

DIKTAT
PETUNJUK PRAKTIKUM
KIMIA ANALITIK I



Oleh :
Dr. Ani Mulyasuryani, MS

LABORATORIUM KIMIA ANALITIK
JURUSAN KIMIA FMIPA
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
2016

KATA PENGANTAR

Diktat **Petunjuk Praktikum Kimia Analitik I** ini dibuat untuk membantu mahasiswa dalam melaksanakan Praktikum Kimia Analitik I. Oleh karena itu mahasiswa diharapkan tidak hanya mengacu pada diktat ini, tetapi **lebih banyak membaca referensi** lain. Diktat Petunjuk Praktikum Kimia Analitik I ini berisi petunjuk praktikum mengenai *analisis kualitatif anorganik, metode volumetri, dan metode gravimetri*.

Untuk mencapai standar kompetensi yang diinginkan, materi praktikum sesuai dengan materi Kuliah Kimia Analisa Dasar. Pada dasarnya kuliah dan praktikum tidak dapat dipisahkan, sehingga akan saling mengisi. Semoga diktat yang penulis buat menjadi manfaat, tidak hanya pada Praktikum Kimia Analitik I, tetapi dimasa yang akan datang.

Malang, September 2016
Penyusun

TATA TERTIB PRAKTIKUM KIMIA ANALITIK I

Sebelum masuk ke laboratorium

1. Mahasiswa praktikan harus sudah menyiapkan **Jurnal Praktikum dan format laporan** sesuai dengan percobaan yang dilakukan pada hari itu
2. Mahasiswa sudah mengenakan **jas laboratorium dengan rapi**
3. Tidak diperkenankan memakai sepatu sandal.
4. Jika **ke tiga** hal diatas **tidak diataati** maka mahasiswa yang **bersangkutan tidak diperkenankan** mengikuti praktikum.

Setelah masuk laboratorium

1. Mahasiswa wajib mengumpulkan jurnal, format laporan, mengikuti pretest dan mengisi daftar hadir
2. Mengumpulkan gelas kimia beri nama dan NIM untuk setiap dua orang, jika tidak dilakukan maka praktikan tidak dapat melakukan praktikum (untuk materi kuantitatif).

Pretest

1. Mahasiswa dinyatakan lulus pretes jika nilainya minimal 55.
2. Bagi yang tidak lulus pretes, diberi kesempatan mengikuti pretes tahap berikutnya dengan soal yang sama (**hingga lulus**) dengan **nilai maksimum 56^(**)**.
3. Pretes dilaksanakan dalam waktu 15 – 30 menit

Selama Praktikum berlangsung

1. Melakukan praktikum dengan tertib, ikuti pengarahan dari asisten, baik mengenai prosedur praktikum maupun penggunaan peralatan gelas.
2. Pergunakan peralatan gelas sesuai dengan fungsinya.
3. Tidak diperkenankan keluar-masuk laboratorium, makan dan minum, membuat keributan serta menerima tamu.
4. Menjaga ketertiban dan keselamatan kerja, menjaga kebersihan serta bersikap sopan selayaknya seorang mahasiswa.

Setelah praktikum selesai

1. Bersihkan semua peralatan dan meja serta masukkan kembali semua peralatan ke dalam lemari masing-masing serta kunci dengan baik.

2. Kembalikan botol cuplikan dalam keadaan bersih, jika botol cuplikan tidak dikumpulkan maka praktikan tidak dapat memperoleh cuplikan pada praktikum minggu berikutnya.
3. Buat laporan singkat sesuai dengan format laporan yang ada dalam petunjuk praktikum, pada kertas terpisah yang telah anda persiapkan.
4. Kumpulkan laporan kepada asisten yang bertugas hari itu, laporan tidak dikembalikan.
5. **Tidak diperkenankan untuk menyerahkan laporan ke tempat tinggal asisten. Jika tidak menyerahkan laporan pada saat itu dianggap tidak mengerjakan praktikum, nilainya hanya nilai pretest.**
6. Periksa kembali peralatan/lemari, kebersihan meja dan lantai (tidak basah dan tidak ada sampah yang tercecer).
7. Tinggalkan laboratorium dalam keadaan bersih !!!

Kehadiran

Kehadiran harus 100%, tidak ada praktikum susulan, jika memaksa ikut tetap tidak akan lulus.

Penilaian

Hal yang dinilai adalah :

1. Jurnal	15 %
2. Pretest	30 %
3. Ketrampilan dan kerapian	40 %
4. Laporan	15 %

	$100\% \times 0,6 = 60\%$
5. Ujian Akhir Praktikum :	
a. praktek	25%
b. tulis	15%

	100%

Pemecahan Alat

1. Setiap peralatan gelas yang dipecahkan harus diganti dengan jenis, merek dan ukuran yang sama.
2. Penggantian alat yang dipecahkan paling lambat dua minggu setelah pemecahan. Untuk peralatan gelas yang ada di lemari, penggantian paling lambat dua minggu setelah praktikum berakhir atau nilai tidak keluar.

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	ii
TATA TERTIB PRAKTIKUM	ii
DAFTAR ISI	vi
ANALISIS KUALITATIF ANORGANIK	1
TITRASI ASAM – BASA	9
GRAVIMETRI	15
TITRASI PENGENDAPAN	17
TITRASI PENGKOMPEKSAN	20
TITRASI REDOKS	23
CONTOH JURNAL ANALISIS KUALITATIF	26
CONTOH LAPORAN ANALISIS KUALITATIF	27
CONTOH JURNAL ANALISIS VOLUMETRI	28
CONTOH LAPORAN ANALISIS VOLUMETRI	29

PERCOBAAN - 1

ANALISIS ANORGANIK KUALITATIF

I. PENDAHULUAN

Analisis kualitatif dilakukan untuk mengetahui jenis zat atau komponen yang terkandung dalam suatu sampel. Hal tersebut dilakukan sebelum analisis kuantitatif. Analisis secara kuantitatif tidak dapat dilakukan sebelum diketahui komponen yang terkandung dalam suatu sampel. Analisis kualitatif secara konvensional dapat dilakukan secara visual, baik dalam keadaan kering maupun dalam larutannya. Dalam keadaan kering analisis dapat dilakukan melalui pengenalan bentuk dan warna, serta warna nyala.

Pada analisis basah, langkah pertama adalah dengan cara melarutkan sampel dengan pelarut yang sesuai. Pelarut pertama yang digunakan adalah air, kalau sampel tidak larut dalam air, maka dapat digunakan asam klorida, asam nitrat, dan air raja. Untuk keperluan kelarutan ini, dipakai selalu zat dalam jumlah sesedikit mungkin dalam volume pelarut yang sesuai. Pengujian dilakukan mula-mula dalam keadaan dingin dan kemudian setelah dikocok dengan kuat, jika tidak memberikan hasil, dilanjutkan dengan pemanasan. Jika dalam keadaan panas tidak juga larut walaupun sudah dilakukan pengadukan, maka dilakukan pelarutan menggunakan pelarut lainnya atau yang lebih pekat. Jika sudah ditemukan pelarut yang sesuai, dapat dilakukan analisis pengenalan kation. Dalam sampel yang nyata biasanya terdapat lebih dari dua senyawa, maka diperlukan cara analisis sistematis untuk dapat menentukan komponen yang terdapat dalam suatu sampel tersebut.

Untuk mempermudah pengujian kation dan anion dilakukan sekaligus dengan jalan membuat ekstrak soda, dimana endapan yang dihasilkan dapat digunakan untuk uji kation dan ekstraknya untuk uji anion. Pengujian kation yang diendapkan sebagai karbonat kemudian dilarutkan dengan HCl dan dipanaskan untuk menghilangkan karbonat. Pengendapan selanjutnya hanya dikelompokkan sebagai golongan klorida, hidroksida dan karbonat. Dengan adanya pengelompokan yang disederhanakan ini diharapkan dapat lebih mempersingkat pada analisis selanjutnya. Pengujian selanjutnya adalah uji identifikasi dengan menggunakan pereaksi khusus.

Dari uji kelarutan berbagai macam garam dalam air, dapat diperkirakan jenis anion yang mungkin terdapat dalam sampel. Beberapa petunjuk untuk kelarutan dalam air :

1. Garam dari **nitrat**, **klorat** dan **asetat** larut dalam air kecuali garam **perak(I)** dan **merkuri(I) asetat** sedikit larut.
2. Semua garam **nitrit** larut dalam air kecuali **perak(I)** nitrit kurang larut.
3. Garam **klorida** dan **bromida** larut baik dalam air kecuali **perak(I)** dan **merkuri(I)**. **Timbal(II) klorida** larut dalam air panas.
4. Garam **iodida** larut baik dalam air kecuali **perak(I)** dan **merkuri(II)**. **Timbal(II) iodida** sedikit larut dalam air.
5. Garam-garam **karbonat** pada umumnya tidak larut dalam air kecuali garam dari **natrium(I)**, **kalium(I)** dan **ammonium(I)**. Demikian juga garam hidrogen karbonat dari logam alkali tanah.
6. Garam dari **sulfida** umumnya tidak larut dalam air tetapi garam sulfida dari stronsium(II), barium(II) dan kalsium(II) sedikit larut, sedangkan **natrium(I)**, **kalium(I)** dan **ammonium(I)** sulfida sangat larut dalam air.
7. Garam dari sulfit pada umumnya tidak larut dalam air kecuali garam dari alkali dan hidrogen sulfit alkali tanah.
8. Garam sulfat umumnya larut dalam air kecuali garam dari timbal(II), merkuri(I), stronsium(II) dan barium(II). Perak(I) dan merkuri(II) sulfat sedikit larut dalam air.
9. Garam fosfat, arsenat, dan arsen tidak larut dalam air, kecuali garam alkali.
10. Garam fluorida umumnya tidak larut dalam air, kecuali garam alkali, perak(I), dan merkuri(I).
11. Garam borat tidak larut dalam air kecuali garam alkali.
12. Garam kromat sedikit larut dalam air kecuali garam alkali dan alkali tanah (tidak termasuk Ba^{2+}).
13. Garam dari tiosulfat umumnya larut dalam air.
14. Garam oksalat, format, tartrat dan sitrat tidak larut dalam air kecuali garam alkali tanah.

II. PROSEDUR Pengerjaan

2.1. Bentuk dan warna

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

Merah : Pb_3O_4 , As_2S_2 , HgO , HgI , Sb_2S_3 , CrO_3 , Cu_2O_2 , $K_3[Fe(CN)_6]$

Merah jambu : CdS , As_2S_3 , $SnCl_3$, PbI_2 , HgO , $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$, kromat, besi(II), nitrat dan klorida

Hijau: Cr_2O_3 , Hg_2I_2 , $Cr(OH)_3$, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, $FeSO_4 (NH_4)_2 SO_4 \cdot 6H_2O$, $FeCl_2 \cdot 4H_2O$, $FeCl_2 \cdot 4H_2O$, $CuCO_3 \cdot 4H_2O$, $CuCl_2 \cdot 2H_2O$, $KMnO_4$, garam-garam nikel.

Coklat : PbS , $CdO \cdot Fe_3O_4$, Ag_2SO_4 , SnS , Fe_2O_3 , $Fe(OH)_3$

Hitam : PbS , CuS , CuO , HgS , FeS , MnO_2 , Co_3O_4 , CoS , NiS , Ag_2S , C

2.2. Warna nyala

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

kuning	-	natrium
Merah	-	stronsium atau litium
Hijau-kuning	-	barium
Hijau	-	tembaga
Ungu	-	kalium

Untuk keperluan ini, digunakan kawat yang sudah dicuci dengan asam klorida kemudian ditempelkan pada sampel kemudian dibakar secara langsung pada bagian api yang berwarna biru. Amati warna nyala yang timbul.

2.3. Uji kelarutan

Untuk uji kelarutan, pertama ambil sedikit sampel larutkan dalam air kock beberapa saat, jika tidak larut panaskan.

2.4. Pengujian kation

- Cuplikan dididihkan dengan larutan pekat (atau padatan) natrium karbonat. Semua ion logam akan mengendap sebagai karbonat kecuali Na^+ , K^+ , dan NH_4^+ . Jika tidak terjadi endapan dapat dipastikan bahwa dalam cuplikan mengandung salah

satu atau lebih kation di atas. Hal ini dapat dikonfirmasi dari uji reaksi nyala. Selanjutnya dapat dilakukan uji identifikasi.

- b. Jika pada (a) diperoleh endapan, maka pisahkan endapan dengan cara sentrifugasi dan dekantasi. Sentrat (biasa disebut ekstrak soda, E.S) digunakan untuk uji anion.
- c. Endapan yang diperoleh ditambah dengan sedikit HCl pekat dan panaskan hingga mendidih sehingga CO_2 dari karbonat hilang. Jika endapan tidak larut kemungkinan cuplikan mengandung Ag^+ dan atau Pb^{2+} , dan atau Hg_2^{2+} . PbCl_2 mengendap dalam keadaan dingin. Selanjutnya dilakukan uji identifikasi setelah dikonfirmasi dengan hasil uji sebelumnya.
- d. Jika pada (c) tidak terjadi endapan, tambahkan NH_4OH . Endapan yang dihasilkan kemungkinan : Cd^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , As^{3+} , Sn^{2+} , Sb^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Al^{3+} , Mn^{4+} , Mg^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} . Dengan mengkonfirmasi warna endapan yang terbentuk, selanjutnya lakukan uji identifikasi kation. Untuk uji identifikasi gunakan cuplikan yang dilarutkan dalam air atau pelarut yang sesuai.
- e. Jika pada (d) tidak terjadi endapan, tambahkan ammonium oksalat. Endapan yang terbentuk kemungkinan terdiri dari Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} .

2.4.1. Uji Identifikasi Kation

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

Ag(I)

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

Pb(II)

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

Hg(II)

Teteskan larutan cuplikan ke atas kertas saring, kemudian ditetesi dengan larutan Sn(II) asetat serta setetes anilin, akan terbentuk noda hitam.

Cu(II)

- a. Asamkan larutan cuplikan dengan HCl encer dan reaksikan dengan kalium heksasianoferat, akan terbentuk endapan coklat.
- b. Teteskan larutan cuplikan ke atas kertas saring, kemudian ditetesi dengan larutan benzoin oxim dan tempatkan di atas uap amoniak, akan terbentuk noda hijau.

Cd(II)

- a. Tambahkan setetes larutan sulfida pada setetes larutan cuplikan, akan terbentuk endapan kuning.
- b. Tambahkan setetes larutan KCN pada setetes larutan cuplikan, akan terbentuk endapan putih yang akan larut jika ditambah KCN berlebih.

Sn(II)

- a. Pada larutan cuplikan yang telah diasamkan tambahkan setetes larutan Hg^{2+} , akan terbentuk endapan putih yang akan berubah menjadi abu-abu atau hitam.
- b. Pada larutan cuplikan yang telah diasamkan tambahkan setetes larutan *cacotheline*, warna larutan akan menjadi ungu.

Fe(III)

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

Al(III)

- a. Pada larutan cuplikan tambahkan dua tetes larutan ammonium asetat dan tiga tetes pereaksi aluminon, akan terbentuk warna merah.
- b. Pada larutan cuplikan yang telah dibasakan dengan NaOH, tambahkan setetes pereaksi alizarin-S, tambahkan asam asetat hingga warna ungu hilang, teteskan lagi larutan akan menjadi merah.

Ni(II)

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

Zn(II)

- a. Setetes larutan kalium heksasianoferat akan menghasilkan endapan putih jika ditambahkan pada setetes larutan cuplikan

- b. Setetes larutan $K_2Hg(SCN)_4$ akan menghasilkan endapan putih jika ditambahkan pada setetes larutan cuplikan

Ca(II)

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

Ba(II)

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

Mg(II)

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

K(I)

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

Na(I)

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

2.5. Pengujian anion

Seperti yang sudah disinggung di atas, untuk pemeriksaan anion digunakan larutan hasil pendidihan cuplikan dengan karbonat. Ion logam akan mengendap sebagai karbonat, sedangkan anion tetap dalam larutan yang bersifat basa, yang disebut ekstrak soda (ES). Setiap kali melakukan pengujian, jangan lupa netralkan E.S, dengan asam secukupnya hingga bebas CO_2 . Jika tidak terjadi endapan, pengujian anion digunakan cuplikan yang dilarutkan dalam air atau pelarut yang sesuai.

2.5.1. Pengujian menggunakan ekstrak soda.

Pengujian sulfat dan sulfid

Sedikit E.S. diasamkan dengan HCl, kemudian direaksikan dengan larutan barium klorida, endapan putih menunjukkan adanya sulfat. Endapan dipisahkan dan

pada bagian filtratnya ditambah dengan air brom, endapan putih menunjukkan adanya sulfit.

Pengujian ion halida

Sedikit E.S diasamkan dengan asam nitrat berlebih, sampai tidak terbentuk lagi gas CO_2 , kemudian ditambah sedikit pereaksi perak nitrat. Endapan putih menunjukkan adanya ion-ion halida. Setelah endapan dipisahkan, direaksikan dengan ammonium karbonat, perak klorida akan larut sedangkan perak iodida dan bromida tidak. Sisa endapan dimasak dengan logam seng dan asam sulfat, akan menghasilkan HBr dan HI. Selanjutnya dapat dilakukan uji identifikasi.

Pengujian nitrat dan nitrit

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

Pengujian nitrit

Pada E.S ditambahkan HCl encer dan tiourea, tambahkan besi(III) klorida, akan terbentuk warna merah. Nitrit dapat dihilangkan dengan menambahkan urea pada E.S yang telah diasamkan, kemudian dipanaskan, akan terbentuk N_2 . Jika pada E.S yang telah dihilangkan nitritnya, dilakukan uji cincin coklat, hasilnya positif artinya nitrat positif dan sebaliknya.

2.5.2. Uji identifikasi anion

Cl⁻ : Klorida diendapkan sebagai perak klorida, endapan disaring dan dilarutkan dengan ammonium karbonat. Larutan dibagi dua :

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

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

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

NO₃⁻ : Uji cincin coklat

NO₂⁻ : Uji nitrit

SO_2^- : Pada larutan sampel ditambahkan larutan timbal(II) nitrat, jika terjadi endapan putih yang larut dalam ammonium asetat jenuh menandakan adanya sulfat.

PERCOBAAN - 2

TITRASI ASAM BASA

I. PEMBAKUAN ASAM KLORIDA

1.1. Pendahuluan

Untuk keperluan titrasi titrimetrik, diperlukan suatu larutan pereaksi baku, yaitu suatu larutan yang telah diketahui secara tepat konsentrasinya. Jika suatu pereaksi dapat diperoleh dalam keadaan murni, maka untuk memperoleh larutan dengan konsentrasi tertentu, cukup dilakukan penimbangan teliti jumlah pereaksi tersebut dan dilarutkan dalam volume tertentu. Larutan baku yang diperoleh dengan cara ini dinamakan larutan baku primer. Suatu zat dapat menjadi baku primer, jika memenuhi persyaratan-persyaratan berikut :

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

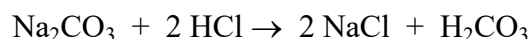
Dalam praktek, zat baku primer yang ideal, sukar diperoleh dan toleransi pada persyaratan diatas dapat dilakukan. Zat-zat yang biasa digunakan sebagai zat baku primer pada titrasi asam-basa antara lain, natrium(I) karbonat, natrium(I) tetraborat, kalium hidrogen ftalat, asam klorida dengan titik didih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

Cara pembakuan terbaik adalah dengan memakai jenis reaksi yang sama dengan macam reaksi yang terjadi pada pemakaian larutan yang dilakukan tersebut. Larutan yang di bakukan terhadap larutan baku primer dinamakan larutan baku skunder

1.2. Pembakuan asam klorida dengan natrium(I) karbonat anhidris

1.2.1. DISKUSI

Secara keseluruhan, reaksi antara asam klorida dengan natrium(I) karbonat, dapat ditulis sebagai berikut :



Dari reaksi tersebut dapat dilihat bahwa 2 mol HCl akan bereaksi dengan 1 mol Na_2CO_3 . Reaksi yang sebenarnya berlangsung dalam dua tahap, pertama Na_2CO_3 bereaksi menghasilkan NaHCO_3 , kedua pereaksi terakhir ini bereaksi menghasilkan H_2CO_3 . Pada tahap pertama titik ekuivalen tercapai pada $\text{pH} = 8,3$, sedangkan untuk tahap kedua titik ekuivalen tercapai pada $\text{pH} = 3,0$. Karena pada tahap pertama, perubahan pH disekitar titik ekuivalen berlangsung lambat, maka perubahan warna tidak begitu tajam jika dipakai indikator fenolftalein (kisaran pH 8,3 – 10,0) atau timol biru (kisaran pH 8,0 – 9,6). Oleh karena itu maka titrasi sebaiknya dilakukan dengan menggunakan indikator yang mempunyai kisaran pH di daerah asam, seperti misalnya metil jingga (kisaran pH 2,9 – 4,6).

1.2.2. CARA KERJA

Garam natrium(I) karbonat anhidris masih mengandung sedikit air, dan karena itu harus didehidrasi dengan jalan pemanasan pada suhu $260 - 270^\circ\text{C}$ selama setengah jam dan dibiarkan menjadi dingin dalam eksikator. Dengan memakai botol timbang, timbang teliti 0,52 g natrium(I) karbonat dan pindahkan secara kuantitatif ke dalam gelas kimia 100 mL, larutkan dengan 50 mL air. Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 mL, dan tepatkan volum hingga tanda batas.

Sebelum mengisi buret, bilas buret 3 kali dengan setiap kali memakai 5 mL larutan asam klorida. Periksa apakah kran buret telah terisi penuh dengan larutan asam. Pipet 10 mL larutan natrium(I) karbonat ke dalam labu titrasi 250 mL, encerkan hingga 100 mL dan tambahkan beberapa tetes larutan indikator metil jingga. Baca kedudukan meniskus larutan dalam buret dengan ketelitian bacaan 0,01 mL. Titrasi larutan natrium(I) karbonat, tempatkan kertas putih dibawah labu titrasi, untuk mempermudah pengamatan perubahan warna. Titik akhir telah tercapai apabila terjadi perubahan warna dari kuning ke jingga. Ulangi pengerjaan ini 2 atau 3 kali.

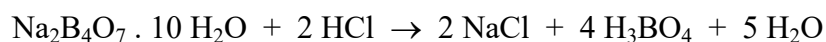
1.3. Pembakuan asam klorida dengan natrium(I) tetraborat dekahidrat

1.3.1. DISKUSI

Keuntungan pemakaian natrium(I) tetraborat dekahidrat adalah :

1. mempunyai massa relatif cukup besar (381,44)
2. mudah dimurnikan dengan cara penghabluran kembali
3. tidak memerlukan pemanasan untuk mendapatkan berat tetap
4. tidak higroskopis
5. titik akhir tajam diperoleh dengan memakai indikator metil merah pada suhu kamar, karena indikator ini tidak berpengaruh pada asam borat yang sangat lemah.

Reaksi antara asam klorida dengan natrium tetrahidrat adalah sebagai berikut :



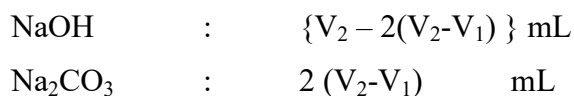
Untuk memperoleh boraks murni dilakukan penghabluran kembali dengan jalan melarutkan boraks dalam aquadest kemudian dipekatkan dan dihablurkan kembali pada suhu tak lebih dari 55° C . Pemakaian suhu yang lebih tinggi dapat mengakibatkan dihasilkan hablur pentahidrat (suhu transisi dekahidrat menjadi pentahidrat adalah 61° C) . Hablur kemudian disaring dengan cara penghisapan, dicuci 2 kali dengan air, 2 kali dengan alkohol dan 2 kali dengan eter. Tiap kali pencucian diikuti dengan penghisapan untuk menghilangkan kelebihan pencuci. Hablur ditempatkan pada suhu kamar selama 12 – 18 jam hingga kering. Boraks dapat disimpan dalam tempat tertutup selama 3 – 4 minggu tanpa mengalami perubahan yang berarti .

1.3.2. CARA KERJA

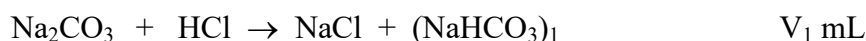
Dengan memakai botol timbang, timbang teliti 1,9 – 2,0 g boraks dan pindahkan secara kuantitatif ke dalam gelas kimia 100 mL, larutkan dengan 50 mL air. Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 mL, tepatkan volume hingga tanda batas.

Pipet 10 mL larutan boraks ke dalam labu titrasi 250 mL, encerkan hingga 100 mL dan tambahkan beberapa tetes larutan indikator metil merah. Baca kedudukan

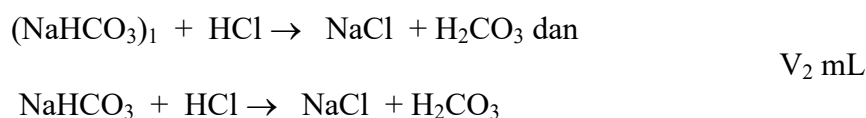
Dari kedua hasil titrasi ini didapat bahwa volum HCl yang diperlukan untuk penetralan :



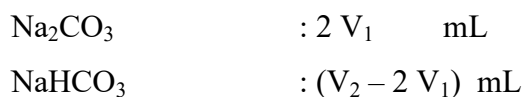
Jika cuplikan merupakan campuran karbonat dan bikarbonat maka dengan menggunakan indikator fenolftalein, reaksi :



Titrasi dilanjutkan dengan menggunakan indikator metil jingga, reaksi :



Volume HCl yang diperlukan untuk menetralkan :



Beberapa hal yang perlu diperhatikan :

1. Jika $V_1 \approx V_2$, maka dalam cuplikan hanya mengandung hidroksida
2. Jika $V_1 \approx 0$, maka dalam cuplikan hanya mengandung bikarbonat
3. Jika $V_2 \approx 2 \times V_1$, maka dalam cuplikan hanya mengandung karbonat

Untuk memperoleh hasil yang memuaskan maka larutan sebaiknya dibuat sedingin mungkin (mendekati 0°C) dan harus dihindari hilangnya CO_2 dengan cara mencelupkan ujung buret ke dalam larutan.

2.2. CARA KERJA

Timbang teliti 0,50g cuplikan, pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 mL dan tambah air hingga tepat tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam labu titrasi 250 mL, tambah 100 mL aquadest dan beberapa tetes larutan indikator fenolftalein, dan titrasi dengan larutan baku 0,10 M asam klorida. Lakukan pengerjaan ini dua atau tiga kali sampai diperoleh harga tetap.

Pipet lagi 10 mL larutan cuplikan ke dalam labu titrasi, seperti pengerjaan yang pertama, tambahkan beberapa tetes larutan indikator metil jingga atau metil kuning dan titrasi perlahan-lahan dengan larutan 0,10 M asam hingga terjadi

perubahan warna dari merah menjadi tak berwarna. Dari selisih volume asam dari kedua titrasi dapat dihitung kadar setiap komponen.

PERCOBAAN 3

ANALISIS SECARA GRAVIMETRI

PENENTUAN KALSIMUM(II)

1. DISKUSI

Untuk penentuan kadar kalsium(II) dalam larutan memakai metoda gravimetri, ion kalsium ini diendapkan sebagai kalsium(II) oksalat. Pengendapan dilakukan dengan cara pengendapan serbasama, pada larutan ion kalsium(II) yang telah diasamkan ($\text{pH} = 1$), mula-mula ditambahkan garam amonium(I) oksalat, kemudian pada larutan ini ditambahkan urea. Jika larutan dipanaskan sampai mendidih, urea mengalami hidrolisis, pH larutan meningkat sampai tercapai harga sesuai untuk pengendapan kalsium(II) oksalat. Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci untuk menghilangkan kelebihan oksalat dan bebas dari klorida. Endapan ini, dipanaskan pada suhu 110°C sehingga ditentukan sebagai CaC_2O_4 , massa kertas saring harus diketahui sebelum digunakan.

2.2. CARA KERJA

Timbang teliti 0,6 – 0,8 g cuplikan sampel yang mengandung kalsium(II) dan larutkan dalam labu takar 100 mL, encerkan hingga tanda batas dan kocok dengan baik. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam gelas kimia 400 mL yang telah dilengkapi dengan batang pengaduk dan tutup kaca arloji. Tambahkan 10 mL air dan 4 mL larutan 1:1 asam klorida. Panaskan larutan ini, tambahkan air hingga volum kira-kira 100 mL dan beberapa tetes larutan indikator metil merah. Tambahkan 6 mL larutan amonium(I) oksalat, diikuti dengan penambahan tetes demi tetes larutan 1:1 amonia. Selama penambahan pereaksi dilakukan pengadukan larutan secara teratur. Warna indikator akan berubah dari merah menjadi kuning, sedangkan diatas larutan tercium bau khas amonia.

Biarkan larutan ini dalam keadaan panas selama satu jam di atas penangas air, untuk memberi kesempatan endapan turun ke dasar gelas kimia. Panaskan kertas saring yang akan digunakan pada suhu 110°C selama kurang-lebih 30 menit, dinginkan dalam desikator dan timbang, ulangi pengerjaan ini sampai dihasilkan berat tetap (perbedaan tidak lebih dari 0,1 mg). Saring endapan dengan menuangkan larutan bagian atas ke atas kertas saring, cuci endapan dalam gelas kimia dan tuangkan ke atas kertas saring. Periksa apakah dalam filtrat masih dideteksi adanya ion kalsium(II). Pencuci endapan dilakukan sampai bebas dari oksalat dan klorida.

Lipat kertas saring dan simpan dalam kaca arloji untuk dipanaskan pada suhu 110°C . Pemanasan dilakukan tidak kurang dari 4 jam, jika waktu tidak cukup pengerjaan dilakukan pada minggu berikutnya.

PERCOBAAN-4
TITRASI PENGENDAPAN
(PENENTUAN KLORIDA)

1. METODA MOHR

1.1. DISKUSI

Metode ini didasarkan atas terbentuknya endapan berwarna, setelah pengendapan sempurna ion yang sedang ditentukan. Misalnya saja untuk titrasi ion klorida, ke dalam larutan ditambahkan sedikit ion kromat, yang mampu membentuk endapan berwarna merah coklat dengan ion perak(I) berlebih. Dengan mengamati hasil kali kelarutan perak(I) kromat dan perak(I) klorida, dapat diketahui bahwa kelarutan perak(I) kromat sedikit lebih besar dibandingkan kelarutan perak(I) klorida. Dengan demikian jika pada larutan campuran ion klorida dan ion kromat, seperti di atas, ditambahkan larutan perak(I) nitrat, perak(I) klorida akan mengendap lebih dulu.

Titrasi ini dapat berlangsung dengan baik, jika pH larutan diatur antara 6,5 – 9,0. Dalam larutan asam dapat terjadi perubahan kromat menjadi dikromat, sedangkan dalam larutan terlalu basa, dapat terjadi pengendapan dari perak(I) oksida.

1.2. PROSEDUR Pengerjaan

1. Pembakuan larutan perak(I) nitrat

Timbang teliti 0,29 g natrium(I) klorida, dan larutkan dalam labu takar 100 mL sampai tepat tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam labu erlenmeyer 250 mL, tambahkan air hingga volume kira-kira 100 mL. Tambahkan ke dalam larutan ini 1 mL larutan 2% kalium(I) kromat .

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

2. Penentuan kadar klorida

Timbang teliti 0,50 g cuplikan dan larutkan dalam labu takar 100 mL, encerkan hingga tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam labu titrasi, tambahkan

air hingga volume kira-kira 100 mL. Tambahkan 1 mL larutan 2% kalium(I) kromat. Lakukan titrasi dengan larutan perak(I) nitrat seperti prosedur di atas.

2. METODA VOLHARD

2.1. DISKUSI

Metoda ini digunakan jika larutan perak(I) nitrat dititrasi memakai larutan penitrasi tiosianat. Endapan yang terbentuk adalah endapan perak(I) tiosianat yang berwarna putih. Kelebihan ion tiosianat dideteksi memakai indikator besi(III), menghasilkan kompleks $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ yang berwarna merah. Titrasi ini dapat dilakukan dalam suasana asam kuat.

Metoda ini dapat dipakai untuk menentukan kadar ion halida. Pada larutan ion halida, ditambahkan mula-mula jumlah tertentu perak(I) nitrat, selanjutnya kelebihan ion perak(I) nitrat dititrasi kembali memakai larutan tiosianat dan indikator besi(III). Jika metoda ini diterapkan terhadap ion klorida, harus diketahui bahwa kelarutan perak(I) klorida sedikit lebih besar dari kelarutan perak(I) tiosianat. Ini berarti bahwa endapan perak(I) klorida harus dipisahkan atau dilindungi agar tidak bereaksi dengan ion tiosianat. Biasanya dilakukan cara kedua, yaitu endapan perak(I) klorida dilapisi dengan nitrobenzena sebelum dititrasi dengan larutan tiosianat.

2.2. PROSEDUR Pengerjaan

1. Pembakuan larutan perak(I) nitrat

Timbang teliti 0,18 g natrium klorida, larutkan dalam labu takar 100 mL, encerkan hingga tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam erlenmeyer 250 mL, tambahkan air hingga volum kira-kira 100 mL, dan 2 mL larutan 6 M asam nitrat. Tambahkan 10 mL larutan 0,05 M perak(I) nitrat, 1 mL larutan nitrobenzena dan 1 mL larutan besi(III).

Bilas dan isi buret dengan larutan tiosianat 0,05 M, dan lakukan titrasi, sampai titik akhir titrasi tercapai. Ulangi titrasi ini dua atau tiga kali sampai perbedaan bacaan volum dua titrasi berturut-turut tidak lebih dari 0,05 mL.

2. Penentuan kadar klorida

Timbang teliti 0,20 g cuplikan, larutkan dalam labu takar 100 mL encerkan hingga tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam erlenmeyer, tambahkan air hingga volum kira-kira 100 mL dan 2 mL larutan 6 M asam nitrat. Tambahkan 10 mL

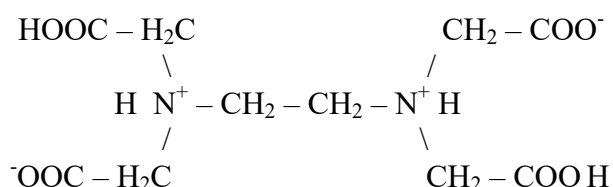
larutan 0,05 M perak(I) nitrat, 1 mL larutan nitrobenzena dan 1 mL larutan besi(III).
Titration dengan larutan tiosianat 0,05 M seperti prosedur diatas.

PERCOBAAN-5 TITRASI PENGKOMPLEKSAN

I. PEMBAKUAN LARUTAN EDTA

1.1. DISKUSI

Asam etilen diamin tetra asetat atau disingkat EDTA, dalam bentuk asamnya mempunyai struktur molekul sebagai berikut :



disingkat H_4Y , dengan ion yang ada dalam kurung besar disingkat H_2Y^{2-} . Dalam ion ini terdapat sejumlah pasangan elektron (terdapat pada kedua atom nitrogen dan keempat atom oksigen), yang dapat dipakai untuk pengikatan ion logam . Dalam bentuk asam, senyawa ini tidak larut dalam air, tetapi larut dalam larutan basa seperti natrium(I) hidroksida. Dalam bentuk garam $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$, senyawa ini larut dalam air, tetapi garam NaH_3Y , tidak larut dalam air. Penguraian EDTA berlangsung dalam beberapa tahap dan membentuk ion-ion H_3Y^- , H_2Y^{2-} , HY^{3-} dan Y^{4-} .

Titrasi dengan menggunakan larutan EDTA, selalu memakai garam $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebagai zat terlarut. Nama lain garam ini adalah *Trilon 3*, *Titriplex* atau *Complexon III*. Apabila ion H_2Y^{2-} bereaksi dengan ion logam, akan selalu dihasilkan dua buah ion hidrogen, reaksi secara umum berlangsung sebagai berikut :



Oleh karena itu untuk mencegah perubahan pH larutan, dipakai larutan buffer dengan pH tertentu.

Senyawa $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($M_r = 372,74$) bukan merupakan zat baku primer. Pemurnian dapat dilakukan dengan membuat larutan jenuh pada suhu kamar (20 g / 200 mL air). Dengan menambahkan etanol, akan terbentuk endapan yang kemudian disaring dan dicuci dengan etanol dan eter. Endapan yang sudah dicuci dikeringkan di udara pada suhu kamar selama satu malam. Pengeringan dilanjutkan dalam oven pada suhu 80°C selama tidak kurang dari 24 jam. Pembakuan dapat dilakukan dengan larutan seng(II) klorida atau seng(II) sulfat. Beberapa indikator logam yang biasa digunakan pada titrasi ini diantaranya adalah *Erichrome Black T* (EBT) dan *murexide*.

1.2. CARA KERJA

Timbang teliti 0,3 – 0,4 g seng(II) klorida, larutkan dalam labu takar 100 mL dan encerkan sampai tepat tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam labu titrasi 250 mL, tambahkan 2 mL larutan buffer pH 10 dan sejumlah air hingga volume kira-kira 100 mL. Tambahkan sedikit padatan indikator EBT-NaCl dan kocok. Titrasi dengan larutan baku 0,01 M EDTA, sampai warna larutan berubah dari merah ke biru jelas. Ulangi titrasi ini dua atau tiga kali dan hitung konsentrasi larutan EDTA.

II. PENENTUAN KESADAHAN AIR

2.1. DISKUSI

Dalam air tanah atau air permukaan selalu terlarut sejumlah garam kalsium dan atau magnesium baik dalam bentuk garam klorida atau sulfat. Adanya garam-garam ini menyebabkan air menjadi sadah yaitu tidak dapat menghasilkan busa jika dicampurkan dengan sabun. Ukuran kesadahan air dinyatakan dalam ppm (satu per sejuta bagian CaCO_3). Dikenal tiga macam kesadahan, yaitu kesadahan total, tetap , dan sementara.

Ion magnesium(II) jika direaksikan dengan indikator EBT (rumus singkatan H_3In atau H_2In^-) menghasilkan kompleks MgIn^- yang berwarna merah. Kompleks ini kurang stabil jika dibandingkan dengan kompleks Mg-EDTA. Dengan demikian jika ke dalam larutan yang mengandung kompleks MgIn^- , ditambahkan larutan EDTA, maka ion magnesium(II) akan segera terikat pada EDTA, sedangkan ion indikator akan lepas dan kembali berwarna biru pada pH 7 – 11 . Ion kalsium(II) juga dapat bereaksi dengan EBT menghasilkan kompleks CaIn^- , tetapi kompleks ini kurang stabil jika dibandingkan dengan kompleks MgIn^- . Sebaliknya kompleks Ca-EDTA lebih stabil jika dibandingkan dengan kompleks Mg-EDTA. Ini berarti bahwa jika dalam larutan hanya terdapat ion kalsium(II), dan kemudian dititrasi dengan EDTA, maka perubahan warna akan terjadi jauh sebelum titik akhir tercapai. Untuk mengatasi kesulitan ini, maka ke dalam larutan ditambahkan sedikit ion magnesium(II) , yang akan mengikat indikator dan baru akan bereaksi dengan EDTA jika semua ion kalsium(II) telah bereaksi sempurna dengan EDTA.

2.2. CARA KERJA

2.2.1. Kesadahan total

Pipet 10 mL cuplikan air ke dalam labu titrasi, tambahkan 1 mL larutan buffer pH 10 dan sedikit padatan campuran EBT-NaCl. Kocok dengan baik, dan titrasi dengan larutan baku EDTA, sampai warna larutan berubah dari merah menjadi biru

jelas. Ulangi pengerjaan ini dua atau tiga kali. Hitung kesadahan air yang dinyatakan dalam ppm kalsium(II) oksida.

2.2.2. Kesadahan tetap

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

Dari larutan terakhir ini dipipet 10 mL ke dalam labu titrasi, tambahkan 1 mL larutan buffer pH 10, dan sedikit padatan indikator EBT-NaCl. Titrasi dengan larutan baku EDTA hingga warna larutan berubah dari merah menjadi biru jelas. Ulangi titrasi ini dua atau tiga kali. Hitung kesadahan tetap air, dinyatakan dalam ppm kalsium(II) oksida.

Kesadahan sementara : selisih antara kesadahan total dikurangi kesadahan tetap.

III. PENENTUAN NIKEL(II)

3.1. DISKUSI

Kadar nikel dalam cuplikan dapat ditentukan lewat titrasi dengan larutan baku EDTA. Dalam hal ini harus dipakai indikator murexide. Indikator ini mampu membentuk kompleks dengan ion nikel(II) yang berwarna kuning. Dalam suasana basa pH 10 – 11, titrasi dengan EDTA, menghasilkan perubahan warna menjadi biru ungu. Pembentukan kompleks nikel-EDTA berlangsung agak lambat, karena itu mendekati titik akhir penambahan larutan penitrasi dilakukan tetes demi tetes.

3.2. CARA KERJA

Timbang teliti 0,5 g sampel, larutkan dalam labu takar 100 mL dan encerkan sampai tepat tanda batas. Pipet 10 mL larutan cuplikan ke dalam labu titrasi 250 mL dan tambahkan 100 mL air bebas mineral. Tambahkan sedikit padatan indikator murexide-NaCl dan 5 mL larutan amonium klorida 1 M, kemudian larutan pekat amonia tetes demi tetes, sampai pH larutan menjadi 7 (warna kuning).

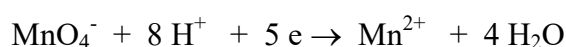
Titrasi dengan larutan baku 0,01 M EDTA sampai mendekati titik akhir titrasi. Tambah 5 mL larutan pekat amonia dan lanjutkan titrasi sampai larutan berubah warna dari kuning menjadi merah keunguan. Ulangi titrasi ini dua atau tiga kali .

PERCOBAAN-6 TITRASI REDOKS

I. PEMBAKUAN LARUTAN KALIUM PERMANGANAT

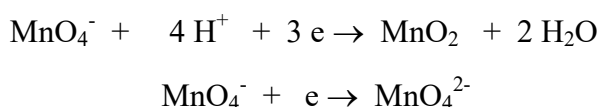
1.1. DISKUSI

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



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

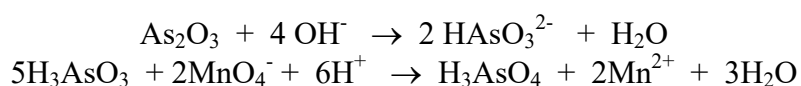
Reaksi reduksi ion permanganat juga dapat berlangsung dalam suasana netral dan basa kuat, sesuai reaksi berikut :



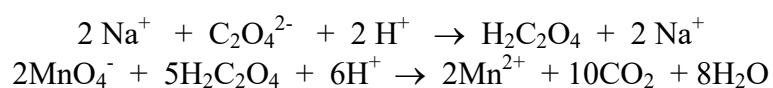
Pereaksi kalium permanganat bukan merupakan pereaksi baku primer. Sangat sukar untuk mendapatkan pereaksi ini dalam keadaan murni, bebas dari mangan(IV) oksida (mangan dioksida). Selain itu, air yang dipakai sebagai pelarut sangat mungkin masih mengandung zat pengotor lain yang dapat mereduksi permanganat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

Dengan adanya alasan-alasan tersebut, maka pembuatan larutan baku permanganat dilakukan sebagai berikut. Larutkan sejumlah (gram) pereaksi dalam air, kemudian dididihkan selama satu jam diatas penangas air. Selanjutnya disaring lewat penyaring yang bebas dari zat pereduksi, misalnya bulu kaca murni atau penyaring kaca masir. Cara lain yang dapat dipakai adalah membiarkan larutan yang telah mendidih selama 2 – 3 hari pada suhu kamar, sebelum dilakukan penyaringan. Wadah bertutupkan sumbat kaca, yang dipakai untuk menyimpan larutan, harus benar-benar bebas dari zat pengotor seperti misalnya lemak atau zat pengotor lain. Untuk keperluan ini biasanya wadah tersebut dicuci bersih memakai campuran larutan kaliumdikromat dan asam sulfat pekat, diikuti pembilasan dengan air suling. Larutan ini sebaiknya disimpan ditempat gelap, terhindar dari cahaya, karena itu sebaiknya dipakai botol berinding gelap.

Untuk membakukan larutan permanganat, dapat dipakai pereaksi arsen(III) oksida atau garam natrium(I) oksalat. Arsen(III) oksida merupakan zat baku primer yang baik untuk pembakuan larutan permanganat. Pereaksi ini stabil, tidak higroskopis dan mudah diperoleh dalam keadaan murni. Oksida ini mula-mula dilarutkan dalam basa NaOH untuk kemudian diasamkan dengan asam klorida. Dalam suasana asam direaksikan dengan larutan kalium permanganat. Reaksi ini berlangsung lambat pada suhu kamar karena itu perlu ditambahkan katalis untuk mempercepat reaksi. Katalis yang digunakan adalah kalium(I) yodida atau kalium(I) yodat. Reaksi-reaksi adalah :



Natrium(I) oksalat merupakan zat baku primer yang baik untuk membakukan larutan permanganat. Pereaksi ini mudah diperoleh dalam keadaan murni, stabil dan tidak higroskopis. Titrasi pembakuan dilakukan dalam suasana asam sulfat setelah larutan dipanaskan terlebih dulu hingga suhu 60° C untuk mempercepat reaksi. Reaksi ini dikatalisis oleh ion mangan(II) yang dihasilkan sendiri dari reaksi penguraian permanganat. Reaksi adalah sebagai berikut :



1.2. CARA KERJA

1.2.1. Metoda arsen(III) oksida

Timbang teliti 1,25 g arsen(III) oksida, larutkan dalam 5 mL 20% NaOH dan masukkan ke dalam labu takar 100 mL, kocok dengan baik dan encerkan hingga tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam erlenmeyer, tambahkan 100 mL air, 4 mL larutan pekat asam klorida dan 1 tetes larutan KI. Titrasi dengan larutan baku permanganat sampai teramati warna merah muda. Ulangi pengerjaan ini dua atau tiga kali sampai didapat harga tetap.

1.2.2. Metoda oksalat

Keringkan dengan baik sejumlah gram natrium(I) oksalat dan dinginkan dalam eksikator. Timbang teliti 0,68 g garam oksalat ini, larutkan dalam sedikit air, kemudian pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 mL, encerkan hingga tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam labu titrasi dan tambahkan 50 mL larutan 1 M asam sulfat, panaskan sampai keluar asap putih. Segera titrasi dengan larutan baku permanganat sampai teramati warna merah muda. Ulangi titrasi ini dua atau tiga kali sampai didapat harga tetap.

II. PENENTUAN KADAR Fe^{2+}

2.1. DISKUSI

Ion besi dapat ditentukan secara titrasi redoks dengan mengoksidasi Fe^{2+} menjadi Fe^{3+} oleh KMnO_2 atau $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Ion besi yang terdapat dalam bijih pada umumnya dalam bentuk Fe^{3+} sehingga harus direduksi terlebih dahulu sebelum dilakukan titrasi. Reduktor yang umum digunakan untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} adalah SnCl_2 dalam suasana asam.

2.2. CARA KERJA

Timbang teliti sampel larutkan dalam sedikit aqudest, kemudian pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 100 mL, encerkan hingga tanda batas. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam labu titrasi dan tambahkan 2 mL H_2SO_4 0,5 M dan 0,5 mL larutan SnCl_2 , panaskan sampai keluar asap putih. Segera titrasi dengan larutan baku permanganat sampai teramati warna merah muda. Ulangi titrasi ini dua atau tiga kali sampai didapat harga tetap.

CONTOH JURNAL ANALISIS KUALITATIF

Hari : Nama :
Tanggal : NIM :

I. Peralatan yang digunakan

II. Cara kerja :

1. Uji pendahuluan

a. Bentuk dan warna :
sampel mengandung ion-ion/garam

b. Kelarutan :

Dalam air : larut/tidak , jadi sampel mengandung kation/anion golongan

Dalam HCl encer/pekat : larut/tidak , jadi sampel mengandung kation/anion golongan

Dalam H₂SO₄ : larut/tidak , jadi sampel mengandung kation/anion golongan

c. Uji reaksi nyala :

Sampel mengandung kation

2. Pembuatan ekstrak soda (Pengujian Kation) :

a. sampel ditambah larutan Na₂CO₃ pekat : terbentuk/tidak terbentuk endapan
sampel mengandung kation golongan kemungkinan

b. endapan dipisahkan dari cairan dengan cara sentrifuga

c. endapan larut dalam

jadi sampel diduga mengandung kation,,

d. dst.

3. Identifikasi kation (d disesuaikan dengan) hasil pada (2)

Posedur
.....

4. Pengujian anion :

a. golongan sulfat : (prosedur).....
sampel mengandung/tidak mengandung ion sulfat

b. golongan nitrat (sda)

c. golongan klorida (sda)

5. Identifikasi anion (seperti no 3)

CONTOH LAPORAN ANALISIS KUALITATIF

Hari : Nama :
Tanggal : NIM :

Merupakan narasi contoh :

1. Berdasarkan uji pendahuluan
Sampel yang diperoleh berupa padatan yang berwarna, sehingga dapat diduga sampel mengandung, Dari uji reaksi nyala tidak dihasilkan warna nyala yang spesifik, maka sampel kemungkinan tidak mengandung ion-ion dari alkali atau alkali tanah ..dst
2. Berdasarkan identifikasi kation Hal ini sesuai dengan uji pendahuluan
3. dst.

CONTOH JURNAL ANALISIS KUANTITATIF

JUDUL

Hari : Nama :
Tanggal : NIM :

I. Prosedur percobaan (tidak dalam bentuk diagram alir)

- 1.1. Alat
- 1.2. Bahan
- 1.3 Cara kerja

II. Hasil pengamatan.

Contoh :

1. Pembakuan

Berat zat : g
Dilartukan dalam volume : mL
Dipipet : mL

Hasil titrasi : 1 2

Bacaan buret : akhir mL mL
Awal mL..... mL

2. Penentuan cuplikan

Berat zat : g
Dilartukan dalam volume : mL
Dipipet : mL

Hasil titrasi : 1 2

Bacaan buret : akhir mL mL
Awal mL..... mL

**CONTOH LAPORAN ANALISIS KUANTITATIF
JUDUL**

Hari : Nama :
Tanggal : NIM :

1. Pendahuluan

- a. Prinsip percobaan : pembakuan dan penentuan
- b. Tujuan percobaan
2. **Cara kerja/prosedur** (sesuai dengan yang dilakukan, mungkin tidak sesuai prosedur pada jurnal)

3. Hasil dan perhitungan/pengolahan data

Contoh hitungan:

1. Pembakuan

Reaksi :

Perhitungan :

Mol Na_2CO_3 dalam 100 mL = g/ g/mol = mol = mmol

Mol Na_2CO_3 dalam 10 mL = 10 mL/100 mL x mmol = mmol

Mol HCl = x mol Na_2CO_3 = x mmol = mmol

Konsentrasi HCl = mmol / mL = M

2. Penentuan Kadar Sampel

Reaksi :

Perhitungan :

Massa sampel = g

Mol HCl = mL x mmol/mL = mmol

Mol sampel = x mol HCl = x mmol = mmol

Massa sampel dalam 10 mL = mmol x mg/mmol = mg

Massa sampel dalam 100 mL = 100 mL/10 mL x mg = mg

Kadar sampel = $\{(\text{..... mg} \times 10^{-3} \text{ g/mg}) / \text{..... g sampel}\} \times 100\% = \text{..... \%}$

4. Kesimpulan : menjawab tujuan