative analisis*” Hold Saunders International edition, Japan,1983.

PERCOBAAN 3 TITRASI PERMANGANOMETRI

I. Tujuan Percobaan :

- Setelah melakukan percobaan ini diharapkan praktikan dapat menerapkan metode titrasi ini untuk menentukan kadar besi dalam larutan.

II. Perincian Kerja :

- Standarisasi Kalium Permanganat.
- Menentukan kadar besi dalam larutan.

III. Peralatan yang dipakai :

- | | | | |
|---------------------|--------|--------------------------------|--------|
| - Labu Takar 500 ml | 1 Buah | - Gelas kimia 300 ml | 1 Buah |
| - Labu Takar 250 ml | 1 Buah | - Neraca analitik | 1 Buah |
| - Labu Takar 100 ml | 1 Buah | - Hot plate dan magnet stirrer | |
| - Erlenmeyer 500 ml | 3 Buah | - Thermometer 100°C | 1 Buah |
| - Erlenmeyer 250 ml | 3 Buah | - Pipet gondok 25 ml | 1 Buah |
| - Buret 50 ml | 1 Buah | - Sarung tangan | |
| - Klem | 2 Buah | - Bola Isap | |
| - Spatula | 1 Buah | - Kacamata | |
| - Pipet ukur 25 ml | 1 Buah | | |

IV. Bahan yang Digunakan :

- $\text{Fe}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 300 gram
- KMnO_4 0,1 N 250 ml
- H_2SO_4 Pekat 12,5 ml
- H_2SO_4 0,5 M 25 ml

V. Dasar Teori

Kalium Permanganat

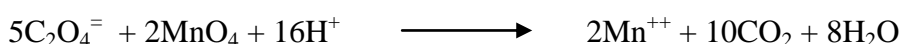
Kalium permanganate digunakan secara luas sebagai pereaksi oksida selama 100 tahun lebih. Ia merupakan pereaksi yang mudah diperoleh, tidak mahal dan tidak memerlukan suatu indikator kecuali kalau digunakan larutan-larutan yang sangat encer. Satu tetes 0,1 N permanganate member warna merah muda yang jelas kepada volume larutan yang biasanya digunakan dalam suatu titrasi. Warna ini digunakan untuk menunjukkan kelebihan pereaksi. Kelebihan dari sedikit permanganat yang ada pada titik

akhir suatu titrasi cukup untuk menegndapkan MnO_2 . Akan tetapi karena reaksinya lambat, MnO_2 biasanya tidak diendapkan pada akhir titrasi permanganat.

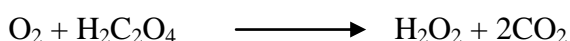
Natrium Oksalat

Senyawa $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ merupakan juga standar primer baik bagi permanganat, dalam larutan berasam. Dapat diperoleh dalam derajat kemurnian yang tinggi, stabil pada pemanasan dan tidak hidroskopis. Reaksi dengan permanganat agak kompleks dan sekalipun banyak penelitian yang dilakukan, namun mekanisme yang tepat tidak jelas. Reaksinya lambat pada suhu kamar dan karena itu biasanya larutan dipanaskan sampai sekitar 60°C . malahan reaksi yang dipertinggi membuat reaksi melambat, akan tetapi kecepatan menjadi meningkat setelah ion (II) terbentuk. Mangan (II) bertindak sebagai suatu katalis dan reaksinya diberi istilah otokatalik karena katalis yang dihasilkan dari reaksinya sendiri. Ionnya mungkin mempengaruhi efek kataliknya secara cepat bereaksi dengan permanganat untuk member mangan dari keadaan oksida +3 dan +4, yang selanjutnya dengan cepat mengoksidasi ion oksalat kembali ke keadaan divalen.

Persamaan reaksi antara oksalat dan permanganat yaitu:



Selama beberapa tahun digunakan prosedur yang disarankan oleh McBride yang mengharuskan seluruh titrasi dilakukan perlahan-lahan dan suhu yang ditinggikan dengan pengadukan kuat. Kemudian, Fowler dan Bright melakukan suatu penelitian yang sangat mendalam terhadap kesalahan-kesalahan yang mungkin terjadi didalam titrasi. Mereka menemukan beberapa bukti dari pembentukan peroksida.



Apabila peroksida terurai sebelum bereaksi dengan permanganat, normalitasnya yang ditemukan adalah tinggi. Fowler dan Bright menyarankan agar hampir semua permanganat ditambahkan dengan cepat kepada larutan yang diasamkan (kira-kira 1,5 N) pada suhu kamar. Setelah reaksi sempurna, larutan dipanaskan sampai 60°C dan titrasi dilengkapi pada suhu ini. Prosedur ini meniadakan kesalahan yang dimuka. Kemungkinan kesalahan yang lain dalam prosedur dianggap dapat diabaikan.

Besi

Kawat besi dengan derajat kemurnian tinggi dapat diperoleh sebagai standar primer. Dilarutkan dalam HCl encer dan setiap besi (III) yang dihasilkan selama proses penglarutan dioksidasi menjadi besi (II). Jika kemudian larutan dititrasi dengan permanganat, sejumlah nyata ion klorida dioksidasi disamping besi (II).

Oksidasi ion klorida oleh permanganat lambat pada suhu kamar, namun dengan adanya besi, oksidasi terjadi lebih cepat. Meskipun besi (II) merupakan pereduksi yang lebih kuat dari pada ion klorida namun ion tersebut terakhir dioksidasi bersamaan dengan besi. Sering dikatakan bahwa besi menginduksi oksidasi ion klorida kesukaran demikian tidak dijumpai dalam oksidasi dari As_2O_3 atau $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dalam larutan asam klorida.

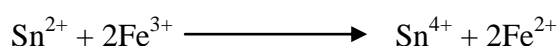
Sebuah larutan mangan (II) sulfat, asam sulfat, dan asam fosfat disebut larutan pencegah atau Zimmerman-Reinhardt, dapat ditambahkan ke dalam larutan asam klorida dari besi sebelum titrasi dengan permanganat. Asam fosfat merendahkan konsentrasi besi (II) dengan pembentukan suatu kompleks, yang menolong menekan reaksi untuk berlangsung sempurna dan juga menghilangkan warna kuning yang ditunjukkan besi (III) dalam suasana klorida. Kompleks fosfat tak berwarna dan titik akhirnya dibuat sedikit terang.

Penentuan dengan permanganat

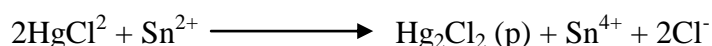
Penentuan besi dalam besi merupakan hal yang terpenting dari titrasi permanganat. Bijih besi utama adalah oksida atau oksida terhidrat. Oksida terhidrat larut dengancepat, sedang magnetik larut lebih sedikit.

Sebelum titrasi dengan permanganat setiap besi (III) harus direduksi menjadi besi (II). Reduksi ini dapat dilakukan dengan reduktor jones atau dengan timah (II) klorida. Reduktor jones lebih baik jika asam yang ada adalah asam sulfat, karena tidak ada ion klorida yang dimasukkan.

Jika larutan mengandung asam klorida, maka cocok direduksi dengan timah (II) klorida. Klorida ditambahkan ke dalam suatu larutan contoh yang panas dan mengikuti perkembangan reduksi dengan memperhatikan hilangnya warna kuning dari ini besi (II):



Suatu kelebihan sedikit timah (II) klorida ditambahkan untuk menjamin kesempurnaan reduksi. Kelebihan ini harus dihilangkan atau akan bereaksi dengan permanganat sewaktu titrasi. Untuk keperluan ini, larutan didinginkan dan raksa (II) klorida ditambahkan dengan cepat untuk mengoksidasi kelebihan ion timah (II):



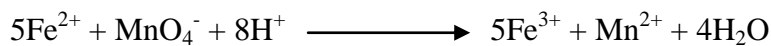
Besi (II) tidak teroksidasi oleh raksa (II) klorida. Endapan raksa (II) klorida jika sedikit tidak mengganggu dalam titrasi kemudian. Akan tetapi jika terlalu banyak timah (II) klorida yang ditambahkan, raksa (I) mungkin dapat mereduksinya lebih lanjut menjadi raksa bebas.



Merkuri yang dihasilkan dalam keadaan terbagi halus pada pernyataan ini menyebabkan endapannya tampak abu-abu sampai hitam. Jika endapan gelap, maka harus dibuang karena merkuri dalam keadaan terbagi halus akan mengoksidasi sewaktu titrasi. Kecenderungan untuk mereduksi lebih lanjut dari Hg_2Cl_2 berkurang, jika larutan dingin dan HgCl_2 ditambahkan dengan cepat. Tentunya jika SnCl_2 tidak cukup ditambahkan maka tidak akan diperoleh endapan Hg_2Cl_2 . Dalam hal demikian, contoh harus dibuang.

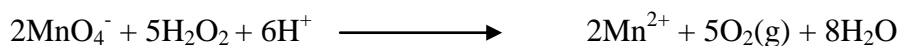
Timah (II) klorida biasanya digunakan untuk reduksi besi dalam contoh yang telah dilarutkan dalam asam klorida. Larutan pencegah Zimmerman-Reinhardt kemudian ditambahkan jika titrasi harus dilakukan dengan permanganat.

Persamaan reaksi Fe dan KMnO_4



Pereaksi Reduksi yang lain

Banyak pereaksi yang lain selain besi (II) dapat ditentukan oleh titrasi dengan permanganat dalam larutan berasam. Seperti dikatakan dalam pembahasan proses standarisasi, arsen dapat dititrasi dalam HCl. Antimon dapat ditentukan seperti juga nitrit (dioksidasi menjadi nitrat) dan hidrogen peroksida. Peroksida bekerja sebagai pereaksi reduksi dalam reaksi.



Penentuan titrimetrik dari kalsium dalam batu kapur sering digunakan sebagai latihan mahasiswa. Kalsium diendapkan sebagai oksalat CaC_2O_4 . Setelah penyaringan dan pencucian, endapan dilarutkan dalam asam sulfat dan oksalatnya dititrasi dengan permanganat. Prosedurnya lebih cepat dari gravimetri yang pada cara ini CaC_2O_4 dibakar menjadi CaO dan ditimbang. Akan tetapi perlu dijaga dalam pengendapan untuk menghindari kontaminasi endapan dengan oksalat lain atau asam oksalat. Kontaminasi demikian tentunya, menyebabkan hasil yang tinggi. Kation lain yang membentuk oksalat yang tidak larut dapat ditentukan dengan cara yang sama. Ini termasuk mangan (II), seng (II), kobal (II), barium (II), stromsium (II), dan timbal (II).

Daftar 11.2 mengikhtisarkan beberapa dari penentuan yang lebih umum, yang dapat dilakukan dengan titrasi langsung dengan permanganat dalam larutan berasam.

Daftar 11.2 Beberapa penggunaan dari titrasi langsung dengan permanganat

Analit	Reaksi setengah dari zat yang dioksidasi
Antimon (III)	$\text{HSbO}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{H}_3\text{SbO}_4 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}$

Arsen	$\text{HAsO}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{H}_3\text{AsO}_4 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}$
Brom	$2\text{Br}^- \longrightarrow \text{Br}_2 + 2\text{e}$
Hidrogen Peroksida	$\text{H}_2\text{O}_2 \longrightarrow \text{O}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}$
Besi (II)	$\text{Fe}^{2+} \longrightarrow \text{Fe}^{3+} + \text{e}$
Timah putih (II)	$\text{Sn}^{2+} \longrightarrow \text{Sn}^{4+} + 2\text{e}$
Nitrit	$\text{HNO}_2 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{NO}_3^- + 3\text{H}^+ + 2\text{e}$
Oksalat	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \longrightarrow 2\text{CO}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}$

Menghitung %Fe

$$\text{Fe} = \frac{V \text{ KMnO}_4 \times N \text{ KMnO}_4 \times BE \text{ Fe}}{\text{berat cuplikan}} \times 100 \%$$

VI. Prosedur Percobaan

Standarisasi KMnO_4 cara Fowler – Bright.

- Buat larutan 0,1 N KMnO_4 250 ml
- Na oksalat dikeringkan dalam oven pada temperatur 105-110°C selama 2 jam dan didinginkan dalam desikator.
- Timbang Na oksalat yang telah kering 300 mg (3 cuplikan), dimasukkan masing-masing kedalam Erlenmeyer 500 ml.
- 12,5 ml H_2SO_4 pekat diencerkan sampai 250 ml (hati-hati). Tambahkan 250 ml H_2SO_4 encer ini pada salah satu Na oksalat yang telah ditimbang. Kocok sampai larut. Dinginkan antara 24°C.
- Titrasi dengan KMnO_4 0,1 N dari buret (rata-rata 25-35 ml/menit sambil digoyangkan erlenmeyernya). Sampai volume 35 atau 40 ml. Kemudian dipanaskan larutan sampai 55-60°C. Lanjutkan titrasi pada suhu ini dengan penambahan KMnO_4 0,1 N pelan-pelan sampai setetes KMnO_4 menyebabkan warna merah muda. Ditunggu sampai 30 detik warna tidak berubah.
- Lakukan tahap 3, 4, dan 5 pada 300 mg $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ lainnya.

Menentukan kadar besi dalam larutan

- Larutkan...gram cuplikan dengan air demineral sampai 100 ml (dibuat saat praktikum berlangsung)
- Pipet 25 ml larutan cuplikan ke dalam Erlenmeyer 250 ml dan tambahkan 25 ml larutan 0,5 M H_2SO_4
- Dititrasi dengan larutan standar... N KMnO_4 sampai warna merah jambu tidak berubah lagi.

Catatan :

Kalau larutan cuplikan mengandung ion klorida, sebaiknya sebelum dititrisi tambahkan 25 ml pereaksi Zimmermann-Reinhardt.

Pembuatan pereaksi Zimmermann-Reinhardt. Larutkan 70 gram $MnSO_4$ dalam 500 ml air dan tambahkan pelan-pelan sambil diaduk 110 ml asam sulfat pekat dan 200 ml asam fosfat 85%. Encerkan sampai 1 Liter.

VII. Hasil Pengamatan

- a. Standarisasi $KMnO_4$ dengan $Na_2C_2O_4$ (Fowler-Bright)

Larutan $KMnO_4$ yang diperlukan pada titrasi:

1. $V_1 = \dots\dots\dots$ ml

2. $V_2 = \dots\dots\dots$ ml

3. $V_3 = \dots\dots\dots$ ml

$V_{rata-rata} = \dots\dots\dots$ ml

$$V_{KMnO_4} \cdot N_{KMnO_4} = \frac{G_{Na_2C_2O_4}}{BE_{Na_2C_2O_4}}$$

- b. Menentukan kadar besi dalam larutan cuplikan

No	Vol. Sampel	Volume $KMnO_4$
1.	V_1	$\dots\dots\dots$ ml
2.	V_2	$\dots\dots\dots$ ml
3.	V_3	$\dots\dots\dots$ ml
	$V_{rata-rata} = \dots\dots\dots$ ml	

$$\%Fe = \frac{V_{KMnO_4} \times N_{KMnO_4} \times BE_{Fe} \times Fp}{Berat\ Cuplikan} \times 100\%$$

VIII. Perhitungan dan Pembahasan

$$\text{Fe} = \frac{V \text{ KMnO}_4 \times N \text{ KMnO}_4 \times BE \text{ Fe}}{\text{berat cuplikan}} \times 100 \%$$

IX. Kesimpulan dan Saran

X. Soal-soal dan pertanyaan

1. Tulis beberapa keuntungan dan kerugian dalam penggunaan larutan standar kalium permanganat sebagai pereaksi oksidasi.
2. Tunjukkan kesalahan jika ada dalam prosedur-prosedur berikut dan terangkan pengaruh kesalahan terhadap penentuan yang dilakukan:
 - a. Sebuah cuplikan biji besi dilarutkan dan direduksi dengan timah putih (II) klorida. Kemudian raksa (II) klorida ditambahkan perlahan-lahan ketika larutan masih panas.
 - b. Suatu cuplikan biji besi dilarutkan dalam asam klorida dan dititrasi dengan permanganat tanpa penambahan larutan pencegah.
3. Mengapa larutan permanganate perlu dipanaskan dan disaring sebelum standarisasi ?
4. Manakah dari pernyataan-pernyataan berikut yang salah:
 - a. Larutan permanganat berasam tidak stabil.
 - b. Dalam cara Fowler-Bright titrasi dilaksanakan secara perlahan-lahan pada suhu yang ditinggikan.
 - c. MnO_2 mengkatalisasi peruraian larutan KMnO_4 .
 - d. Oksidasi dari Cl^- oleh permanganat berlangsung cepat dengan adanya besi (II).
5. Hitung volume 0,10 M SnCl_2 yang diperlukan untuk mereduksi besi dalam sebuah cuplikan seberat 0,5 gram yang berisi 20% gram $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

XI. Daftar Pustaka

- Course notes “General Chemistry”
- R. Day, A. Underwood, “*Analisa Kimia Kuantitatif*” (terjemahan oleh R. Soendara Drs), penerbit Erlangga 1983.
- J. Basset, Msc, cs, vogel’s “*Text Book Quantitative Inorganic Analysis*” Longmann Scientifist and Technical.

PERCOBAAN 4 TITRASI KOMPLEKSOMETRI

I. Tujuan Percobaan

- Melatih mahasiswa dalam metode titrasi kompleksometri dengan penentuan kesadahan air.

II. Perincian Kerja

- Melakukan titrasi kompleksometri dengan larutan standar Na_2EDTA (Di Natrium etilen diamin tetra asetat).
- Membuat larutan standar Na_2EDTA .
- Menghitung kesadahan air berdasarkan pada pengukuran data yang ada.

III. Alat-alat yang diperlukan

- Buret 50 ml
- Gelas ukur 300 ml dan 200 ml
- Erlenmeyer 250 ml
- Pipet volume 25 ml dan 10 ml
- Labu ukur 250 ml
- Pengaduk magnet
- Corong kaca
- Pipet tetes

IV. Bahan-bahan kimia yang diperlukan

- Garam $\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a (EDTA : titriplex III) 5 gram
- Larutan buffer pH 10 (50 ml)
- Indikator EBT
- Garam kalsium karbonat p.a 2 gram
- Larutan asam klorida (1:1) 20 ml
- Magnesium klorida heksa hidrat ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0,2 gram

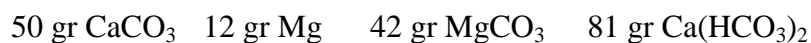
V. Latar Belakang Teori

Kesadahan air

Kita ketahui bahwa air alam berisi garam-garam yang larut dalam jumlah yang berbeda tergantung pada daerah dimana air itu berada (penunungan atau pantai). Garam-garam yang larut ini berisi sebagian besar cs, mg, dan sebagian kecil Fe serta anion HCO_3^- , $\text{SO}_4^{=}$, Cl^- .

Kesadahan air secara umum didefinisikan sebagai jumlah sabun yang dibutuhkan oleh air, karena adanya ion Ca^{++} dan Mg^{++} yang bereaksi dengan sabun membentuk benda yang taklarut, sedang ion-ion logam yang lain seperti besi, barium, ada di dalam jumlah yang kecil, dan ion-ion tersebut tidak dapat diketahui dengan metode analisa biasa. Sehingga praktis tingkat kesadahan ditentukan oleh jumlah Mg dan Ca yang ada.

Air dapat menjadi sadah karena adanya senyawa yang berbeda-beda. Sebagai contoh yang satu sebagian besar berisi kalsium karbonat dan yang lain berisi magnesium sulfat. Kesadahan air secara umum dinyatakan dengan banyaknya (konsentrasi) kalsium karbonat yang ada didalam air. Dari pengetahuan berat molekul dapat diketahui :



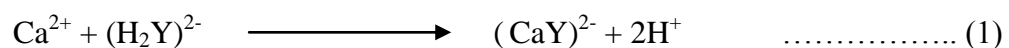
Satuan konsentrasi yang digunakan bervariasi untuk tiap-tiap negara, tapi yang paling umum adalah satuan ppm (part per million) yang ekuivalen dengan 1 mg CaCO_3 per liter air. Air dengan kesadahan kurang daripada 100 ppm CaCO_3 dinyatakan air lunak, air keras akan mempunyai harga > 300 ppm.

Pengukuran kesadahan

Pada mulanya kesadahan air ditentukan secara titrasi dengan menggunakan larutan standar sabun. Sabun dengan ion Ca^{++} dan Mg^{++} membentuk endapan dalam air. Metode yang baru menggunakan reagent yang membentuk senyawa kompleks dengan ion Ca^{++} dan ion Mg^{++} . Reagent pengompleks yang digunakan untuk titrasi ini adalah garam Dinatrium Etilen Tetra Asetat (EDTA) atau $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Y = anion tetravalent dari EDTA

Jika ion Ca^{2+} ada dalam larutan, maka akan dibentuk kompleks yang sangat stabil dengan $(\text{H}_2\text{Y})^{2-}$



Ion Mg^{2+} membentuk kompleks yang sama, $(\text{MgY})^{2-}$; tetapi $(\text{MgY})^{2-}$ kurang stabil bila dibandingkan dengan kompleks Ca.

VI. Prosedur Kerja

Membuat larutan standarisasi Na_2EDTA

Menimbang 4 gram $\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan kira-kira 0,1 gr $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam botol timbang. Larutkan dalam air, pindahkan larutan ke dalam labu ukur 1000 ml; isi labu ukur sampai pada tanda batas dengan air.

Membuat larutan standarisasi CaCl_2

Menimbang 0,4 gram standar primer CaCl_2 yang telah dikeringkan pada 100° . Pindahkan CaCl_2 ke dalam labu ukur 250 ml, tambahkan 100 ml air, kemudian ditambah tetes demi tetes larutan HCl (1:1) sampai larutan menjadi jernih. Encerkan dengan air sampai tanda batas.

Pipet 25 ml larutan CaCl_2 yang telah dibuat ke dalam Erlenmeyer 250 ml, kemudian ditambahkan 5 ml larutan buffer pH = 10.

Selanjutnya ditambahkan 3 atau 4 tetes indikator EBT.

Dititrasi dengan hati-hati menggunakan larutan EDTA sampai terjadi perubahan warna dari warna merah anggur menjadi warna biru.

Lakukan titrasi 4 kali dengan volume larutan CaCl_2 yang sama.

Hitung konsentrasi larutan standar EDTA.

Catatan :

- a. Jika larutan keruh, tambahkan beberapa tetes larutan 0,1 M NaOH sampai larutan menjadi jernih.
- b. Membuat larutan buffer pH 10.
Melarutkan kira-kira 6,75 gram NH_4Cl ke dalam 57 ml amoniak pekat; kemudian encerkan hingga volume 100 ml. pH buffer sedikit diatas 10.
- c. Membuat indikator Eriochrome Black T.
0,5 gram EBT dalam 100 ml

Penentuan kesadahan total dari air sampel

Larutan standar EDTA dapat digunakan untuk menentukan kesadahan total dari air.

Cara kerja :

Ambil air sampel kira-kira 10 ml untuk melakukan titrasi pendahuluan. 10 ml air sampel ditambahkan 5 tetes larutan buffer pH 10 dan 3 atau 4 tetes indikator EBT. Titrasi dengan larutan standar EDTA sampai terjadi perubahan warna dari merah anggur menjadi biru. Untuk menentukan kesadahan air dari sampel lakukan titrasi 4 kali dengan menghabiskan larutan EDTA sekitar 20 ml.

Pada percobaan ini: sejumlah air sampel yang diambil ditambah 2 ml larutan buffer dan 3 atau 4 tetes indikator baru dititrasi dengan larutan standar. Titrasi dilakukan 4 kali dengan sejumlah air yang sama.

Catatan:

- a. Jika sampel yang digunakan untuk membuat larutan standar: sedikit Mg EDTA harus ditambahkan untuk setiap titrasi. (Hal ini perlu jika air sampel tidak berisi ion Mg^{2+}).
- b. Volume air yang diambil untuk analisa harus dipilih supaya larutan EDTA yang diperlukan mendekati 20 ml.

Contoh Perhitungan

Standarisasi larutan EDTA

Menimbang Na_2EDTA = 4 gram

Konsentrasi Na_2EDTA = $4/372,24 \text{ ml/l} = 0,01075 \text{ M}$

Menimbang CaCO_3 : 0,4 gram (tepat)

Molaritas $\text{Ca}^{2+} = 0,4/100 \times 1000/500 \text{ M} = 0,008 \text{ M}$

Secara teoritis larutan EDTA yang diperlukan untuk titrasi 25 ml larutan $\text{Ca}^{2+} = 25 \text{ ml Ca}^{2+} 0,008 \text{ M} = a \text{ ml EDTA } 0,01075 \text{ M}$

$$a = \frac{25 \cdot 0,008}{0,01075} = 18,6 \text{ ml}$$

Data percobaan :

Percobaan	Volume larutan Ca^{2+}	Volume larutan EDTA
1.	25 ml	18,20 ml
2.	25 ml	18,15 ml
3.	25 ml	18,20 ml
4.	25 ml	18,20 ml
		Rata-rata 18,1875 ml

Konsentrasi larutan standar EDTA :

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{Volume EDTA secara teori}}{\text{Volume EDTA percobaan}} \times \text{Konsentrasi EDTA perhitungan} \\ &= \frac{18,6}{18,1875} \times 0,01075 \text{ M} = 0,01099 \text{ M} \end{aligned}$$

Penentuan kesadahan total dalam air

Titration pendahuluan

10 ml air + 2 tetes indikator + 5 tetes buffer

Dititrasi dengan larutan EDTA = 1 ml

Sehingga sampel air yang dianalisa, supaya menghabiskan larutan EDTA : 20 ml dapat dicari sebagai berikut :

$$X = \frac{20}{1} \times 10 \text{ ml} = 200 \text{ ml}$$

Nomor sampel	Volume EDTA
1.	19,10 ml
2.	19,05 ml
3.	19,05 ml
4.	19,05 ml

Perhitungan :

a ml EDTA 0,01 M ∞ a ml CaCO₃ 0,01 M/ y ml sampel air
dalam 1000 ml sampel air

$$= \frac{1000}{y} \times a \times 0,01 \times 100 \text{ MgCaCO}_3$$

Sampel 1 :

19,1 ml EDTA 0,01099 M ∞ 19,1 ml CaCO₃ 0,01099 M

19,1 ml CaCO₃ 0,01099 M = 19,1 . 0,01099 . 100 MgCaCO₃

Tiap 200 ml sampel air

Dalam 1 liter sampel air berisi CaCO₃ sebanyak :

$$= \frac{1000}{200} \times 19,1 \times 0,01099 \times 100 \text{ MgBa}$$

$$= 104,95 \text{ . Mg atau } 104,25 \text{ ppm}$$

Dengan cara yang sama dapat diperoleh sampel air 1, 3, dan 4 yang disusun sebagai berikut:

Sampel 1 : 104,95 ppm

2 : 104,68 ppm

3 : 104,68 ppm

4 : 104,68 ppm

Rata-rata : 104,75 ppm

Deviasi rata-rata : 0,135 ppm

VII. Hasil Pengamatan

Data eksperimen :

1. Data penimbangan :

Berat botol timbang : mg

Berat botol timbang + Na₂EDTA : mg

Berat Na₂EDTA : mg

Botol timbang : mg

Berat botol timbang + CaCO₃ : mg

Berat CaCO₃ : mg

2. Standarisasi larutan EDTA

a. 25 ml Ca²⁺ : ml EDTA

b. 25 ml Ca²⁺ : ml EDTA

c. 25 ml Ca²⁺ : ml EDTA

d. 25 ml Ca²⁺ : ml EDTA

3. Penentuan kesadahan total dari air sampel.

Titrasi pendahuluan :

10 ml air : ml EDTA

Percobaan	Volume air	Volume larutan EDTA (ml)
1.	y ml
2.	y ml
3.	y ml
4.	y ml

VIII. Perhitungan dan Pembahasan

IX. Kesimpulan dan Saran

X. Pertanyaan

1. Berapa gram Na_2EDTA yang diperlukan untuk membuat larutan 0,01 M sebanyak 1000 ml?
2. Berapakah perbandingan molar antara Ca atau Mg dan Na_2EDTA dalam reaksi kompleksometri?
3. Apa yang dimaksud dengan kesadahan total ?
Ada berapa macam kesadahan yang anda ketahui jelaskan !
4. Mengapa $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ harus ditambahkan pada larutan standar EDTA ?
5. Mengapa harus ditambahkan larutan buffer pH = 10 pada titrasi ini?
6. Hitung jumlah air sampel yang dibutuhkan untuk penentuan kesadahan, jika kesadahan = 200 ppm dan memerlukan larutan EDTA 0,01 M sebanyak 10 ml.

XI. Daftar Pustaka

Day, Underwood, Analisa Kualitatif, Penerbit Erlangga, Jakarta, 1986

PERCOBAAN 5 ANALISA ASAM LEMAK BEBAS

I. Tujuan

Setelah melakukan percobaan ini anda dapat :

- Menentukan kadar asam lemak bebas dari suatu minyak/lemak .

II. Perincian Kerja

- Standarisasi NaOH.
- Penentuan Asam Lemak Bebas.

III. Alat-alat yang digunakan :

- Erlenmeyer 250 ml
- Buret
- Statif dan klem
- Corong
- Pipet volume 50 ml
- Pipet tetes
- Pipet ukur 5 ml
- Neraca digital
- Botol aquadest

IV. Bahan Kimia

- NaOH 0.1 N
- Sampel minyak (minimal 3 sampel dengan jenis berbeda)
- Indikator PP
- Alkohol
- Asam oksalat 0,01 N

V. Dasar Teori

Lemak dan minyak adalah salah satu kelompok yang termasuk pada golongan lipid , yaitu senyawa organik yang terdapat di alam serta tidak larut dalam air, tetap larut dalam pelarut organik non -polar, misalnya dietileter ($C_2H_5OC_2H_5$), Kloroform ($CHCl_3$), benzena dan hidrokarbon lainnya, lemak dan minyak dapat larut dalam pelarut yang disebutkan di atas karena lemak dan minyak mempunyai polaritas yang sama dengan pelarut tersebut.

Bahan-bahan dan senyawa kimia akan mudah larut dalam pelarut yang sama polaritasnya dengan zat terlarut . Tetapi polaritas bahan dapat berubah karena adanya proses kimiawi. Misalnya asam lemak dalam larutan KOH berada dalam keadaan terionisasi dan menjadi

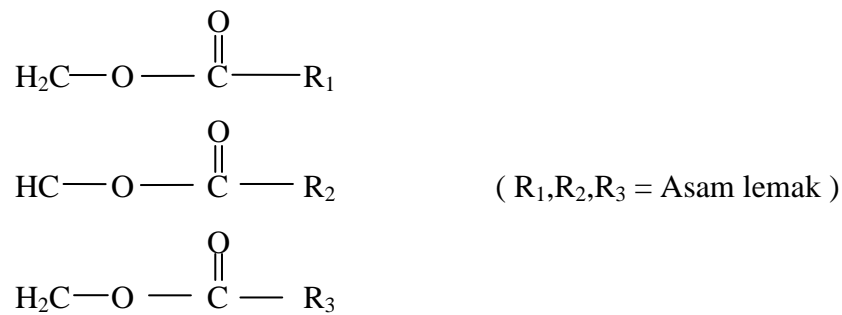
lebih polar dari aslinya sehingga mudah larut serta dapat diekstraksi dengan air. Ekstraksi asam lemak yang terionisasi ini dapat dinetralkan kembali dengan menambahkan asam sulfat encer (10 N) sehingga kembali menjadi tidak terionisasi dan kembali mudah diekstraksi dengan pelarut non-polar.

Lemak minyak merupakan senyawaan trigliserida atau triasgliserol yang berarti “triester dari gliserol”. Jadi lemak dan minyak juga merupakan senyawaan ester. Hasil hidrolisis lemak dan minyak adalah asam karboksilat dan gliserol. Asam karboksilat ini juga disebut asam lemak yang mempunyai rantai hidrokarbon yang panjang dan tidak bercabang.

Secara umum minyak dan lemak dapat diklasifikasikan sebagai berikut:

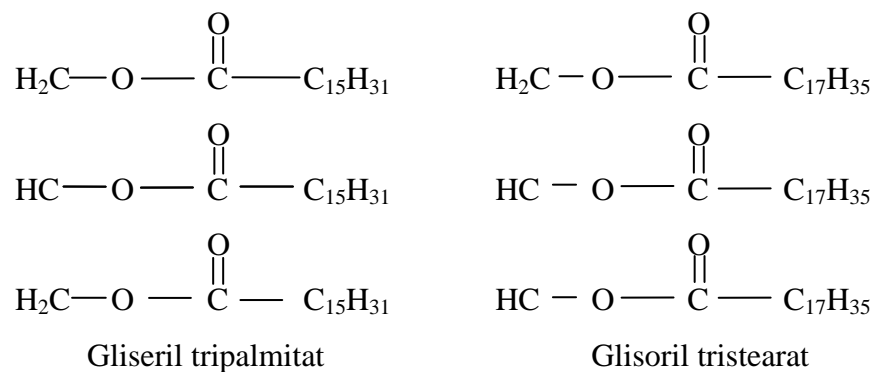
- a. Minyak dan lemak sederhana (simple lipid) : merupakan ester asam lemak dan alkohol
 - 1) Minyak dan lemak : merupakan ester dari gliserol dan asam monokarboksilat (asam lemak)
 - 2) Wax (lilin) : merupakan ester monokarboksilat alkohol berantai panjang dan asam lemak
- b. Minyak dan lemak campuran (compound lipid) : simple lipid yang berkonjugasi dengan molekul non lipid
 - 1) Phospholipid : merupakan ester yang mengandung asam lemak dan berikatan dengan nitrogen
 - 2) Glikolipid : campuran karbohidrat, asam lemak dan spingosinol
 - 3) Lipoprotein : kompleks dari bermacam-macam lipid dan protein
- c. Turunan minyak dan lemak (derivat lipid) : hasil dari hidrolisis lipid
 - 1) Asam lemak
 - 2) Alkohol : berantai memanjang atau siklik, tidak larut dalam air (sterol, vitamin A)
 - 3) Hidrokarbon (karotenoid)
 - 4) Vitamin yang dapat larut dalam lemak (E, D, dan K)
- d. Sifat - sifat minyak dan lemak
 - 1) Tidak larut dalam air. Hal ini disebabkan oleh adanya asam lemak berantai karbon panjang dan tidak adanya gugus- gugus polar
 - 2) Viskositas minyak dan lemak biasanya bertambah dengan bertambahnya panjang rantai karbon, berkurang dengan naiknya suhu, dan tidak jenuhnya rangkaian karbon
 - 3) Minyak dan lemak lebih berat dalam keadaan padat dari pada dalam keadaan cair. Berat jenisnya lebih tinggi untuk trigliserida dengan berat molekul rendah dan tidak jenuh. Berat jenis menurun dengan bertambah suhunya
 - 4) Titik cair minyak dan lemak ditentukan beberapa faktor. Makin pendek rantai asam lemak, makin rendah titik cairnya. Cara-cara penyebaran asam-asam lemak juga mempengaruhi titik cairnya (Bambang Djatmiko. 1985)

Minyak dengan lemak kandungan asam lemak tak jenuhnya lebih tinggi, sehingga titik cair minyak lebih rendah dibanding dengan lemak. Rumus struktur lemak atau minyak secara umum adalah sebagai berikut :



Lemak yang terbentuk dari asam lemak yang sejenis ($\text{R}_1 = \text{R}_2 = \text{R}_3$) disebut asam lemak sederhana sedangkan yang terbentuk dari asam lemak yang tidak sejenis dengan lemak campuran.

Contoh:



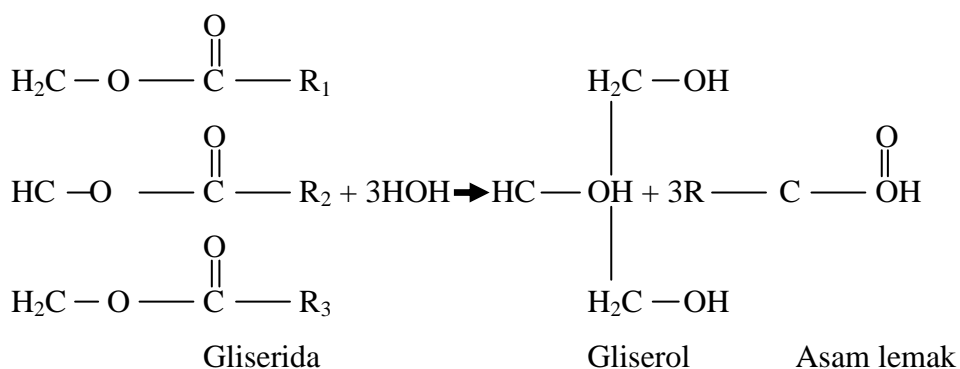
Tabel 1 Rumus struktur dan rumus molekul dari beberapa asam lemak

Nama Asam Lemak	Rumus Struktur	Rumus Molekul
Asam lemak jenuh (ikatan tunggal)		
- Asam Laurat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$	$\text{C}_{11}\text{H}_{23}\text{COOH}$
- Asam Palmiat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$	$\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{COOH}$
- Asam Stearat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$
Asam lemak tak jenuh(ikatan rangkap)		
- Asam Oleat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COOH}$
- Asam Linoleat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{31}\text{COOH}$
- Asam Linolenat	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{29}\text{COOH}$

Reaksi-reaksi penting yang terdapat dalam minyak dan lemak adalah sebagai berikut:

a. Hidrolisa

Dalam proses hidrolisa minyak atau lemak akan dirubah menjadi asam-asam lemak bebas dan gliserol. Proses hidrolisa yang mengakibatkan kerusakan minyak atau lemak terjadi karena terdapatnya sejumlah air pada minyak dan lemak. Proses ini akan mengakibatkan hydrolytic rancidity yang menghasilkan rasa tengik pada minyak atau lemak.



Persamaan reaksi diatas adalah reaksi hidrolisa dari minyak atau lemak menurut Schwitzer (1957). Proses hidrolisa yang disengaja biasanya dilakukan penambahan sejumlah basa. Proses itu dikenal sebagai reaksi penyabunan.

Proses penyabunan ini banyak digunakan dalam industri. Pertama-tama minyak dan lemak dalam ketel dipanasi dengan pipa uap dan selanjutnya ditambah alkali (NaOH , KOH) , sehingga terjadi reaksi penyabunan. Sabun yang terbentuk dapat diambil dan lapisan teratas pada larutan yang merupakan campuran dari larutan alkali, sabun dan gliserol. Dari larutan ini dapat dihasilkan gliserol yang murni melalui penyulingan.

b. Oksidasi

Proses oksidasi dapat berlangsung bila terjadi kontak sejumlah oksigen dengan minyak atau lemak. Terjadinya oksidasi ini dapat mengakibatkan ketengikan pada minyak dan lemak. Terdapatnya sejumlah oksigen serta logam-logam yang bersifat katalisator akan mempercepat berlangsungnya proses oksidasi. Proses oksidasi akan menghasilkan sejumlah aldehida, keton, dan asam-asam lemakbebas yang akan menimbulkan bau yang tidak enak. Proses oksidasi juga membentuk komponen yang disebut peroksida. Oleh karena itu dapat dilakukan dengan mengetahui jumlah bilangan peroksida (Achmad Brasah, 1985).

c. Hidrogenasi

Proses ini bertujuan untuk menjauhkan ikatan rangkap dari rantai karbon asam lemak pada minyak atau lemak. Reaksi hidrogenasi ini dilakukan dengan menggunakan hydrogen murni dan ditambahkan serbuk nikel sebagai katalisator. setelah proses hidrogenasiselesai ,minyakdidinginkandankatalisator dipisahkandengan disaring.Hasilnya adalah minyak yang bersifat plastis atau keras,tergantunpada derajat kejenuhan.

d. Esterifikasi

Proses esterifikasi bertujuan untuk mengubah asam-asam lemak dari trigliserida dalam bentuk ester. Reaksi esterifikasi dapat dilakukan melalui reaksi kimia yang disebut interesterifikas atau pertukaran ester yang didasarkan pada prinsip transesterifikasi friedel-craft. Dengan menggunakan prinsip reaksi ini, hidrokarbon rantai pendek dalam asam lemak seperti asam lemak dan asam kaproat yang menyebabkan bau tidak enak, dapat diukur dengan rantai panjang yang bersifat tidak menguap (Ketaren, 1986).

e. Penentuan Asam Lemak Bebas

Asam lemak bersama-sama dengan gliserol, merupakan penyusun pertama minyak. Asam lemak mudah di jumpai dalam minyak goreng maupun margarine dan asam lemak tidak lain adalah asam alkanoat atau asam karboksilat berderajat tinggi (rantai C lebih tinggi dari rantai G).

Asam lemak bebas disebut juga Free Fat Acid (FFA) yang dapat dijadikan standar mutu dari suatu minyak. Penentuan asam lemak bebas dapat dilakukan dengan melarutkan minyak sekitar ± 28 gram dengan alcohol murni yang panas. Kemudian ditambahkan beberapa tetes indicator PP dan di titrasi dengan KOH/NaOH 0.1 N sehingga menunjukkan perubahan warna merah jambu. Asam lemak bebas dinyatakan sebagai FFA atau angka asam :

$$\% FFA = \frac{V_{NaOH} \times N_{NaOH} \times B_{MAsamLemak}}{BeratSampeel \times 10.000} \times 100\%$$

Mutu minyak kelapa sawit (kelapa goreng) yang baik adalah memiliki kandungan asam lemak bebasnya serendah mungkin lebih dari 2% atau kurang. Menurut standar mutu SPB (Special Primer Bleach), asam lemak yang boleh terkandung dalam minyak kelapa sawit adalah 1 – 2 %, sedangkan menurut ordinary adalah 3 – 5 %.

VI. Cara Pengerjaan

➤ *Standarisasi NaOH 0,1 N*

- Memipet 10 ml larutan NaOH kedalam erlenmayer dan menambahkan 3 tetes indicator PP
- Kemudian menitrasi dengan larutan asam oksalat 0,01 N
- Menentukan konsentrasi larutan NaOH dengan rumus :

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$$

➤ *Penentuan Asam lemak Bebas*

- Mengaduk bahan secara merata dan berada dalam keadaan cair pada waktu mengambil contohnya. Menimbang sebanyak 28.2 ± 0.2 gram contoh dalam Erlenmeyer
- Menambahkan 50 ml alcohol netral yang panas dan 3 tetes indicator PP

- Menitrasi campuran tersebut dengan larutan NaOH 0.1 N yang telah distandarisasi sampai warna merah jambu tercapai dan tidak hilang selama 30 detik
- Melakukan percobaan ini secara triplo
- Menghitung kadar asam lemak bebas pada masing-masing sampel

VII. Hasil Pengamatan

➤ Standarisasi NaOH 0,1 N

No.	Sampel	V Titration $H_2C_2O_4$ 0,01 N (mL)	Perubahan Warna
1.	I		
2.	II		
3.	III		

➤ Penentuan Asam Lemak Bebas

No.	Sampel	Massa (gram)	V. NaOH 0.1 N (mL)
1.	A	1. gram	1. mL
		2. gram	2. mL
		3. gram	3. mL
		Rata-rata gram	Rata-rata mL
2.	B	1. gram	1. mL
		2. gram	2. mL
		3. gram	3. mL
		Rata-rata gram	Rata-rata mL
3.	C	1. gram	1. mL
		2. gram	2. mL
		3. gram	3. mL
		Rata-rata gram	Rata-rata mL

VIII. Perhitungan dan Pembahasan

$$\text{Konsentrasi ALB} = \frac{(V.\text{Titration Sampel}) \times N.\text{NaOH} \times \text{BE asam laurat} \left(\frac{0,2 \text{ g}}{\text{meq}}\right)}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

IX. Kesimpulan dan Saran

X. Daftar Pustaka

- A. I. Vogel, Quantitative Inorganic Analysis, Longman, New York, 1961
- D. A. Day, Quantitative Analysis, Prentice Hall of India, New Delhi, 1981
- <http://repository.usu.ac.id/bitstream/123456789/28881/3/Chapter%20II.pdf>
- <http://www.scribd.com/doc/88878382/Perbedaan-Antara-Lemak-Dan-Minyak-Antara-Lain>
- <http://repository.usu.ac.id/bitstream/123456789/1320/1/tkimia-Netti.pdf>
- <http://digilib.unimus.ac.id/files/disk1/139/jtptunimus-gdl-jokoariant-6909-3-babii.pdf>
- Modul Ajar Praktikum Proses Kimia Terapan.Polnes.Tahun 2013

PERCOBAAN 6 TITRASI IODOMETRI

I. Tujuan

- Setelah melakukan percobaan ini diharapkan praktikan dapat menerapkan metode titrasi ini untuk menentukan kadar Cu dalam larutan.

II. Perincian Kerja

- Standarisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- Titrasi Iodometri

III. Alat-alat yang digunakan :

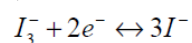
- Gelas ukur
- Gelas beaker
- Erlenmeyer
- Batang pengaduk
- Buret
- Statif
- Klem
- Pipet tetes
- Mortar dan alu
- Neraca analitik

IV. Bahan Kimia

- Larutan CuSO_4
- H_2SO_4 2 M
- Indikator amilum
- Larutan KI 0,1 M
- KI 0,5120 gram
- Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

V. Dasar Teori

Sistem redoks Iodin (triiodida)-iodida,



mempunyai potensial standar sebesar +0,54 V. karena itu iodin adalah sebuah agen pengoksidasi yang jauh lebih lemah daripada kalium permanganat, senyawa serium (IV),

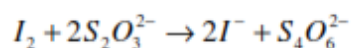
dan kalium dikromat. Di lain pihak ion iodida adalah agen pereduksi yang termasuk kuat, lebih kuat, sebagai contoh, daripada ion Fe(II). Dalam proses-proses analitis, iodin dipergunakan sebagai sebuah agen pengoksidasi (iodimetri), dan ion iodida dipergunakan sebagai sebuah agen pereduksi (iodometri) (Underwood, dan Day, 2002, hlm. 296).

Iodometri merupakan titrasi tidak langsung dan digunakan untuk menetapkan senyawa-senyawa yang mempunyai potensial oksidasi yang lebih besar daripada iodium-iodida atau senyawa-senyawa yang bersifat oksidator seperti $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Pada iodometri, sampel yang bersifat oksidator direduksi dengan kalium iodida berlebihan dan akan menghasilkan iodium yang selanjutnya dititrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat (Ibnu, dan Abdul Rohman, 2012).

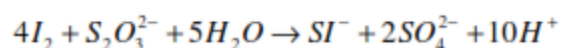
Proses-proses tak langsung

Banyak agen pengoksidasi yang kuat dapat dianalisa dengan menambahkan kalium iodida berlebih dan menitrasi iodin yang dibebaskan. Karena banyak agen pengoksidasi membutuhkan suatu larutan asam untuk bereaksi dengan iodin, natrium tiosulfat biasanya dipergunakan sebagai titrannya. Beberapa tindakan pencegahan harus diambil dalam menangani larutan kalium iodida untuk menghindari kesalahan. Misalnya ion iodida dioksidasi oleh oksigen dari udara. *Natrium Tiosulfat*. Natrium tiosulfat umumnya dibeli sebagai pentahidrat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, dan larutan-larutannya distandardisasi terhadap sebuah standar primer.

Iodin mengoksidasi tiosulfat menjadi ion tetratonat:



Dalam larutan yang netral, atau sedikit alkalin, oksidasi menjadi tiosulfat tidak muncul, terutama jika iodin dipergunakan sebagai titran. Jika pH dari larutan diatas 9, tiosulfat teroksidasi secara parsial menjadi sulfat:



Banyak agen pengoksidasi kuat, seperti garam permanganat, garam dikromat, dan garan serium (IV), mengoksidasi tiosulfat menjadi sulfat, namun reaksinya tidak kuantitatif (Underwood, dan Day, 2002).

VI. Cara Pengerjaan

➤ Standarisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

1. Tuang ke dalam gelas beaker 15 ml Kalium Iodida
2. Tambahkan indikator amilum sampai terbentuk butir-butir (endapan biru)
3. Titrasi menggunakan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampai butiran biru menghilang

➤ Penentuan Titrasi Iodometri

1. ke dalam larutan CuSO_4 sebanyak 25 ml, tambahkan larutan H_2SO_4 2 M sebanyak 5 ml
2. kemudian tambahkan 0,5120 gram KI, kemudian tambahkan larutan KI 0,1 M sampai larutan menjadi kuning kecokelatan
3. tambahkan indikator amilum sampai terbentuk butiran biru
4. titrasi dengan natrium tiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampai butiran biru menghilang

VII. Hasil Pengamatan

➤ Standarisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

No.	Sampel	Volume KI (mL)	V Titrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)	Perubahan Warna
1.	I			
2.	II			
3.	III			

➤ Penentuan Kadar Cu dengan Titrasi Iodometri

No.	Sampel	Volume Sampel (mL)	V Titrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)	Perubahan Warna
1.	I			
2.	II			
3.	III			

VIII. Perhitungan dan Pembahasan

- Standarisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

$$M_{\text{Natriumtiosulfat}} = \frac{V \text{ iodin} \times M \text{ iodin}}{V \text{ natriumtiosulfat}}$$

- Penentuan Kadar Cu :

- 1)
$$\text{Be} = 32,685$$
$$W_{\text{Cu}^{2+}} = \frac{V M (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{V \text{ CuSO}_4} \times \text{Be}$$
- 2)
$$W_{\text{CuSO}_4} = \frac{M \times M_m \times V (\text{CuSO}_4)}{1000}$$
- 3)
$$\text{Kadar Cu}^{2+} = \frac{W_{\text{Cu}}}{W_{\text{CuSO}_4}} \times 100 \%$$

IX. Kesimpulan dan Saran

X. Daftar Pustaka

- Gandjar Ibnu Gholib dan Abdul Rohman. 2012. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Underwood, A. L. dan Jr. R. A. Day. 2002 Analisa Kimia Kuantitatif edisi keenam. Jakarta: Erlangga. hlm. 296,

PERCOBAAN 7 ANALISA ANGKA PENYABUNAN

I. Tujuan

Setelah melakukan percobaan ini anda dapat :

- Menentukan Angka Penyabunan dari suatu minyak/lemak .

II. Perincian Kerja

- Membuat Larutan KOH
- Penentuan Angka Penyabunan.

III. Alat-alat yang digunakan :

- Erlemeyer bertutup
- Buret
- Labu Takar
- Beaker glass
- Neraca analitik
- Gelas ukur
- Statif dan klem
- Pipet
- Pipet Volume 10 mL, 25 mL
- Pipet Ukur 5 mL
- Corong
- Pendingin Refluks
- Hot Plate

IV. Bahan Kimia

- Sampel berupa Minyak
- Kristal KOH
- Alkohol
- HCl 0,5 N
- Indikator PP

V. Dasar Teori

Bilangan penyabunan adalah jumlah miligram KOH yang di perlukan untuk menyabunkan satu gram lemak atau minyak. Apabila sejumlah sampel minyak atau lemak disabunkan dengan larutan KOH berlebih dalam alkohol, maka KOH akan

bereaksi dengan trigliserida, yaitu tiga molekul KOH bereaksi dengan satu molekul minyak atau lemak. Larutan alkali yang tertinggal ditentukan dengan titrasi menggunakan HCL sehingga KOH yang bereaksi dapat diketahui.

Dalam penetapan bilangan penyabunan, misalnya larutan alkali yang digunakan adalah larutan KOH, yang diukur dengan hati-hati kedalam tabung dengan buret atau pipet.

Besarnya jumlah ion yang diserap menunjukkan banyaknya ikatan rangkap atau ikatan tak jenuh, ikatan rangkap yang terdapat pada minyak yang tak jenuh akan bereaksi dengan iod. Gliserida dengan tingkat ketidak jenuhan yang tinggi akan mengikat iod dalam jumlah yang lebih besar. Bilangan penyabunan adalah jumlah miligram KOH yang diperlukan

Untuk menyabunkan satu gram lemak atau minyak. Apabila sejumlah sampel minyak atau lemak disabunkan dengan larutan KOH berlebih dalam alkohol, maka KOH akan bereaksi dengan trigliserida, yaitu tiga molekul KOH bereaksi dengan satu molekul minyak atau lemak, larutan alkali yang tinggi ditentukan dengan titrasi menggunakan HCL sehingga KOH yang bereaksi dapat diketahui.

Angka penyabunan menunjukkan berat molekul lemak dan minyak secara kasar. Minyak yang disusun oleh asam lemak berantai karbon yang pendek berarti mempunyai berat molekul yang relatif kecil, akan mempunyai angka penyabunan yang besar dan sebaliknya bila minyak mempunyai berat molekul yang besar, maka angka penyabunan relatif kecil. Angka penyabunan ini dinyatakan sebagai banyaknya (mg) NaOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan satu gram lemak atau minyak (Herina, 2002).

Penyabunan adalah proses pemutusan lemak netral menjadi gliserol dan asam lemak dengan adanya alkali. Bilangan penyabunan merupakan jumlah basa yang diperlukan untuk menyabunkan sejumlah lemak atau minyak, dinyatakan sebagai miligram KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 gram sampel. Bilangan penyabunan merupakan indeks rata-rata berat molekul triasilgliserol dalam sampel. Semakin kecil bilangan saponifikasi, semakin panjang rata-rata rantai asam lemak.

Angka Penyabunan dapat dilakukan untuk menentukan berat molekul minyak dan lemak secara kasar. Minyak yang disusun asam lemak berantai C pendek berarti mempunyai berat molekul relative kecil, akan mempunyai angka penyabunan yang besar dan sebaliknya, minyak dengan berat molekul yang besar mempunyai angka penyabunan relative kecil.

Angka penyabunan dinyatakan sebagai banyaknya (mg) KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan satu gram (1 gram) lemak atau minyak. Alkohol yang ada pada KOH berfungsi untuk melarutkan asam lemak hasil hidrolisa agar mempermudah reaksi dengan basa sehingga membentuk sabun.

VI. Cara Pengerjaan

- Membuat larutan KOH dalam alkohol yaitu dengan melarutkan 4 gram KOH dalam dengan alkohol dalam labu takar 100 mL.
- Menimbang 2 gram sampel minyak lalu dimasukkan erlenmeyer bertutup.
- Tambahkan 25 mL KOH dan dimasukkan batu didih sebanyak 5 buah, lalu direfluks selama 1 jam.
- Dinginkan dan titrasi dengan larutan HCl 0,5 N dengan indikator PP 1% sebanyak 2 tetes
- Blanko dibuat dengan cara yang sama.
- Hitung bilangan angka penyabunan dari masing-masing sampel

VII. Hasil Pengamatan

No.	Sampel	Berat Sampel (gram)	Volume Titrasi HCl (mL)
1.	I		1. mL 2. mL 3. mL Rata-ratamL
2.	II		1. mL 2. mL 3. mL Rata-ratamL
3.	III		1. mL 2. mL 3. mL Rata-ratamL
4.	Blangko		1. mL 2. mL 3. mL Rata-ratamL

VIII. Perhitungan dan Pembahasan

$$\text{Bilangan Angka Penyabunan} = \frac{(V.\text{Titration Blanko} - V.\text{Titration Sampel}) \times N \text{ HCl} \times \text{BM KOH}}{\text{Berat Sampel}}$$

IX. Kesimpulan dan Saran

X. Daftar Pustaka

- Sudarmadji, slamet dkk. Analisis bahan makanan dan pertanian. Yogyakarta: Universitas Gadjahmada.
- Ishaq, Arief dkk. 2010. Kimia Analisis Terpadu. Makassar: Sekolah Menengah Analis Kimia(SMAK).
- Hadyana Pudjaatmaka. 1984 . Kimia Organik II edisi kedua Jilid 2. Erlangga. Jakarta

PERCOBAAN 8 ANALISA BILANGAN PEROKSIDA

I. Tujuan

Setelah melakukan percobaan ini anda dapat :

- Menentukan Bilangan Peroksida dari suatu minyak/lemak .
- Membandingkan kadar bilangan peroksida dari masing-masing sampel yang digunakan

II. Perincian Kerja

- Penentuan Bilangan Peroksida.

III. Alat-alat yang digunakan :

- Erlemeyer 250 mL
- Buret
- Beaker glass
- Neraca analitik
- Gelas ukur
- Statif dan klem
- Pipet
- Corong

IV. Bahan Kimia

- Sampel berupa Minyak
- Larutan KI Jenuh
- Asam Asetat Glasial
- Kloroform
- Natrium Tiosulfat 0,1 N
- Indikator Pati
- Aquadesy

V. Dasar Teori

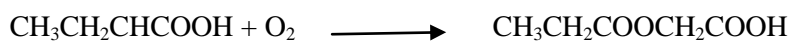
Bilangan peroksida didefinisikan sebagai jumlah meq peroksida dalam setiap 1000 g (1 kg) minyak atau lemak. Bilangan peroksida menunjukkan derajat kerusakan pada minyak atau lemak. Asam lemak tak jenuh dapat mengikat oksigen pada ikatan rangkapnya membentuk peroksida dan selanjutnya terbentuk aldehidhal inilah yang menyebabkan bau dan rasa tidak enak serta ketengikan minyak.

Bilangan peroksida adalah nilai terpenting untuk menentukan derajat kerusakan minyak atau lemak. Asam lemak tidak jenuh mengikat oksigen pada ikatan rangkanya sehingga membentuk peroksida. Peroksida yang ada mampu memecahkan ikatan kalium iodida.

Kerusakan lemak atau minyak yang utama adalah karena peristiwa oksidasi dan hidrolitik, baik ensimatik maupun nonensimatik. Di antara kerusakan minyak yang mungkin terjadi ternyata kerusakan karena auto oksidasi yang paling besar pengaruhnya terhadap cita rasa. Hasil yang diakibatkan oksidasi lemak antara lain peroksida, asam lemak, aldehid dan keton. Bau tengik atau ransid terutama disebabkan oleh aldehid dan keton. Untuk mengetahui tingkat kerusakan minyak dapat dinyatakan sebagai angka peroksida atau angka asam thiobarbiturat (TBA).

Semakin besar nilai bilangan peroksida berarti semakin banyak peroksida yang terdapat pada sampel. Pada minyak baru hanya sedikit diperlukan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ untuk menitrasi I yang terbentuk. Berarti hanya sedikit peroksida yang terbentuk dibandingkan pada minyak bekas. Semakin kecil bilangan peroksida yang didapat, maka semakin kecil kerusakan yang terjadi pada minyak tersebut.

Dengan Reaksi :



Asam lemak tak jenuh

Peroksida

Lemak biasanya disebut lipid atau lipoida, adalah suatu senyawaan biomolekul, mempunyai sifat umum larut dalam pelarut pelarut organik, seperti eter, kloroform dan benzena, tetapi tidak larut dalam air. Berbeda dengan karbohidrat, lipid tidak terdiri atas satu macam keturunan senyawaan tetapi terdiri atas beberapa kelompok senyawaan. Sebagian besar lipid merupakan ester. Senyawaan-senyawaan yang termasuk kedalam golongan lipid adalah lemak, minyak, wax dan senyawaan-senyawaan lain yang sifat-sifatnya sama dengan senyawaan itu, walaupun strukturnya sangat berlainan.

Sebagai senyawaan biomolekul, lipid dalam hewan dan tumbuhan mempunyai berbagai macam kepentingan, antara lain sebagai sumber energi dan gizi. Selain itu, lipid mempunyai beberapa fungsi struktural. Sebagai sumber energi dan gizi, lipid merupakan penyusun bahan makanan yang istimewa, karena bukan saja nilai energinya paling tinggi dibandingkan dengan senyawaan lain, tetapi juga berperan ganda sebagai sumber energi dan pelarut vitamin A, vitamin D, vitamin E, vitamin K dan asam-asam lemak, baik esensial maupun non-esensial. Disamping itu, dalam tubuh lipid disimpan sebagai cadangan energi dalam jaringan adiposa.

Dalam pengolahan bahan pangan minyak goreng berfungsi sebagai media penghantar panas, di dalam makanan sebagian besar berupa trigliserida. Apabila minyak

goreng digunakan berulang kali maka akan terjadi kerusakan dalam minyak, hal ini sering ditandai dengan terjadinya perubahan bau dalam minyak yaitu berupa bau tengik. Salah satu parameter terpenting dalam pengukuran tingkat kerusakan minyak adalah dengan menentukan bilangan peroksida. Kerusakan minyak dapat terjadi karena berbagai faktor salah satu diantaranya adalah suhu atau panas.

Lemak karena pengaruh oksigen, cahaya dan logam berat dapat membentuk peroksida, aldehid dan keton yang mampu membentuk polimer-polimernya, teridentifikasi dengan timbulnya ketengikan dan peningkatan kekentalan minyak/lemak tersebut.

VI. Cara Pengerjaan

- Timbang 5 gram masing-masing sampel dilarutkan dalam 30 ml campuran larutan dari asam asetat glasial dan kloroform (2 : 3).
- Tambahkan larutan KI jenuh sebanyak 0,5 ml sambil dikocok dan 30 ml aquades.
- Selanjutnya titrasi dengan larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N dengan larutan kanji/pati sebagai indikator hingga warna kuning hilang.
- Blanko dibuat dengan cara yang sama.
- Hitung bilangan peroksida dari masing-masing sampel

VII. Hasil Pengamatan

No.	Sampel	Berat Sampel (gram)	Volume Titrasi tiosulfat (mL)
1.	I		1. mL 2. mL 3. mL Rata-ratamL
2.	II		1. mL 2. mL 3. mL Rata-ratamL
3.	III		1. mL 2. mL 3. mL Rata-ratamL

4.	Blangko		1. mL 2. mL 3. mL Rata-ratamL
----	---------	--	---

VIII. Perhitungan dan Pembahasan

$$\text{Bilangan Peroksida} = \frac{(V.\text{Titration Sampel} - V.\text{Titration Blangko}) \times 0,1 \frac{\text{mgrek}}{\text{mL}} \times 0,008 \frac{\text{mg}}{\text{mgreh}}}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

IX. Kesimpulan dan Saran

X. Daftar Pustaka

- <http://see-around-theworld.blogspot.com/2011/11/laporan-praktikumpenentuan-kadar-hcn.html>
- <http://tyqhatiktik.blogspot.com/LovelyRainAngkaPeroksida.htm>
- http://id.wikipedia.org/wiki/Minyak_goreng
- Anonim. 2010. <http://rapeacemaker.blogspot.com/2010/05/asam-sianida-hcn.html>
- Anonim. 2010. <http://www.scribd.com/doc/49759945/analisis-hcn-dan-formalin-pada-makanan>
- Ita rosita. 2013./http://itaa_suka-suka.blogspot.com/2013/07/bilangan_peroksida.htm
- Iksan aksari. 2013./[http.praktikum terpadu Penetapan Bilangan Peroksida Lemak\).htm](http://praktikum_terpadu_Penetapan_Bilangan_Peroksida_Lemak).htm)

PERCOBAAN 9 ANALISA ASAM SIANIDA

I. Tujuan

Setelah melakukan percobaan ini anda dapat :

- Menentukan kadar asam sianida alam sampel.
- Mengetahuin bahaya dari sianida untuk kesehatan/

II. Perincian Kerja

- Penentuan Konsentrasi Asam Sianida.

III. Alat-alat yang digunakan :

- Erlemeyer
- Lumpang
- Timbangan Analitik
- Spatula
- Buret
- Pipet Tetes

IV. Bahan Kimia

- Sampel
- AgNO₃ 0,02 N
- HNO₃
- Aquadest
- K-thiosianat
- Indikator ferri

V. Dasar Teori

Asam Sianida dapat pula disebut dengan nama Hidrogen sianida. Hidrogen sianida merupakan salah satu senyawa dari berbagai contoh senyawa sianida lainnya. Sianida dihasilkan oleh beberapa bakteri, jamur dan ganggang. Contoh dari senyawa sianida lainnya adalah Sodium sianida (NaCN) dan Potasium Sianida (KCN). Sianida juga dapat ditemukan di sejumlah makanan dan secara alami terdapat di berbagai tumbuhan.

Hidrogen sianida adalah cairan tak berwarna atau juga dapat berwarna biru pucat pada suhu kamar. Hidrogen sianida bersifat volatile dan mudah terbakar. Hidrogen sianida dapat bedifusi baik dengan udara dan bahan peledak. Hidrogen sianida sangat mudah bercampur dengan air, sehingga sering digunakan. Sianida juga banyak

digunakan dalam industri terutama dalam pembuatan garam seperti Natrium, Kalium atau Kalsium sianida.

Didalam tubuh, sianida dapat bergabung dengan senyawa lain membentuk vitamin B12. Hidrogen sianida merupakan gas tak berwarna yang samar-samar, dingin dan tak berbau. Hidrogen sianida dapat digunakan elektroplating, metalurgi, produksi zat kimia, pengembangan fotografi, pembuatan plastik dan beberapa proses pertambangan. Hidrogen sianida merupakan salah satu pencemar air.

Sianida dalam konsentrasi yang tinggi sangatlah berbahaya. Sebenarnya bila sianida masuk dalam tubuh dalam jumlah konsentrasi yang kecil maka sianida dapat diubah menjadi tiosianat dan berikatan dengan vitamin B12, tetapi jika kadarnya tinggi sianida akan mengikat bagian aktif enzim sitokrom oksidase dan mengakibatkan terhentinya metabolisme sel secara aerobik.

Sianida dapat mengikat dan menginaktifkan beberapa enzim, tetapi yang mengakibatkan timbulnya kematian atau histotoxic anoxia adalah karena sianida mengikat bagian aktif dari enzim sitokrom oksidase sehingga akan mengakibatkan terhentinya sel secara aerobik. Sebagai akibatnya, hanya dalam waktu beberapa menit, akan mengganggu transmisi secara neuronal. Sianida dapat dibuang melalui proses tertentu sebelum sianida berhasil masuk ke dalam sel. Proses yang paling berperan disini adalah pembentukan Cyanomethemoglobin (CNMe^+Hb), sebagai hasil dari reaksi antara ion sianida (CN^-) dan Me^+Hb .

Sianida dalam jumlah kecil akan diubah menjadi tiosianat yang lebih aman dan disekresikan melalui urine, selain itu sianida dapat berikatan dengan vitamin B12, tapi bila jumlah sianida yang masuk dalam jumlah besar, tubuh tak akan mampu mengikatnya dengan vitamin B12.

Sianida dapat menimbulkan banyak gejala pada tubuh, termasuk pada tekanan darah, penglihatan, paru-paru, saraf pusat, jantung, sistem endokrin, sistem otonom dan sistem metabolisme. Biasanya penderita akan mengeluh timbul rasa pedih di mata karena iritasi dan kesulitan bernafas karena mengiritasi mukosa saluran pernapasan. Sianida sangat berbahaya apalagi jika terpapar dalam konsentrasi yang tinggi. Hanya dalam jangka waktu 5-8 menit, akan mengakibatkan aktifitas otot jantung terhambat dengan berakhir dengan kematian.

VI. Cara Pengerjaan

- Timbang 10-20 gram sampel yang ditumbuk halus (20 mesh), tambahkan 100 ml aquades dalam labu Kjeldahl dan maserasikan selama 2 jam

- Kemudian tambahkan lagi 100 ml aquades dan distilasi dengan uap (steam distillation). Distilat ditampung dalam erlenmeyer yang sudah diisi dengan 20 ml 0,02 N AgNO₃ dan 1 ml HNO₃
- Setelah distilat mencapai 150 ml, distilasi dihentikan. Distilat kemudian disaring dengan krus Gooch, endapan yang mungkin ada dicuci dengan air
- Kelebihan AgNO₃ dalam distilat dititrasi dengan K-thiosianat memakai indikator ferri
- Hitung kadar asam sianida dalam sampel

VII. Hasil Pengamatan

➤ Penentuan Kadar Asam Sianida

No.	Sampel	Massa (gram)	V. Titrasi (mL)
1.	A	1. gram 2. gram 3. gram Rata-rata gram	1. mL 2. mL 3. mL Rata-rata mL
2.	B	1. gram 2. gram 3. gram Rata-rata gram	1. mL 2. mL 3. mL Rata-rata mL
3.	Blangko	1. gram 2. gram 3. gram Rata-rata gram	1. mL 2. mL 3. mL Rata-rata mL

VIII. Perhitungan dan Pembahasan

$$\text{Konsentrasi HCN} = \frac{(V.\text{Titration Blanko} - V.\text{Titration Sample}) \times 20 \times \frac{N_{\text{AgNO}_3}}{0,02} \times fp \times 0,54 \text{ mg}}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

IX. Kesimpulan dan Saran

X. Daftar Pustaka

- A. I. Vogel, Quantitative Inorganic Analysis, Longman, New York, 1961
- D. A. Day, Quantitative Analysis, Prentice Hall of India, New Delhi, 1981
- <http://repository.usu.ac.id/bitstream/123456789/28881/3/Chapter%20II.pdf>
- <http://repository.usu.ac.id/bitstream/123456789/1320/1/tkimia-Netti.pdf>
- <http://digilib.unimus.ac.id/files/disk1/139/jtptunimus-gdl-jokoariant-6909-3-babii.pdf>
- Modul Ajar Praktikum Proses Kimia Terapan.Polnes.Tahun 2013

PERCOBAAN 10 GRAVIMETRI NIKEL

I. Tujuan

Setelah melakukan percobaan ini, anda dapat :

- Menjelaskan prinsip analisa gravimetri
- Melakukan analisa gravimetric

II. Perincian kerja

- Analisa SO_4^{2-}
- Analisa Ni^{2+}
- Analisa besi

III. Peralatan

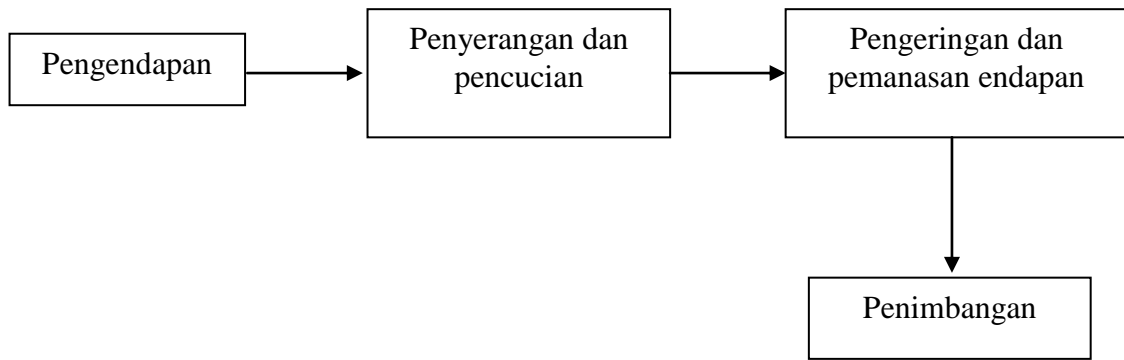
Analisa gravimetri nikel

- Botol timbang
- Gelas kimia 600 ml
- Penangas uap
- Oven
- Kaca masir G_2 + Adaptor
- Labu hisap 500 ml + peralatan hisap
- Eksikator
- Crucible tong
- Gelas ukur 10 ml, 250 ml

IV. Dasar Teori

Gravimetri merupakan analisa kuantitatif dengan cara mengisolasi dan menimbang unsur atau senyawa yang akan dianalisa. Isolasi dilakukan dengan pertolongan pereaksi kimia tertentu, sehingga komponen yang akan ditentukan diubah menjadi suatu endapan, yang kemudian ditimbang dalam keadaan murni.

Urutan pengerjaan gravimetri adalah sebagai berikut :



Kelebihan gravimetri dari titrasi adalah : komponen yang akan ditentukan diisolasi lebih dahulu, sehingga dapat dianalisa kemurniannya. Sedangkan kekurangannya adalah memerlukan waktu yang lebih banyak.

Endapan

Endapan merupakan sesuatu yang paling penting dalam menentukan keberhasilan analisa gravimetri.

Persyaratan suatu endapan adalah sebagai berikut :

- Endapan harus mempunyai kelarutan yang sangat kecil sehingga tidak terdapat kehilangan yang cukup besar ketika dilakukan penyaringan (jumlah komponen yang tertinggal dalam larutan tidak melebihi 0,1 mg).
- Sifat-sifat fisik dari endapan harus sedemikian rupa, sehingga dapat dipisahkan dengan segera dari larutannya melalui penyaringan dan dapat dicuci bebas dari pengotor-pengotornya. Ukuran partikel endapan harus sedemikian rupa, sehingga tidak melewati kertas saring dan ukuran partikel tidak boleh terpengaruh (menjadi lebih kecil) karena proses pencucian.
- Endapan harus diubah kebentuk murni melalui secara kimia (melalui pemijaran, penguapan atau menggunakan zat sesuai).

Syarat-syarat pengendapan secara kuantitatif

Von Weimarn mendapatkan bahwa besarnya partikel endapan berbanding terbalik dengan kelewat jenuhan relatif larutan selama pengendapan.

Kecepatan pembentukan endapan dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$\text{Kecepatan pembentukan endapan} = K \frac{Q-QJ}{QJ}$$

Q = konsentrasi zat yang diendapkan

QJ = Kelarutan dari Kristal endapan

$\frac{Q-QJ}{QJ}$ = Kelewat jenuhan relatif pada saat endapan mudah terjadi

K = Ketetapan

Makin tinggi harga $Q - QJ$, makin banyak inti Kristal yang akan terjadi, akibatnya endapann makin halus.

Makin besar QJ makin kecil harga $Q - QJ$, sehingga inti Kristal yang terbentuk makin sedikit. Akibatnya akan terbentuk Kristal-kristal yang lebih besar.

Untuk memperoleh endapan yang baik dan kuantitatif maka:

- a. Harga Q sekecil mungkin dapat diperoleh dengan cara :
 - Mengendapkan dalam larutan encer
 - Penambahan pereaksi harus perlahan-lahan sambil diaduk
- b. Harga QJ relatif besar dapat diperoleh dengan cara :
 - Pengendapan dalam larutan panas
 - Penegndapan harus terjadi pada pH tertentu dimana pengendapan dapat terjadi secara kuantitatif.

Kemurnian endapan

Endapan yang terjadi dalam larutan tidak selalu murni. Endapan tersebut dapat mengandung zat-zat pengotor bergantung pada sifat endapan dan kondisi dimana endapan tersebut terjadi.

Pengotor-pengotor dapat terjadi dalam bentuk oklusi. Karena zat-zat asing masuk kedalam Kristal pada proses pertumbuhan Kristal.

Bila proses pertumbuhan Kristal lambat, maka zat pengotor akan larut lagi dan partikel-partikel tumbuh menjadi Kristal yang lebih besar dan murni. Pengotor dapat juga menempel karena postpresirasi yang terjadi karena ada garam yang sukar larut dan endapan yang dibiarkan terlalu lama dan larutannya.

Untuk memperoleh endapan yang besar dan murni, maka endapan dimatangkan dengan cara membiarkan endapan dalam larutan selama 12-24 jam pada suhu ruang atau selama 2-4 jam suhu 60-70°C.

Tujuannya :

- Agar partikel-partikel yang sangat kecil melarut dan mengendap kembali pada partikel yang lebih besar. Hal ini dapat memperkecil kopresitasi.
- Agar Kristal-kristal menjadi lebih besar dan mempunyai bentuk yang lebih sempurna.

Penyaringan dan pencucian

Sebagai pencuci endapan dipilih larutan :

- Yang tidak melarutkan endapan (larutan mengandung ion sejenis, sehingga memperkecil kelarutan endapan karena efek ion sejenis).
- Yang mencegah terjadinya peptisasi pada waktu pencucian
- Yang dapat menyebabkan pertukaran ion. Ion yang teradopsi akan diganti oleh ion lain yang pada pemanasan dapat menguap.

Pemilihan penyaring bergantung pada macam endapan, besar partikel endapan dan suhu pemanasan.

Penyaringan dapat berupa : kertas saring bebas abu atau cawan penyaring (kaca masir) dengan asbes atau penyaring gelas.

Penyaring dan pemanasan endapan

Tujuan penyaringan dan pemanasan adalah:

- Menghilangkan air dari endapan
- Menguapkan elektrolit pencuci yang teradopsi dan menghilangkan pengotor lain yang sudah menguap
- Merubah endapan menjadi suatu senyawa kimia rumusnya diketahui dengan pasti.

Suhu pemanasan bergantung pada macam endapan, contoh : AgCl dipanaskan dalam oven pada 120°C, BaSO₄ dipijarkan pada suhu 600 - 800 °C.

Perhitungan pada analisa gravimetri

Perhitungan berat suatu komponen yang ada dalam suatu endapan dapat dilakukan dengan menggunakan perbandingan sebagai berikut :

$$M_n A_p : nM = w : x$$

$M_n A_p$ adalah berat molekul endapan

M = berat atom (berat molekul) suatu unsure (atau radikal)

n = jumlah atom M dalam senyawa $M_n A_p$

W = berat endapan

X = berat komponen yang ditentukan

Persentase komponen dalam cuplikan dapat dihitung sebagai berikut :

$$\%Komponen = \frac{\text{berat komponen}}{\text{berat cuplikan}} \times 100\%$$

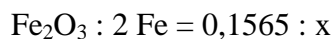
$$= \frac{x}{y} \times 100\%$$

y = berat cuplikan mula-mula

Contoh :

1 gram senyawa besi setelah dilakukan berbagai langkah gravimetri, menghasilkan 0,1565 gram besi (III) oksida. Hitung persen besi dalam senyawa.

Jawab:



$$159,68 : 2 \times 55,84 = 0,1565 : x$$

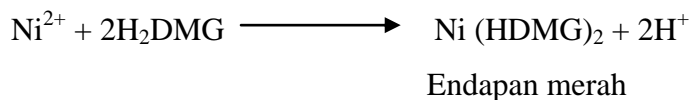
$$x = \frac{111,68 \times 0,1565}{159,68} = 0,1095 \text{ g}$$

jadi terdapat Fe = 0,1095 g

$$\%Fe = \frac{0,1095}{1} \times 100\% = 10,95\%$$

Penentuan nikel sebagai nikel dimetilglioksin

Nikel dalam larutan dapat diendapkan oleh dimetilglioksim



Endapan nikel dimetilglioksin dapat digunakan untuk menentukan nikel secara gravimetri setelah endapan dicuci lalu dikeringkan pada suhu 110-120°C.

Penentuan besi sebagai besi (III) oksida

Besi dalam larutan dapat diendapkan sebagai besi (III) oksida. Kemudian endapan dipijarkan sehingga menjadi besi (III) oksida yang dapat digunakan untuk menentukan besi secara gravimetri.

Penentuan sulfat sebagai barium sulfat

Sulfat dalam larutan dapat diendapkan sebagai barium sulfat. Setelah dikeringkan. Maka dapat digunakan untuk menentukan sulfat.

V. Cara Pengerjaan

Penentuan Nikel

- Timbang dengan teliti kurang lebih 0,3 gr – 0,4 gr NiSO₄. Masukkan ke dalam gelas kimia 600 ml dan larutkan dengan air demineral

- Tambahkan 5 ml HCl (1 : 1)
- Panaskan sampai 70 – 80°C
- Tambahkan dimetilglioksin sedikit berlebih (\pm 150 ml) (Dimetilglioksin dilarutkan dalam etanol)
- Sambil diaduk, tambahkan setetes demi setetes larutan amoniak encer sampai terbentuk endapan (jangan teteskan amoniak melalui dinding gelas kimia)
- Letakkan gelas kimia diatas penangas uap selama 20 – 30 menit
- Lakukan test dengan meneteskan amoniak encer ke dalam larutan untuk mengetahui apakah pengendapan telah sempurna
- Biarkan endapan selama 1 jam diatas penangas uap
- Setelah itu biarkan endapan dingin
- Saring larutan dingin melalui cawan Gooch (kaca masir)
- Cuci endapan didalam cawan Gooch dengan menggunakan air dingin sampai filtrat bebas klor (test filtrat dengan AgNO_3)
- Panaskan endapan dalam oven pada 110 - 120°C selama 45-50 menit
- Biarkan endapan dan kaca masir menjadi dingin didalam deksikator
- Setelah dingin, lakukan penimbangan
- Ulangi pemanasan dalam oven sampai diperoleh berat tetap
- Hitung % berat Ni dalam cuplikan NiSO_4

Catatan :

Cawan Gooch sebelumnya telah dipanaskan pada suhu 110 - 120°C dan ditimbang setelah didinginkan sebelumnya dalam deksikator (pemanasan dilakukan beberapa kali sampai diperoleh berat tetap dari cawan Gooch).

VI. Hasil Pengamatan

VII. Perhitungan dan Pembahasan

VIII. Kesimpulan dan Saran

IX. Daftar Pustaka

- Day, Underwood, Analisa kualitatif, penerbit Erlangga, Jakarta, 1986
- A. Vogel, A. Textbook of Quantitative Inorganic Analysis, Logmann, 1987.

PERCOBAAN 11 GRAVIMETRI SULFAT

I. Tujuan

Setelah melakukan percobaan ini, anda dapat :

- Menjelaskan prinsip analisa gravimetri
- Melakukan analisa gravimetric

II. Perincian kerja

- Analisa SO_4^{2-}
- Analisa Ni^{2+}
- Analisa besi

III. Peralatan

Analisa gravimetric Sulfat

a. Dengan kertas saring

- Gelas kimia 400 ml
- Gelas ukur 10 ml

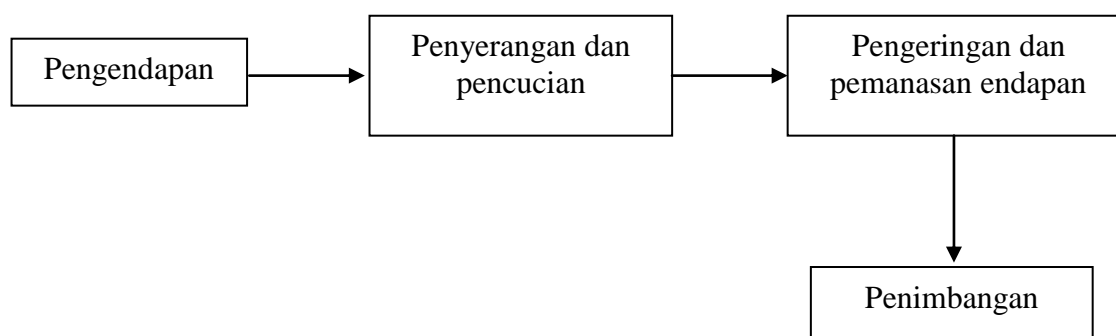
b. Dengan kaca masir

- Gelas kimia 400 ml
- Gelas ukur 10 ml

IV. Dasar Teori

Gravimetri merupakan analisa kuantitatif dengan cara mengisolasi dan menimbang unsur atau senyawa yang akan dianalisa. Isolasi dilakukan dengan pertolongan pereaksi kimia tertentu, sehingga komponen yang akan ditentukan diubah menjadi suatu endapan, yang kemudian ditimbang dalam keadaan murni.

Urutan pengerjaan gravimetri adalah sebagai berikut :



Kelebihan gravimetri dari titrasi adalah : komponen yang akan ditentukan diisolasi lebih dahulu, sehingga dapat dianalisa kemurniannya. Sedangkan kekurangannya adalah memerlukan waktu yang lebih banyak.

Endapan

Endapan merupakan sesuatu yang paling penting dalam menentukan keberhasilan analisa gravimetri.

Persyaratan suatu endapan adalah sebagai berikut :

- Endapan harus mempunyai kelarutan yang sangat kecil sehingga tidak terdapat kehilangan yang cukup besar ketika dilakukan penyaringan (jumlah komponen yang tertinggal dalam larutan tidak melebihi 0,1 mg).
- Sifat-sifat fisik dari endapan harus sedemikian rupa, sehingga dapat dipisahkan dengan segera dari larutannya melalui penyaringan dan dapat dicuci bebas dari pengotor-pengotornya. Ukuran partikel endapan harus sedemikian rupa, sehingga tidak melewati kertas saring dan ukuran partikel tidak boleh terpengaruh (menjadi lebih kecil) karena proses pencucian.
- Endapan harus diubah kebentuk murni melalui secara kimia (melalui pemijaran, penguapan atau menggunakan zat sesuai).

Syarat-syarat pengendapan secara kuantitatif

Von Weimarn mendapatkan bahwa besarnya partikel endapan berbanding terbalik dengan kelewat jenuhan relatif larutan selama pengendapan.

Kecepatan pembentukan endapan dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$\text{Kecepatan pembentukan endapan} = K \frac{Q-QJ}{QJ}$$

Q = konsentrasi zat yang diendapkan

QJ = Kelarutan dari Kristal endapan

$\frac{Q-QJ}{QJ}$ = Kelewat jenuhan relatif pada saat endapan mudah terjadi

K = Ketetapan

Makin tinggi harga Q – QJ , makin banyak inti Kristal yang akan terjadi, akibatnya endapann makin halus.

Makin besar QJ makin kecil harga Q – QJ, sehingga inti Kristal yang terbentuk makin sedikit. Akibatnya akan terbentuk Kristal-kristal yang lebih besar.

Untuk memperoleh endapan yang baik dan kuantitatif maka:

- c. Harga Q sekecil mungkin dapat diperoleh dengan cara :
- Mengendapkan dalam larutan encer
 - Penambahan pereaksi harus perlahan-lahan sambil diaduk
- d. Harga QJ relatif besar dapat diperoleh dengan cara :
- Pengendapan dalam larutan panas
 - Pengendapan harus terjadi pada pH tertentu dimana pengendapan dapat terjadi secara kuantitatif.

Kemurnian endapan

Endapan yang terjadi dalam larutan tidak selalu murni. Endapan tersebut dapat mengandung zat-zat pengotor bergantung pada sifat endapan dan kondisi dimana endapan tersebut terjadi.

Pengotor-pengotor dapat terjadi dalam bentuk oklusi. Karena zat-zat asing masuk ke dalam Kristal pada proses pertumbuhan Kristal.

Bila proses pertumbuhan Kristal lambat, maka zat pengotor akan larut lagi dan partikel-partikel tumbuh menjadi Kristal yang lebih besar dan murni. Pengotor dapat juga menempel karena postpresirasi yang terjadi karena ada garam yang sukar larut dan endapan yang dibiarkan terlalu lama dan larutannya.

Untuk memperoleh endapan yang besar dan murni, maka endapan dimatangkan dengan cara membiarkan endapan dalam larutan selama 12-24 jam pada suhu ruang atau selama 2-4 jam suhu 60-70°C.

Tujuannya :

- Agar partikel-partikel yang sangat kecil melarut dan mengendap kembali pada partikel yang lebih besar. Hal ini dapat memperkecil kopresitasi.
- Agar Kristal-kristal menjadi lebih besar dan mempunyai bentuk yang lebih sempurna.

Penyaringan dan pencucian

Sebagai pencuci endapan dipilih larutan :

- Yang tidak melarutkan endapan (larutan mengandung ion sejenis, sehingga memperkecil kelarutan endapan karena efek ion sejenis).
- Yang mencegah terjadinya peptisasi pada waktu pencucian
- Yang dapat menyebabkan pertukaran ion. Ion yang teradopsi akan diganti oleh ion lain yang pada pemanasan dapat menguap.

Pemilihan penyaring bergantung pada macam endapan, besar partikel endapan dan suhu pemanasan.

Penyaringan dapat berupa : kertas saring bebas abu atau cawan penyaring (kaca masir) dengan asbes atau penyaring gelas.

Penyaring dan pemanasan endapan

Tujuan penyaringan dan pemanasan adalah:

- Menghilangkan air dari endapan
- Menguapkan elektrolit pencuci yang teradopsi dan menghilangkan pengotor lain yang sudah menguap
- Merubah endapan menjadi suatu senyawa kimia rumusnya diketahui dengan pasti.

Suhu pemanasan bergantung pada macam endapan, contoh : AgCl dipanaskan dalam oven pada 120°C, BaSO₄ dipijarkan pada suhu 600 - 800 °C.

Perhitungan pada analisa gravimetri

Perhitungan berat suatu komponen yang ada dalam suatu endapan dapat dilakukan dengan menggunakan perbandingan sebagai berikut :

$$M_n A_p : nM = w : x$$

$M_n A_p$ adalah berat molekul endapan

M = berat atom (berat molekul) suatu unsure (atau radikal)

n = jumlah atom M dalam senyawa $M_n A_p$

W = berat endapan

X = berat komponen yang ditentukan

Persen komponen dalam cuplikan dapat dihitung sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \%Komponen &= \frac{\text{berat komponen}}{\text{berat cuplikan}} \times 100\% \\ &= \frac{x}{y} \times 100\% \end{aligned}$$

y = berat cuplikan mula-mula

Contoh :

1 gram senyawa besi setelah dilakukan berbagai langkah gravimetri, menghasilkan 0,1565 gram besi (III) oksida. Hitung persen besi dalam senyawa.

Jawab:

$$Fe_2O_3 : 2 Fe = 0,1565 : x$$

$$159,68 : 2 \times 55,84 = 0,1565 : x$$

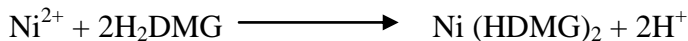
$$x = \frac{111,68 \times 0,1565}{159,68} = 0,1095 \text{ g}$$

jadi terdapat Fe = 0,1095 g

$$\%Fe = \frac{0,1095}{1} \times 100\% = 10,95\%$$

Penentuan nikel sebagai nikel dimetilglioksin

Nikel dalam larutan dapat diendapkan oleh dimetilglioksim



Endapan merah

Endapan nikel dimetilglioksin dapat digunakan untuk menentukan nikel secara gravimetri setelah endapan dicuci lalu dikeringkan pada suhu 110-120°C.

Penentuan besi sebagai besi (III) oksida

Besi dalam larutan dapat diendapkan sebagai besi (III) oksida. Kemudian endapan dipijarkan sehingga menjadi besi (III) oksida yang dapat digunakan untuk menentukan besi secara gravimetri.

Penentuan sulfat sebagai barium sulfat

Sulfat dalam larutan dapat diendapkan sebagai barium sulfat. Setelah dikeringkan. Maka dapat digunakan untuk menentukan sulfat.

V. Cara Pengerjaan

Penentuan Sulfat

- Timbang 0,3 gr NiSO₄ masukkan kedalam gelas kimia 400 ml larutkan dengan 25 ml air
- Tambahkan 0,3-0,6 ml HCL pekat, kemudian encerkan sampai 200 ml
- Didihkan larutan, lalu tambahkan setetes demi setetes larutan BaCl₂ 5% aduklah larutan selama penambahan BaCl₂
- Biarkan endapan selama beberapa menit, kemudian lakukan tes pada supernatant dengan menambahkan BaCl₂ untuk mengetahui apakah pengendapan telah sempurna bila masih terbentuk endapan, tambahkan BaCl₂ sampai sedikit berlebih
- Tutup gelas kimia dengan kaca arloji, kemudian letakkan gelas kimia diatas penangas uap (selama kurang lebih dari 1 jam) sampai seluruh endapan terendapkan dan terbentuk larutan bening diatasnya
- Volume larutan jangan sampai kurang dari 150 ml

- Tambahkan ragi beberapa tetes larutan BaCl_2 untuk mengetahui kesempurnaan pengendapan
- Saring endapan dengan cara :
 - a. Menggunkan kertas saring
 1. Gunakan kertas saring what man no 40 (kertas saring bebas abu)
 2. Saring lebih dahulu larutan jernihnya, lalu tampung filtrat didalam gelas kimia dan lakukan tes pada filtrate dengan menggunakan BaCl_2 bila terbentuk endapan pada filtrat, maka seluruh sampel harus dibuang
Bila tidak terbentuk endapan, buang filtrat dan bersihkan gelas kimia, lalu letakkan kembali di bawah corong
 3. Pindahkan endapan ke kertas saring dengan bantuan semprotan air panas dari botol semprot
Bersihkan dinding gelas kimia dengan menggunakan pembersihan
 4. Cuci endapan beberapa kali dengan sejumlah kecil air panas sampai filtratnya bebas ion Cl^- (tes filtrat dengan AgNO_3)
 5. Pindahkan kertas saring beserta endapan kedalam crucible silikon atau porselen
 6. Pijarkan perlahan-lahan sampai crucible berwarna merah
 7. Dinginkan didalam desikator, kemudian setelah dingin timbanglah crucible
 8. Hitung % berat SO_4 dalam cuplikan

Catatan :

 - Pada akhir pemijaran , endapan dapat dibasahi dengan sedikit H_2SO_4 , lalu dipijarkan kembali
 - Sebelumnya, crucible kosong telah dipijar, ditimbang (telah diperoleh berat tetap dari crucible kosong), lalu disimpan dalam desikator
 - b. Dengan menggunakan kaca masir (cawan Gooch)
Terlebih dahulu kaca masir dipanaskan dalam oven pada suhu $100-110^\circ\text{C}$ dan didinginkan dalam desikator lalu ditimbang sampai diperoleh berat tetap
 1. Saringlah lebih dahulu supernatannya kedalam kaca masir
 2. Lakukan tes pada filtrat seperti pada a.2
 3. Bila tidak terdapat endapan, maka dipindahkan endapan dalam kaca masir
 4. Cuci endapan beberapa kali dengan menggunakan air panas sampai filtrat bebas ion Cl^- (tes filtrat dengan AgNO_3)
 5. Keringkan kaca masir dan endapan didalam oven pada suhu $100-110^\circ\text{C}$, lalu dinginkan didalam desikator dan ditimbang

6. Ulangi pemanasan beberapa kali sampai diperoleh berat tetap
7. Hitung %berat sulfat dalam cuplikan

VI. Hasil Pengamatan

VII. Perhitungan dan Pembahasan

VIII. Perhitungan dan Pembahasan

IX. Daftar Pustaka

- Day, Underwood, Analisa kualitatif, penerbit Erlangga, Jakarta, 1986
- A. Vogel, A. Textbook of Quantitative Inorganic Analysis, Logmann, 1987.

PERCOBAAN 12 ANALISA PADUAN Al – Zn (GASOMETRI)

I. Tujuan :

- Menentukan komposisi paduan logam Al-Zn.

II. Perincian Kerja :

- Menyiapkan peralatan percobaan penentuan komposisi logam Al-Zn.
- Menentukan komposisi logam paduan Al-Zn.

III. Alat-alat yang diperlukan :

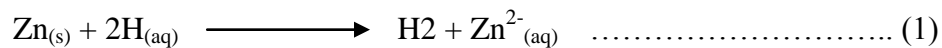
- Tabung reaksi besar (1)
- Pipa bengkok (2)
- Labu hisap
- Slang karet
- Klem
- Gelas kimia 250 ml
- Statif dan klem
- Manometer

IV. Zat-zat yang digunakan :

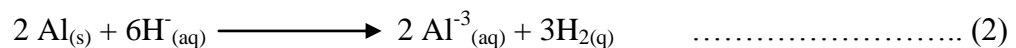
- Logam paduan Al-Zn
- HCl pekat
- Kapsul gelatin

V. Dasar Teori

Beberapa logam aktif akan cepat bereaksi dengan asam kuat menghasilkan gas hidrogen dan larutan garam dari logam tersebut. Dalam jumlah kecil, hidrogen biasanya dibuat dengan cara mereaksikan asam klorida dengan logam seng.



Dari persamaan di atas dapat dilihat bahwa 1 mol seng menghasilkan 1 mol gas hidrogen. Jika gas hidrogen kondisinya diketahui, maka kita dapat menghitung massa seng dalam sampel murni dengan dengan mengukur kandungan hidrogen yang dihasilkan pada setiap reaksinya dengan asam. Logam Al dapat pula direaksikan dengan asam menghasilkan gas H₂ dan larutan garam.



Dengan cara yang sama kita dapat menentukan kandungan aluminium dalam sampel murni dengan mengukur kandungan hidrogen yang dihasilkan oleh reaksinya

dengan larutan asam. Dalam persamaan ini 2 mol aluminium menghasilkan 3 mol hidrogen.

Kandungan hidrogen yang dihasilkan oleh a gram seng tidak sama dengan jumlah yang dihasilkan oleh a gram aluminium.

$$1 \text{ mol Zn} \approx 1 \text{ mol H}_2 \cdot 65,4 \text{ Zn} \approx 1 \text{ mol H}_2 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$1,00 \text{ gr Zn} \approx 0,0153 \text{ mol H}_2 \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$2 \text{ mol Al} \approx 3 \text{ mol H}_2 [54,0 \text{ gr} \approx \text{Al } 3 \text{ mol H}_2] \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$1, 00 \text{ gr Al} \approx 0,0556 \text{ mol H}_2$$

Dengan mereaksikan paduan aluminium dan seng dengan asam yang diketahui massanya. Kita dapat menentukan kandungan gas hidrogen yang terbentuk dan menghitung presentase dari aluminium dan seng yang ada dalam paduan dengan menggunakan persamaan (3) dan (4).

Pada percobaan ini akan dilakukan suatu analisa komposisi terhadap paduan Al – Zn. Dan dari sejumlah sampel dari paduan aluminium dan seng dengan asam yang berlebihan dan mengumpulkan hidrogen yang terbentuk.

Jika kita mengukur volume, temperatur dan tekanan total gas dengan menggunakan hukum gas ideal dan tekanan uap air dalam sistem dengan menggunakan tabel, maka kita dapat menghitung jumlah mol hidrogen yang dihasilkan oleh sampel.

$$P_{\text{H}_2} \cdot V = N_{\text{H}_2} \cdot R \cdot T$$

$$N_{\text{H}_2} = \frac{P \cdot V}{R \cdot T}$$

Volume (V) dan temperature (T) hidrogen didapat dari data percobaan, perlu diperhatikan tekanan yang digunakan adalah tekanan hidrogen kering (P_{H_2}). Tekanan total gas dalam flask menurut hukum Dalton adalah sama dengan tekanan parsial hidrogen (P_{H_2}) ditambah dengan tekanan parsial uap air ($P_{\text{H}_2\text{O}}$).

$$P = P_{\text{H}_2\text{O}} + P_{\text{H}_2} \quad \dots\dots\dots$$

(6)

Karena uap air didalam labu yang ada bersatu dengan air maka gas adalah saturated (jenuh) dengan tekanan uap air pada temperature ($P_{\text{H}_2\text{O}}$) pada kondisi ini adalah sama dengan tekanan uap air pada temperatur ($P_{\text{H}_2\text{O}}$) pada kondisi ini adalah sama dengan tekanan uap $V \cdot P_{\text{H}_2\text{O}}$ dari air pada temperatur percobaan ini, harga konstan pada temperatur yang diberikan. Total tekanan dalam flask sekitar tekanan

barometer P bar. Dengan mensubstitusikan harga-harga ini ke dalam persamaan (6) maka kita akan mendapatkan:

$$P_{H_2} = P_{\text{bar}} - P_{H_2O} \dots\dots\dots (7)$$

Dengan menggunakan (5) kita dapat menghitung n_{H_2} , jumlah mol hidrogen yang dihasilkan oleh sejumlah berat sampel. Kemudian kita dapat menghitung presentase dari Al dan Zn dalam sampel dengan penggunaan (3) dan (4). Untuk sampel yang berisi q_{Al} gram Al dan q_{Zn} gram Zn, terlihat sebagai berikut:

$$N_{H_2} = (q_{Al} * 0,0556) + (q_{Zn} * 0,0153) \dots\dots\dots (8)$$

Untuk 1 gram sampel, q_{Al} dan q_{Zn} yang mewakili fraksi berat dari Al dan Zn adalah %Al/100 dan %Zn/100.

Kita dapat menyelesaikan (11) dengan langsung untuk %Al jika kita mengetahui jumlah mol H_2 yang terbentuk per gram sampel. Untuk menghemat waktu di laboratorium dan menghindari kesalahan perhitungan, maka lebih baik dipersiapkan terlebih dahulu pemberian grafik N_{H_2} sebagai fungsi %Al. Kemudian jika N_{H_2} telah diperoleh dari percobaan %Al dalam sampel dapat dibaca langsung dari grafik.

VI. Prosedur percobaan :

- Ambil labu isap, tabung test besar, sumbat karet dan sampel paduan Al-Zn dari gudang. Dipasang peralatan seperti terlihat pada gambar,
- Ambil kapsul gelatin dan timbang dengan ketelitian kurang lebih 0,0001 gr,
- Tuangkan paduan sampel diatas diatas sepotong kertas tambahkan 1/2 nya pada kapsul. Kemudian ditimbang massa sampel 0,1 – 0,2 gram. Dilakukan dengan hati-hati dalam kedua penimbangan tersebut, sebab sampel sangat kecil akan menghasilkan kesalahan percobaan yang besar. Masukkan sisa paduan kembali ke dalam botol,
- Isi labu hisap dan gelas piala sampai 2/3 nya dengan tinggi air. Ditutup labu hisap dan dibuka klem penjepit dan digunakan penghisap pada samping labu hisap,
- Isi labu hisap dan gelas dan gelas piala sampai tinggi air dalam labu tersebut sekitar 4-5 cm dari saluran samping. Digunakan bola hisap dan selang karet yang pendek yang telah melekat pada pipa menuju tutup tabung test,
- Tutup klem penjepit untuk mencegah aliran udara. Pipa dari gelas piala kelabu akan dipenuhi air tanpa gelembung udara,

- Hati-hati melepaskan pipa dari gelas piala dan letakkan diatas meja, setelah yakin tidak ada kebocoran air pada pipa, dituangkan sisa air ke dalam gelas piala dan dimasukkan gelas piala yang lainnya,
- Timbang gelas piala kosong sampai ketelitian $\pm 0,1$ gram,
- Ambil kembali pipa dalam gelas piala,
- Tuangkan 10 ml HCl 6M, yang diukur dengan gelas ukur, masukkan dalam tabung test besar,
- Masukkan gelatin kapsul ke dalam gelas piala pada saat, tuang air melalui saluran,
- Dalam 3 atau 4 menit asam akan merusak dinding kapsul dan mulai bereaksi dengan paduan,
- Gas hidrogen yang terbentuk akan masuk ke dalam labu dan mendorong air dari labu ke dalam gelas piala. Volume air yang dipindahkan akan sama dengan volume gas yang dihasilkan,
- Pada saat ini kita mungkin mengamati busa gelap yang berisi partikel-partikel dari paduan yang tidak bereaksi. Busa dapat membawa sebagian paduan keluar tabung,
- Goyangkan paduan dengan hati-hati agar seluruh paduan yang diperoleh masuk ke dalam larutan asam,
- Reaksi akan berlangsung dalam 5 – 10 menit. Dalam waktu tersebut cairan larutan akan menjadi cerah, busa akan pergi, kapsul akan larut dan tidak ada lagi paduan yang tidak bereaksi,
- Bila reaksi selesai tutup pipa dengan klem penjepit dan cabut pipa dari gelas piala,
- Timbang gelas piala dan air yang dipindahkan dengan ketelitian $\pm 0,1$ gr,
- Ukur temperatur dan tekanan barometer,
- Tuang larutan asam ke dalam saluran pembuangan. Kumpulkan alat-alat dan ulangi percobaan dengan sisa sampel paduan.

VII. Hasil Pengamatan

Data Pengamatan :

	Percobaan 1	Percobaan 2
Massa gelatin kapsul g g
Massa sampel paduan + kapsul g g
Massa gelas piala kosong g g
Massa gelas piala + air yang dipindahkan g g
Tekanan barometer mmHg mmHg
Temperatur °C °C

Perhitungan :

Massa sampel paduan g g
Massa air yang dipindahkan g g
Volume air yang dipindahkan $d = 1 \text{ g/cc}$ ml ml
Vol. H_2 , T L L
Temperatur H_2 , T K K
Tekanan uap air pada T, $\text{VP}_{\text{H}_2\text{O}}$ dari Appendix mmHg	
Tekanan H_2 kering, PH_2 mmHg	
Mol H_2 dari sampel, n_{H_2} mol	

VIII. Perhitungan dan Pembahasan

IX. Kesimpulan dan Saran

X. Pertanyaan :

1. Pada halaman berikut, pembuatan grafik dari NH_2 vs %Al. Grafik ini berhubungan dengan pers. 11 yang telah didiskusikan. Plot dari NH_2 s %Al akan merupakan garis lurus. Mengapa?. Posisi yang tepat dari garis lurus dibutuhkan untuk mendapatkan tempat 2 titik. Ternyata jalan untuk melaksanakan ini adalah untuk menemukan NH_2 bila %Al = 0 dan bila %Al = 100. Jika anda berharap boleh menghitung beberapa tingkatan titik (contohnya NH_2 bila %Al = 50 atau 20 atau 70). Semua titik ini akan terletak pada garis lurus yang sama.
2. Siswa diberikan data dalam percobaan berikut. Isi empat kosong dalam data dan buat perhitungan.

Massa gelatin kapsul	0.1168 g
Massa gelatin + sampel paduan	0.2734 g
Massa paduan sampel	0.1586 g
Massa gelas piala kosong	141.4 g
Massa gelas piala + air yang dipindahkan	307.7 g
Massa air yang dipindahkan	166.5 g
Volume air yang dipindahkan (d=1 g/ml)	166.5 ml
Vol. V dari H_2 = vol. air yang dipindahkan	166.5 ml
Temperatur, t	21°C
Temperatur, T	294°C
Tekanan barometer	746 mmHg
Tekanan uap H_2O padat (App I)	18,650 mmHg
Tekanan H_2 kering, P_{H_2} (pers. 7)	727.35 mmHg
Tekanan H_2 kering	0.957 atm

Tentukan jumlah mol H_2 yang terbentuk, n_{H_2} (pers. 5, V dalam l, P_{H_2} dalam atm, T dalam, $R = 0.08211 \text{ atm/mol.K}$). = mol H_2

Tentukan NH_2 , jumlah mol Hz per g sampel ($n_{\text{Hz}/m}$) = mol Hz/g

Tentukan %Al dalam sampel dari grafik yang dipersiapkan untuk problem 1 = %Al

Tentukan %Al dalam sampel dengan pers. 11 = %Al

XI. Daftar Pustaka

Slowinski EJ es “Chemical Principles in the Laboratory with Qualitative Analysis”,
Alternative Edition, New York, 1983.