

BUKU INFORMASI MELAKSANAKAN ANALISIS TITRIMETRI KONVENSIONAL MENGIKUTI PROSEDUR

M.749000.026.01



DAFTAR ISI

DAFTAR ISI	i
DAFTAR GAMBAR	iii
DAFTAR TABEL	iv
BAB I. PENDAHULUAN	1
A. Tujuan Umum	1
B. Tujuan Khusus	1
BAB II. MENYIAPKAN ANALISIS TITRIMETRI KONVENSIONAL	2
A. Pengetahuan yang diperlukan dalam menyiapkan analisis titrimetri konvensional.....	2
1. Penyiapan peralatan gelas, alat pelindung diri dan metode uji untuk melaksanakan analisis titrimetri.	2
2. Menyiapkan bahan kimia, sampel dan larutan standar untuk analisis titrimetri.....	11
B. Keterampilan yang diperlukan dalam menyiapkan analisis titrimetri konvensional.....	17
C. Sikap kerja yang diperlukan dalam menyiapkan analisis titrimetri konvensional.....	18
BAB III. MELAKSANAKAN TITRASI	19
A. Pengetahuan yang diperlukan dalam melaksanakan titrasi	19
B. Keterampilan yang diperlukan dalam melaksanakan titrasi.....	44
C. Sikap kerja yang diperlukan dalam melaksanakan titrasi	44
BAB IV. MELAPORKAN HASIL ANALISIS TITRIMETRI.....	45
A. Pengetahuan yang diperlukan dalam melaporkan hasil analisis titrimetri	45
1. Pencatatan data hasil titrasi	45
2. Perhitungan data hasil analisis	45
3. Pelaporan hasil analisis.....	46
B. Keterampilan yang diperlukan dalam melaporkan hasil analisis titrimetri	47

C. Sikap kerja yang diperlukan dalam melaporkan hasil analisis titrimetri	47
DAFTAR PUSTAKA.....	48
A. Buku Referensi.....	48
B. Referensi Lainnya.....	48
DAFTAR ALAT DAN BAHAN.....	49
A. Daftar Peralatan/Mesin	49
B. Daftar Bahan	49
DAFTAR PENYUSUN	50

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Jas laboratorium	5
Gambar 2. Alat Pelindung Mata <i>Safety Glasses</i>	6
Gambar 3. Alat Pelindung Mata <i>Safety goggles</i>	7
Gambar 4. Sarung tangan kain	7
Gambar 5. Sarung tangan karet	7
Gambar 6. Masker.	8
Gambar 7. Alat pelindung kaki (sepatu)	9
Gambar 8. Alat-alat titrasi	23
Gambar 9. Kurva Titik Ekuivalen Titrasi	26
Gambar 10. Perubahan Warna Sebelum dan Sesudah Titik Akhir titrasi (indikator fenolftalein)	26

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Peralatan gelas	2
Tabel 2. Indikator Asam – Basa	27

BAB I.

PENDAHULUAN

A. Tujuan Umum

Setelah mempelajari modul ini peserta diharapkan mampu melaksanakan analisis titrimetri konvensional mengikuti prosedur

B. Tujuan Khusus

Adapun tujuan mempelajari unit kompetensi melalui buku informasi melaksanakan analisis titrimetri konvensional mengikuti prosedur ini guna memfasilitasi peserta sehingga pada akhir diklat diharapkan memiliki kemampuan sebagai berikut:

1. Menyiapkan analisis titrimetri konvensional mengikuti prosedur
2. Melaksanakan analisis titrimetri konvensional mengikuti prosedur
3. Melaporkan hasil analisis titrimetri konvensional mengikuti prosedur

BAB II.

MENYIAPKAN ANALISIS TITRIMETRI KONVENSIONAL

A. Pengetahuan yang diperlukan dalam menyiapkan analisis titrimetri konvensional.

1. Penyiapan peralatan gelas, alat pelindung diri dan metode uji untuk melaksanakan analisis titrimetri.

a. Penyiapan peralatan gelas

Peralatan gelas yang digunakan dalam analisis titrimetri diantaranya adalah sebagai berikut:

Tabel 1. Peralatan gelas

No	Nama alat	Gambar	Fungsi
1.	Erlenmeyer (<i>erlenmeyer flask, Conical flask, E-flaks</i>)		Digunakan dalam proses titrasi untuk menampung larutan yang akan dititrasi
2.	Pipet ukur (<i>measuring pipette</i>)		Memindahkan sejumlah larutan dari satu wadah ke wadah lainnya dengan berbagai ukuran volume
3.	Pipet volume (<i>volume pipette</i>)		Memindahkan sejumlah larutan yang diketahui secara teliti volumenya dari satu wadah ke wadah lainnya dengan satu ukuran volume
4.	Labu ukur (<i>volumetric flask</i>)		Digunakan untuk menyiapkan larutan yang konsentrasi dan jumlahnya diketahui dengan pasti dengan keakuratan yang sangat tinggi
5.	Gelas piala/ Gelas beker (<i>gelas piala</i>)		Wadah yang digunakan untuk mengaduk, mencampur dan memanaskan cairan.

No	Nama alat	Gambar	Fungsi
6.	Pipet tetes (drop pipette)		Memindahkan sejumlah larutan yang diketahui secara teliti volumenya dari satu wadah ke wadah lainnya dalam jumlah yang sangat kecil (tetes)
7.	Corong gelas (funnel conical)		Membantu memindahkan cairan dari wadah yang satu ke wadah yang lain terutama yang bermulut kecil
8.	Gelas arloji/ Kaca arloji (watch glass)		Dapat digunakan untuk menyimpan zat padat atau pasta yang akan ditimbang
9.	<i>Pipet filler / pipette bulb</i>		Digunakan untuk menyedot larutan dengan menggunakan pipet
10.	Buret (burette)		Buret digunakan untuk mengukur volume larutan pada titrasi

Peralatan gelas, keramik dan alat penunjang kerja lainnya harus dipastikan dalam keadaan baik sebelum digunakan. Benturan pada saat pencucian dan penyimpanan dapat menyebabkan kerusakan atau retakan pada peralatan gelas. Cara sederhana untuk memastikan adanya retakan peralatan gelas adalah dengan melihat dinding alat gelas melalui cahaya matahari.

Pembersihan alat laboratorium, khususnya peralatan gelas, tidaklah mudah. Peralatan gelas harus bersih secara fisik dan kimiawi serta bersih dari kuman. Permukaan yang tampaknya tidak ada kotoran sering masih dicemari lapisan tipis yang tidak tampak.

Prosedur laboratorium menghendaki metode yang pasti mencakup pembersihan peralatan gelas yang baik untuk menjamin hasil pengujian atau pekerjaan laboratorium yang baik. Umumnya, peralatan laboratorium harus bersih secara fisik, termasuk bebas residu bahan kimia dan bebas lemak.

Peralatan gelas dibagi menjadi dua level ketelitian yaitu kelas A dan kelas B. Untuk semua peralatan gelas kelas A yang digunakan untuk mengukur cairan secara presisi, permukaan peralatan gelas harus seluruhnya terbasahkan. Cara yang baik untuk mengujinya adalah dengan mengalirkan air suling di dinding dalam peralatan gelas. Pembersihan peralatan dapat juga sekaligus digunakan untuk mencek adanya retakan, patahan atau abrasi akibat kesalahan mekanis.

b. Penyiapan alat pelindung diri yang digunakan untuk melaksanakan analisis titrimetri konvensional

Alat pelindung diri sesuai dengan istilahnya, bukan sebagai alat pencegahan kecelakaan namun berfungsi untuk memperkecil tingkat cederanya. APD harus memiliki fungsi untuk melindungi pemakainya dalam melaksanakan pekerjaan sehingga dapat mengisolasi tubuh atau bagian tubuh dari bahaya serta dapat memperkecil akibat/resiko yang mungkin timbul.

Alat pelindung diri yang telah dipilih hendaknya memenuhi ketentuan sebagai berikut:

- 1) Dapat memberikan perlindungan terhadap bahaya
- 2) Berbobot ringan
- 3) Dapat dipakai secara fleksibel (tidak membedakan jenis kelamin)
- 4) Tidak menimbulkan bahaya tambahan
- 5) Tidak mudah rusak
- 6) Memenuhi ketentuan dari standar yang ada
- 7) Pemeliharaan mudah

- 8) Penggantian suku cadang mudah
- 9) Tidak membatasi gerak
- 10) Rasa "tidak nyaman" tidak berlebihan (rasa tidak nyaman tidak mungkin hilang sama sekali, namun diharapkan masih dalam batas toleransi)

APD harus dipakai secara benar ketika kita bekerja di laboratorium terutama jika kita bekerja menggunakan bahan kimia yang berbahaya. Alas kaki seperti sandal tidak diperbolehkan dipakai di dalam laboratorium. Memakai sandal berarti membuat beberapa bagian kaki menjadi terbuka, sehingga hal ini memungkinkan kaki terkena bahan kimia berbahaya.

Berikut ini adalah fungsi dan jenis alat pelindung diri yang dapat digunakan pada saat melaksanakan analisis titrimetri:

1) Pakaian pelindung

Pakaian pelindung berfungsi untuk melindungi sebagian atau seluruh bagian badan dari bahaya temperatur panas atau dingin yang ekstrim, paparan api dan benda-benda panas, percikan bahan-bahan kimia, cairan dan logam panas, uap panas, benturan dengan mesin, peralatan dan bahan, tergores, radiasi, binatang, mikroorganisme patogen dari manusia, binatang, tumbuhan dan lingkungan seperti virus, bakteri dan jamur. Pakaian pelindung merupakan pakaian yang menutupi sebagian atau seluruh bagian badan.



Gambar 1. Jas laboratorium
Sumber : semarang.indonetwork.co.id

Untuk beberapa eksperimen biasa, cukup mengenakan jas laboratorium berlengan panjang yang terbuat dari bahan tidak mudah meleleh (disarankan dari katun atau kain campuran poliester dan katun).

Ada beberapa hal yang perlu diperhatikan ketika menggunakan jas laboratorium antara lain kancing jas laboratorium harus dalam kondisi terkancing dengan benar dan ukuran jas laboratorium pas dengan ukuran badan pemakainya. Jas lab yang baik adalah jas yang mampu melindungi sebagian besar tubuh namun tetap tidak mempersulit gerakan tubuh ketika kita bekerja.

2) Alat pelindung mata dan muka

Alat pelindung mata dan muka adalah alat pelindung yang berfungsi untuk melindungi mata dan muka dari paparan bahan kimia berbahaya, paparan partikel-partikel yang melayang di udara, percikan benda-benda kecil, panas, uap panas, dan benturan atau pukulan benda keras atau benda tajam.

Jenis alat pelindung mata dan muka terdiri atas kacamata pengaman (*spectacles*), *goggles*, tameng muka (*face shield*), serta tameng muka dan kacamata pengaman dalam kesatuan (*full face masker*).

a) *Safety Glasses*

Safety Glasses (Gambar 2) merupakan perlindungan paling minimum untuk mata ketika bekerja di dalam laboratorium dari benda-benda yang berterbangan.



Gambar 2. Alat Pelindung Mata
Safety Glasses

Sumber : knowcare.blogspot.com

b) *Safety Goggles*

Safety goggles (Gambar 3) dibutuhkan ketika bekerja di laboratorium yang terdapat kemungkinan mata terkena uap, cipratan, kabut ataupun semprotan dari zat kimia berbahaya yang bisa mengenai mata.



Gambar 3. Alat Pelindung Mata
Safety goggles

Sumber : anugrahkayublog.blogspot.com

3) Alat pelindung tangan

Pelindung tangan (sarung tangan) adalah alat pelindung yang berfungsi untuk melindungi tangan dan jari-jari tangan dari api, suhu panas, suhu dingin, bahan kimia, benturan, pukulan dan tergores, terinfeksi zat patogen (virus, bakteri) dan jasad renik. Jenis pelindung tangan terdiri dari sarung tangan yang terbuat dari kulit, kain, karet, asbes dan sarung tangan yang tahan bahan kimia.

a) Sarung tangan kain

Digunakan untuk memperkuat pegangan. Hendaknya dibiasakan bila memegang benda yang berminyak, peralatan panas atau bahan logam lainnya. Gambar 4 berikut ini memperlihatkan sarung tangan kain.



Gambar 4. Sarung tangan kain

Sumber : lazardimimipi.blogspot.com

b) Sarung tangan karet

Sarung tangan ini menjaga tangan dari bahaya terkena asam dan lain sebagainya.



Gambar 5. Sarung tangan karet

Sumber : www.alatkesehatan.id

4) Alat pelindung pernapasan

Alat pelindung pernapasan beserta perlengkapannya adalah alat pelindung yang berfungsi untuk melindungi organ pernapasan dengan cara menyalurkan udara bersih dan sehat dan/atau menyaring cemaran bahan kimia, mikroorganisme, partikel yang berupa debu, kabut (aerosol), uap, asap, gas/*fume*, dan sebagainya.

Jenis alat pelindung pernapasan dan perlengkapannya terdiri dari masker, respirator, kanister, *Re-breather*, *Airline respirator*, *Continues Air Supply Machine=Air Hose Mask Respirator*, tangki selam dan regulator (*Self-Contained Underwater Breathing Apparatus /SCUBA*), *Self-Contained Breathing Apparatus (SCBA)*, dan *emergency breathing apparatus*.



Gambar 6. Masker.

Sumber : patricksimarmatapoonya.blogspot.com

5) Alat pelindung kaki

Alat pelindung kaki berfungsi untuk melindungi kaki dari tertimpa benda berat, keras atau berbenturan dengan benda-benda berat, tertusuk benda tajam, terkena cairan panas atau dingin, uap panas, suhu yang ekstrim, terkena bahan kimia berbahaya dan jasad renik, tergelincir.

Banyak jenis sepatu keselamatan, diantaranya adalah :

- a) Sepatu latex/karet, sepatu ini tahan bahan kimia dan memberikan daya tarik extra pada permukaan licin.
- b) Sepatu buthyl, sepatu buthyl melindungi kaki terhadap ketone, aldehyde, alcohol, asam, garam, dan basa.
- c) Sepatu vinyl, tahan terhadap pelarut, asam, basa, garam, air, pelumas dan darah.
- d) Sepatu Nitrile, sepatu nitrile tahan terhadap lemak hewan, oli, dan bahan kimia.



Gambar 7. Alat pelindung kaki (sepatu)

Sumber : alatalaboratorium.com

c. **Penyiapan metode uji untuk melaksanakan analisis titrimetri konvensional**

Setiap prosedur pengujian memiliki kekhasan tertentu beserta kelemahan dan kekuatannya sendiri-sendiri. Meskipun prosedur pengujian dapat dengan mudah diperoleh dalam bahan pustaka, namun karena adanya beberapa keterbatasan dan kondisi lingkungan, seringkali hanya beberapa prosedur tertentu saja yang dapat dipakai. Keterbatasan atau kondisi setempat itu misalnya tujuan pengujian yang tidak memerlukan kecermatan tinggi, perlu dilakukan secara rutin dan cepat, biaya dan tenaga pelaksana yang minimal, keterbatasan waktu dan bahan yang ada di laboratorium, tidak adanya peralatan tertentu yang diperlukan, tidak adanya peralatan keamanan dalam penggunaan bahan kimia yang berbahaya dan sebagainya.

Pengalaman dan pengetahuan dasar pengujian sangat diperlukan bagi seseorang untuk dapat memilih prosedur yang tepat dan kemudian melaksanakannya dengan cermat. Hal-hal berikut ini mungkin dapat membantu dalam memilih prosedur yang tepat :

- a) Pengetahuan dasar komposisi suatu bahan yang akan diuji sehingga dapat dipilih prosedur yang tepat serta penyiapan bahan dan sebagainya dapat dilaksanakan sesuai dengan prosedur yang dimaksud.
- b) Tingkat ketelitian yang dikehendaki. Apabila prosedur pengujian yang lebih singkat, biaya rendah dan tingkat kecermatan yang tidak terlalu tinggi telah cukup memadai dalam mendapatkan keterangan yang diperlukan, maka tidak usah membuang waktu, tenaga dan biaya yang tak perlu untuk melaksanakan prosedur yang lebih rumit dengan kecermatan tinggi.
- c) Jumlah contoh yang tersedia. Apabila contohnya sulit didapat atau sangat mahal harganya, maka perlu dipilih prosedur yang mampu menguji contoh dalam jumlah sedikit atau kalau mungkin tanpa merusaknya meskipun mungkin memerlukan biaya atau waktu yang lebih besar.

Prosedur pengujian yang ideal sebaiknya memenuhi syarat-syarat penting berikut ini: sah, tepat, cermat, cepat, hemat, selamat, dapat diulang, khusus, andal dan mantap.

- a) Prosedur pengujian yang ideal harus sah (valid) untuk mengukur besaran tertentu. Prosedur pengujian tersebut sah apabila dalam perancangannya didasari oleh dasar-dasar ilmiah yang menurut logika sesuai untuk pengukuran yang dimaksud oleh prosedur.
- b) Prosedur pengujian harus memiliki nilai ketepatan yang tinggi. Ketepatan (akurasi) menunjukkan tingkat kebenaran angka-angka yang dihasilkan oleh prosedur tersebut. Ketepatan suatu prosedur dapat juga diartikan bahwa tingkat kesalahannya sekecil mungkin.
- c) Prosedur pengujian yang baik juga memiliki nilai kecermatan yang tinggi. Kecermatan (presisi) ini berhubungan dengan daya ukur suatu cara pengujian.

- d) Sebaiknya suatu prosedur juga cepat, artinya dapat menghasilkan suatu angka akhir dalam waktu yang pendek atau relatif hemat dalam penggunaan waktu.
- e) Prosedur juga sebaiknya hemat, tanpa harus menggunakan bahan, alat, biaya atau keterampilan yang rumit, sulit dan mahal untuk mendapatkannya.
- f) Suatu prosedur juga sebaiknya memiliki tingkat keselamatan yang tinggi sehingga tidak menyebabkan cedera atau gangguan kesehatan bagi pelaksananya, baik dalam waktu pendek maupun dalam waktu jangka panjang.
- g) Prosedur pengujian seharusnya memiliki nilai keterulangan (reproduksibilitas), yaitu cara pengujian tersebut harus dapat dipakai untuk menentukan satu hal yang sama berulang-ulang dengan hasil yang secara statistik tidak berbeda.
- h) Memiliki sifat khusus (spesifik), artinya prosedur tersebut khusus berlaku untuk pengukuran hal yang lain.
- i) Dapat diandalkan (reliabilitas) sehingga prosedur tersebut dapat dilaksanakan dalam kondisi yang tidak terlalu menuntut kondisi yang sangat tepat.
- j) Prosedur sebaiknya juga mantap (stabil) sehingga dapat dilaksanakan dalam tahapan waktu yang wajar (cukup santai) sehingga tidak harus dituntut tahapan waktu yang eksak dan kalau keadaan memaksa, penyelenggaraan prosedur tersebut dapat dilanjutkan pada waktu lain (ditunda).

2. Menyiapkan bahan kimia, sampel dan larutan standar untuk analisis titrimetri

a. Penyiapan bahan kimia untuk analisis titrimetri

Bahan kimia yang digunakan pada analisis titrimetri biasanya dibuat dalam bentuk larutan dalam berbagai jenis konsentrasi.

Cara pembuatan larutan :

1) Pelarutan zat terlarut murni

Zat kimia di laboratorium pada umumnya berupa zat padat. Larutan dibuat dengan mencampurkan zat terlarut dan pelarut dalam jumlah tertentu.

Padatan → Timbang → Gram

a) Konsentrasi Persen (% b/v)

Konsentrasi n % zat X sebanyak v L atau mL:

$$\frac{n \times v}{100} = \text{gram zat X}$$

Contoh Asam borat 2% sebanyak 100 mL

Maka asam borat ditimbang sebanyak :

$$\frac{2 \times 100 \text{ ml}}{100} = 2 \text{ gram}$$

b) Konsentrasi Molaritas (M)

Konsentrasi Molaritas zat X sebanyak v L:

$$\text{gram} = \text{BM} \times \text{M} \times \text{L}$$

Contoh NaOH 1 M sebanyak 100 mL

Maka NaOH ditimbang sebanyak :

$$\begin{aligned} \text{gram} &= \text{BM} \times \text{M} \times \text{L} \\ &= 40 \times 1 \times 0,1 \\ &= 4 \text{ gram} \end{aligned}$$

c) Konsentrasi Normalitas (N)

Konsentrasi Normalitas zat X sebanyak v L:

$$\text{gram} = \text{BE} \times \text{M} \times \text{L}$$

Contoh NaOH 1 M sebanyak 100 mL

Maka NaOH ditimbang sebanyak :

$$\begin{aligned} \text{gram} &= \text{BE} \times \text{M} \times \text{L} \\ &= 40/1 \times 1 \times 0,1 \\ &= 4 \text{ gram} \end{aligned}$$

2) Pengenceran larutan pekat

Pengenceran menyebabkan volume dan kenormalan (N) atau kemolaran (M) berubah tetapi jumlah mol zat terlarut tidak berubah. Larutan yang mengandung sedikit zat terlarut disebut larutan encer (*dilute*)

Larutan yang mengandung banyak zat terlarut disebut larutan pekat (*concentrated*)

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

V_1 = Volume larutan encer yang akan dibuat, mL atau L

N_1 = Konsentrasi larutan encer yang dibuat, dalam konsentrasi %, M atau N

V_2 = Volume larutan yang dicari (larutan pekat yang akan diencerkan), mL atau L

N_2 = Konsentrasi larutan stok (larutan pekat yang akan diencerkan), dalam konsentrasi %, M atau N

Catatan :

N pada pengenceran larutan pekat tidak selalu dalam konsentrasi normalitas. N dapat juga berarti konsentrasi molaritas dan persen.

Contoh :

Larutan HCl 0,01 N sebanyak 100 mL dari HCl 0,1 N

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$100 \text{ mL} \times 0,01 \text{ N} = V_2 \times 0,1 \text{ N}$$

$$V_2 = 10 \text{ mL}$$

Larutan asam pekat biasanya berasap (mudah menguap) dan sangat korosif. Karena itu pembuatan larutan pekat harus dilakukan dalam lemari asam dan dikerjakan dengan hati-hati dengan mengikuti aturan keselamatan.

Berbahaya menambahkan air ke dalam asam pekat karena massa jenis asam pekat lebih besar daripada air dan pencampuran air dan asam pekat bersifat eksoterm. Banyak kalor yang akan dibebaskan sehingga penambahan air secara mendadak akan memercikan asam pekat tersebut.

3) Penyiapan Larutan Indikator

Biasanya larutan indikator untuk persediaan mengandung 0,5 – 1 gram indikator per liter pelarut. Jika zat itu dapat larut dalam air, misalnya garam natrium maka pelarutnya adalah air. Selain air pelarut yang sering digunakan adalah etanol 70 -90 persen. Beberapa contoh indikator diantaranya adalah metil jingga, metil merah, fenolftalein, timolftalein dan lain-lain. Untuk kasus tertentu diperlukan suatu perubahan warna yang tajam pada satu jangka pH yang sempit dan terpilih, hal tersebut tidak mudah terlihat bila menggunakan indikator asam-basa yang biasa karena perubahan warna merentang sepanjang dua satuan pH. Untuk keperluan tersebut digunakan campuran indikator yang sesuai, sehingga nilai pK'_In keduanya berada dekat satu sama lain dan warna-warna yang bertindihan adalah komplementer pada suatu nilai pH pertengahan. Contoh campuran indikator dan kegunaannya adalah campuran timol biru dan kresol merah yang digunakan untuk menitrasi karbonat ke tahap hidrogen karbonat. Indikator berubah warna dari kuning menjadi violet pada pH 8,3.

Untuk titrasi asam lemah dengan basa lemah atau sebaliknya, penggunaan indikator asam basa tidak menghasilkan suatu perubahan warna yang jelas. Untuk titrasi-titrasi tersebut harus digunakan cara-cara instrumental, seperti konduktometri (adalah dengan cara mengukur nilai hantaran listrik larutan) atau potensiometri (adalah dengan cara mengukur nilai potensial atau volt larutan).

b. Penyiapan sampel uji untuk analisis titrimetri

Sampel uji untuk analisis titrimetri biasanya dalam bentuk larutan, oleh karena itu sampel yang berbentuk padat harus dilarutkan terlebih dahulu dalam pelarut yang sesuai dengan karakteristik sampel dan jenis analisis titrimetri yang dipilih.

Beberapa perlakuan awal yang dilakukan terhadap sampel uji sebelum dilakukan titrasi dapat dilakukan diantaranya adalah: pelarutan, penyaringan atau pemanasan.

c. Penyiapan larutan standar untuk analisis titrimetri

Larutan standar adalah larutan yang konsentrasinya diketahui dengan tepat, mengandung bobot yang diketahui dalam suatu volume tertentu larutan. Bila pereaksi yang digunakan dalam bentuk padatan maka beratnya harus diketahui dengan tepat. Dan bila pereaksi yang digunakan dalam bentuk larutan maka volume dan konsentrasinya harus diketahui dengan tepat.

Standardisasi adalah suatu usaha untuk menentukan konsentrasi yang tepat suatu larutan baku. Penentuan konsentrasi larutan baku dapat dilakukan dengan dua cara yaitu :

- 1) Metoda langsung, sejumlah tepat zat padat murni secara kuantitatif dilarutkan di dalam suatu pelarut, sehingga diperoleh volume total secara tepat (dengan menggunakan labu ukur)
- 2) Metoda tidak langsung, konsentrasi yang tepat dari larutan yang dibuat dengan melarutkan sejumlah kurang lebih zat padat di dalam suatu pelarut diketahui dengan proses standardisasi

Larutan standar terdiri atas :

- 1) Larutan Standar Primer yaitu larutan standar yang konsentrasinya dapat langsung diketahui dari berat bahan yang sangat murni dan stabil yang dilarutkan dan volume larutannya diketahui.

Idealnya kita harus memulai dengan larutan standar primer. Larutan standar primer dibuat dengan melarutkan zat dengan kemurnian yang tinggi (standar primer) yang diketahui dengan tepat beratnya dalam suatu larutan yang diketahui dengan tepat volumenya. Apabila titran tidak cukup murni, maka perlu distandardisasi dengan standar primer.

- 2) Larutan Standar Sekunder yaitu larutan standar yang konsentrasinya tidak diketahui dengan pasti karena bahan yang digunakan untuk membuat larutan tersebut memiliki kemurnian yang rendah dan kurang stabil. Standar yang tidak termasuk standar primer dikelompokkan sebagai standar sekunder, contohnya NaOH, karena NaOH tidak cukup murni (mengandung air, natrium karbonat dan logam-logam tertentu) untuk digunakan sebagai larutan standar, maka perlu distandardisasi dengan asam yang merupakan standar primer misal : kalium hidrogen ftalat, asam oksalat dan lain-lain.

Syarat larutan standar primer :

- 1) Kemurnian tinggi atau mudah dimurnikan (misalnya dengan dikeringkan) dan mudah dipertahankan dalam keadaan murni
- 2) Zat harus mudah diperoleh (tersedia dengan mudah)
- 3) Zat harus tidak berubah dalam udara selama penimbangan (stabil terhadap udara)
- 4) Zat mempunyai berat ekuivalen yang tinggi
- 5) Zat mudah larut dalam air

Jika suatu reagensia tersedia dalam keadaan murni, suatu larutan dengan normalitas tertentu disiapkan hanya dengan menimbang satu ekuivalen atau kelipatan dari satu ekuivalen, melarutkannya dalam pelarut, biasanya air dan mengencerkan larutan sampai volume yang diketahui. Pada prakteknya lebih mudah untuk menyiapkan larutan standar tersebut lebih pekat dari pada yang diperlukan, kemudian mengencerkannya dengan air suling sampai diperoleh normalitas yang dikehendaki.

Jika N_1 adalah normalitas yang diinginkan, V_1 Volume setelah pengenceran, N_2 normalitas yang tersedia dan V_2 volume larutan pekat yang diencerkan maka : $V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$

Beberapa contoh zat yang dapat diperoleh dalam keadaan kemurnian tinggi, sehingga cocok untuk larutan standar primer diantaranya adalah: natrium karbonat, kalium hidrogenftalat, asam benzoat, natrium tetraborat, asam sulfamat, kalium hidrogen iodat, natrium oksalat, perak, natrium klorida, kalium klorida, iod, kalium bromat, kalium iodat, kalium dikromat dan arsen (II) oksida.

Bila reagensia tidak tersedia dalam bentuk murni misalnya hidroksida alkali dan beberapa asam anorganik, maka mula-mula siapkan larutan dengan normalitas mendekati yang diperlukan kemudian larutan tersebut harus distandarkan dengan cara titrasi terhadap larutan zat murni yang konsentrasinya diketahui, dengan demikian kesalahan titrasi dan sesatan-sesatan lain akan dikurangi atau saling menghapuskan satu sama lain. Beberapa contoh larutan standar sekunder yang harus distandarkan terhadap larutan standar primer diantaranya adalah: larutan asam klorida, natrium hidroksida, kalium hidroksida, barium hidroksida, kalium permanganat, amonium tiosianat, kalium tiosianat dan natrium tiosulfat.

B. Keterampilan yang diperlukan dalam menyiapkan analisis titrimetri konvensional

1. Menyiapkan peralatan, alat pelindung diri dan metode uji untuk melaksanakan analisis titrimetri konvensional
2. Menyiapkan bahan kimia, sampel uji dan larutan standar untuk analisis titrimetri

C. Sikap kerja yang diperlukan dalam menyiapkan analisis titrimetri konvensional

Harus bersikap secara:

1. Cermat dan teliti dalam menyiapkan peralatan gelas, alat pelindung diri dan metode uji untuk melaksanakan analisis titrimetri konvensional
2. Cermat dalam menyiapkan bahan kimia, sampel uji dan larutan standar untuk analisis titrimetri

BAB III.

MELAKSANAKAN TITRASI

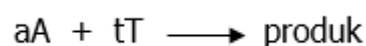
A. Pengetahuan yang diperlukan dalam melaksanakan titrasi

Analisis Titrimetri adalah analisa kuantitatif dengan mereaksikan suatu zat yang dianalisis dengan larutan baku (standar) yang telah diketahui konsentrasinya secara teliti, dan reaksi antara zat yang dianalisis dan larutan standar tersebut berlangsung secara kuantitatif.

Titrimetri didasarkan pada pengukuran volume titran yang bereaksi sempurna dengan analit. Titran merupakan zat yang digunakan untuk mentitrasi. Analit adalah zat yang akan ditentukan konsentrasi atau kadarnya. Larutan standar merupakan larutan yang telah diketahui konsentrasinya. Untuk mengetahui kapan harus berhenti menambahkan titran, maka digunakan indikator yang akan bereaksi dengan titran yang berlebih dan ditandai dengan perubahan warna. Perubahan warna ini bisa terjadi setelah reaksi berlangsung sempurna.

Dalam proses titrasi pada saat dimana indikator berubah warnanya disebut titik akhir titrasi. Titik ekuivalen adalah saat reaksi berlangsung sempurna. Titik ekuivalen sukar diamati oleh mata, yang dapat diamati mata adalah titik akhir titrasi. Tentu saja diharapkan bahwa titik akhir ini sedekat mungkin dengan titik ekuivalen. Pemilihan indikator yang tepat merupakan salah satu aspek penting dalam metoda titrimetri agar kedua titik (titik ekuivalen dan titik akhir titrasi) sama atau hampir sama. Titrasi merupakan suatu metode untuk menentukan kadar suatu zat dengan menggunakan zat lain yang sudah diketahui konsentrasinya.

Analisa titrimetri merupakan satu bagian utama kimia analisis dan perhitungannya berdasarkan hubungan stoikiometri sederhana dari reaksi-reaksi kimia.



dimana a molekul analit A, bereaksi dengan t molekul reagensia T. Reagensia T disebut titran, ditambahkan sedikit-demi sedikit, biasanya dari dalam buret dalam bentuk larutan yang konsentrasinya telah diketahui dengan cara standarisasi. Penambahan titran diteruskan sampai jumlah T yang secara kimia setara dengan A, maka dikatakan telah tercapai titik ekuivalensi dari titrasi itu. Untuk mengetahui kapan penambahan titran itu harus dihentikan, digunakanlah suatu zat yang disebut indikator yang dapat menunjukkan perubahan warna ketika titran berlebih. Perubahan warna ini bisa tepat atau tidak tepat pada titik ekuivalensi. Saat indikator berubah warna disebut titik akhir titrasi, idealnya titik akhir titrasi sedekat mungkin dengan titik ekuivalen sehingga pemilihan indikator yang tepat merupakan salah satu aspek yang penting dalam analisis Volumetri (Titrimetri) untuk mendekati kedua titik tersebut.

Istilah-Istilah Dalam Analisis Titrimetri

Larutan baku (standar) adalah larutan yang telah diketahui konsentrasinya secara teliti dan biasanya dinyatakan dalam satuan N (normalitas) atau M (molaritas). *Indikator* adalah zat yang ditambahkan untuk menunjukkan titik akhir titrasi telah dicapai. Umumnya indikator yang digunakan adalah indikator azo (contohnya metil jingga digunakan untuk titrasi asam basa) dengan warna yang spesifik pada berbagai perubahan pH. *Titik ekuivalen* adalah titik dimana terjadi kesetaraan reaksi secara stoikiometri antara zat yang dianalisis dan larutan standar. *Titik akhir titrasi* adalah saat terjadi perubahan warna pada indikator yang dianggap sama dengan titik ekuivalen reaksi antara zat yang dianalisis dan larutan standar.

Bobot ekuivalen adalah bobot satu ekuivalen suatu zat dalam gram.

Persamaan :

$$BE = \frac{BM}{\text{Ekivalensi}}$$

Keterangan :

BE = Bobot/Berat ekuivalen

BM = Bobot/Berat molekul

Ekivalensi = Jumlah mol ion hidrogen, elektron, atau kation

univalent (memiliki satu valensi) yang diberikan atau diikat oleh zat yang bereaksi.

Jika suatu asam A dititrasi dengan basa B sampai netral dan volume asam dan basa adalah V_A dan V_B dan karena kedua larutan mengandung jumlah gram ekuivalen yang sama maka :

$$V_A \times \text{normalitas A} = V_B \times \text{normalitas B}$$

$$V_A \times N_A = V_B \times N_B$$

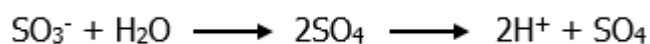
Bobot ekuivalen suatu senyawa ditentukan oleh reaksi yang terjadi, yang digunakan sebagai dasar untuk suatu titrasi, didefinisikan sebagai berikut:

1. Asam-basa.

Bobot ekuivalen suatu asam atau basa adalah bobot yang mengandung 1,008 gram hidrogen yang dapat digantikan (atau ekuivalen seperti gugus hidroksil) dengan kata lain bobot ekuivalen adalah bobot dalam gram (dari) suatu zat yang diperlukan untuk memberikan atau bereaksi dengan 1 mol. Jadi bobot ekuivalen asam klorida dan natrium hidroksida adalah sama dengan bobot molekulnya karena mengandung 1 mol H^+ dan 1 mol OH^- sedangkan untuk asam sulfat dan asam oksalat yang mengandung 2 hidrogen yang dapat digantikan adalah sama dengan setengah bobot molekulnya.

Contoh 1.

Hitunglah bobot ekuivalen SO_3 yang digunakan sebagai asam dalam larutan air, asam ini akan memberikan dua proton



Karena 1 mol SO_3 berkewajiban memberikan 2 mol H^+ , maka :

$$BE \text{ SO}_4 = \frac{BMSO_3}{\text{ekivalensi}} = \frac{80.06}{2} = 40.03 \text{ g/ek}$$

2. Redoks

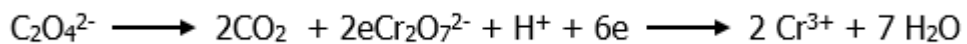
Bobot ekuivalen adalah bobot dalam gram (dari) suatu zat yang diperlukan untuk memberikan atau bereaksi dengan 1 mol elektron.

Contoh 2.

Hitunglah bobot ekuivalen $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, zat pereduksi, dan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, zat pengoksid, dalam reaksi berikut:



Banyaknya elektron yang diperoleh atau diberikan dapat ditetapkan dari perubahan bilangan oksidasi atau $\frac{1}{2}$ reaksinya adalah:



Ion oksalat memberikan dua elektron dan ion dikromat memperoleh enam elektron, maka:

$$\text{BE Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \frac{\text{BM}}{\text{ekivalensi}} = \frac{134}{2} = 67.00 \text{ g/ek}$$

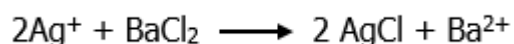
$$\text{BE K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \frac{\text{BM}}{\text{ekivalensi}} = \frac{294.2}{6} = 49.03 \text{ g/ek}$$

3. Pengendapan atau pembentukan kompleks

Bobot gram-ekuivalen adalah bobot dalam gram (dari) zat itu yang diperlukan untuk memberikan atau bereaksi dengan 1 mol kation univalen, $\frac{1}{2}$ mol kation divalen, $\frac{1}{3}$ kation trivalen dan seterusnya

Contoh 3.

Hitunglah bobot ekuivalen AgNO_3 dan BaCl_2 dalam reaksi



Satu mol perak nitrat memberikan 1 mol kation univalen, Ag^+ ; 1 mol BaCl_2 bereaksi dengan 2 mol Ag^+ , karena itu:

$$\text{BE AgNO}_3 = \frac{\text{BM}}{\text{ekivalensi}} = \frac{169.9}{1} = 169.9 \text{ g/ek}$$

$$\text{BE BaCl}_2 = \frac{\text{BM}}{\text{ekivalensi}} = \frac{208.2}{2} = 104.1$$

Suatu larutan normalitas (Larutan 1 N) adalah suatu larutan yang mengandung satu gram ekuivalen senyawa per liter larutan.

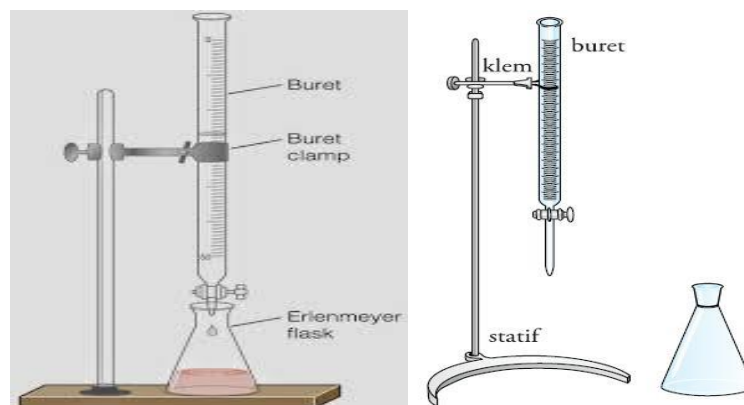
Syarat Reaksi Yang Harus Dipenuhi Dalam Analisis Titrimetri

1. Reaksi harus berjalan sesuai dengan suatu persamaan reaksi tertentu. Tidak boleh ada reaksi samping yang mengganggu perubahan warna.
2. Harus ada perubahan yang terlihat pada saat titik ekuivalen tercapai, baik secara kimia maupun fisika.
3. Harus ada indikator yang cocok untuk menentukan titik akhir titrasi, jika reaksi tidak menunjukkan perubahan kimia atau fisika. Indikator potensiometrik dapat digunakan pula.
4. Reaksi harus berlangsung cepat, sehingga titrasi dapat dilakukan dalam beberapa menit.

Tahapan melaksanakan analisis titrimetri adalah sebagai berikut :

1. Merangkai peralatan titrasi

Peralatan yang akan dipergunakan pada titrasi selain perlu diperhatikan kebersihan dan keberfungsian, juga ada beberapa peralatan yang perlu dipersiapkan/dirangkai sebelum digunakan pada pelaksanaan titrasi diantaranya adalah buret. Buret yang akan digunakan titrasi harus ditempatkan pada statif menggunakan klem sehingga posisinya tegak lurus. Berikut gambar contoh rangkaian peralatan untuk melaksanakan titrasi.



Gambar 8. Alat-alat titrasi
Sumber: www.google.co.id

2. Menyiapkan larutan standar

Larutan standar yang digunakan untuk titrasi biasanya adalah larutan standar sekunder yang telah distandarisasi oleh larutan standar primer, sehingga larutan standar sekunder ini disebut juga sebagai larutan kerja

Untuk pekerjaan-pekerjaan yang bersifat rutin, sebagai penitrasi sampel asam biasanya dipakai larutan NaOH yang merupakan larutan standar sekunder, sedangkan untuk menitrasi larutan sampel basa digunakan larutan HCl yang juga larutan sekunder. Larutan-larutan NaOH dan HCl disebut sebagai "larutan kerja" (working solution) yang harus distandarisasi oleh larutan-larutan standar primernya masing-masing. Konsentrasi-konsentrasi larutan yang digunakan umumnya sekitar 0,1000 N atau 0,1000 M.

3. Melaksanakan titrasi

Pada penentuan Konsentrasi Sampel, sampel yang akan dianalisis disiapkan dalam bentuk larutan kemudian dipipet dengan teliti menggunakan pipet volume sejumlah tertentu untuk selanjutnya dititrasi oleh larutan standar sekunder dengan menggunakan indikator yang sesuai sehingga dapat ditentukan titik akhir titrasi dengan jelas. Konsentrasi sampel dapat ditentukan dengan menggunakan rumus $V_1N_1 = V_2N_2$ dimana V_1 adalah volume larutan sampel yang dipipet, N_1 konsentrasi larutan sampel yang dicari, V_2 volume larutan standar sekunder dari titrasi dan N_2 adalah konsentrasi larutan standar sekunder.

Jenis-jenis titrasi

Berdasarkan reaksi kimia yang berperan sebagai dasar dalam analisis titrimetri dikelompokkan dalam empat jenis, yaitu ;

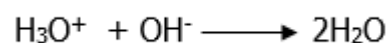
1. Reaksi Asam-basa
2. Reaksi Oksidasi – Reduksi
3. Reaksi Pengendapan
4. Reaksi Pembentukan Kompleks

Berdasarkan cara titrasinya, titrimetri dikelompokkan menjadi:

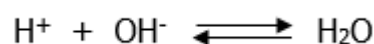
1. Titrasi langsung. Cara ini dilakukan dengan melakukan titrasi langsung terhadap zat yang akan ditentukan konsentrasinya.
2. Titrasi tidak langsung. Cara ini dilakukan dengan cara penambahan titran dalam jumlah berlebihan, kemudian kelebihan titran dititrasi dengan titran lain, volume titrasi yang didapat menunjukkan jumlah ekuivalen dari kelebihan titran, sehingga diperlukan titrasi blanko.

1. Analisis Titrimetri Berdasarkan Reaksi Asam Basa (Netralisasi)

Titrasi didasarkan pada reaksi netralisasi proton (asam) oleh ion hidroksil (basa) atau sebaliknya :



Asidimetri dan alkalimetri termasuk reaksi netralisasi yakni reaksi antara ion hidrogen yang berasal dari asam dengan ion hidroksida yang berasal dari basa untuk menghasilkan air yang bersifat netral. Netralisasi dapat juga dikatakan sebagai reaksi antara donor proton (asam) dengan penerima proton(basa).

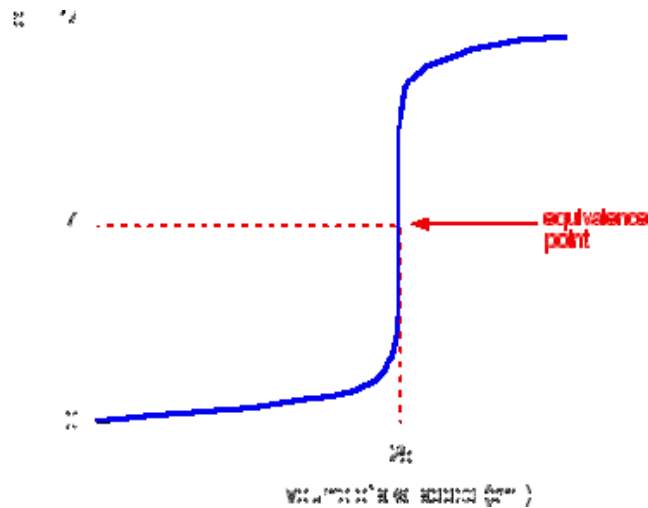


Asidimetri merupakan penentuan konsentrasi secara kuantitatif terhadap senyawa-senyawa yang bersifat basa dengan menggunakan larutan standar asam, sebaliknya alkalimetri adalah penetapan kadar senyawa-senyawa yang bersifat asam dengan menggunakan larutan standar basa.

Cara Menentukan Titik Ekuivalensi (TE)

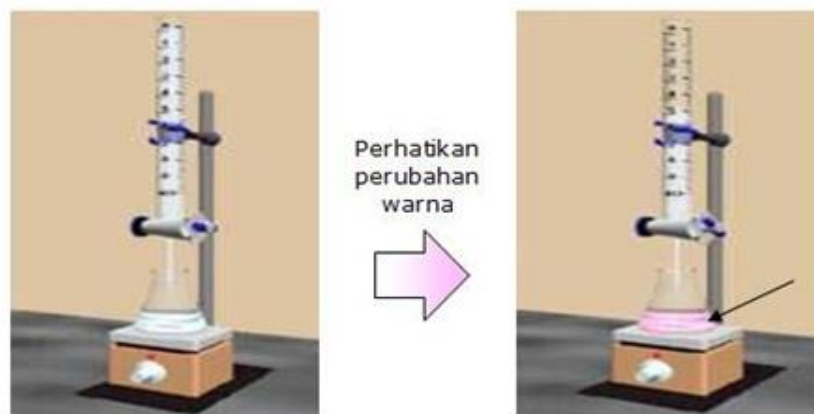
Ada dua cara untuk menentukan Titik Ekuivalen (TE) pada titrasi asam basa.

- a. Memakai pH meter untuk memonitor perubahan pH selama titrasi berlangsung, kemudian membuat plot antara pH (sumbu Y) dengan volume titran (sumbu X) untuk memperoleh kurva titrasi.



Gambar 9. Kurva Titik Ekuivalen Titrasi
Sumber : <http://martinoloth.file.wordpress.com>

- b. Memakai indikator asam basa. Indikator ditambahkan ke dalam labu erlenmeyer yang berisi larutan yang dititrasi sebelum proses titrasi dilakukan. Indikator ini akan berubah warna ketika titik ekuivalen telah terlewati, pada saat indikator mulai berubah warna inilah titik akhir titrasi maka proses titrasi kita hentikan.



Gambar 10. Perubahan Warna Sebelum dan Sesudah Titik Akhir titrasi (indikator fenolftalein)

Pada umumnya cara kedua dipilih disebabkan kemudahan pengamatan, tidak diperlukan alat tambahan, dan sangat praktis. Untuk memperoleh ketepatan hasil titrasi maka titik akhir titrasi dipilih sedekat mungkin dengan titik ekuivalen, hal ini dapat dilakukan dengan memilih indikator yang tepat dan sesuai dengan titrasi yang akan dilakukan. Keadaan dimana titrasi dihentikan dengan cara melihat perubahan warna indikator disebut sebagai "titik akhir titrasi" atau sering disingkat TA titrasi.

Jenis-jenis Titrasi Asam-Basa terdiri dari :

- a. Asam Kuat dengan Basa Kuat
- b. Asam Kuat dengan Basa Lemah
- c. Asam Lemah dengan Basa Lemah
- d. Asam Lemah dengan Basa Kuat

Asam kuat dan Basa kuat terdisosiasi sempurna dalam air, sehingga pH pada berbagai titik selama titrasi dapat dihitung langsung dari kuantitas stoikiometri asam dan basa yang bereaksi. Perubahan besar pada pH selama titrasi digunakan untuk menentukan kapan titik kesetaraan itu dicapai. Untuk menentukan titik akhir titrasi digunakan indikator. Banyak asam dan basa organik lemah yang bentuk ion dan bentuk tak terdisosiasinya menunjukkan warna yang berlainan. Berikut adalah daftar indikator beserta perubahan warnanya pada rentang pH tertentu.

Tabel 2. Indikator Asam – Basa

Nama Indikator	Warna Asam	Warna Basa	pH
Timol biru	Merah	Kuning	1,3 – 3,0
Metil jingga	Merah	Kuning	2,9 – 4,0
Metil kuning	Merah	Kuning jingga	3,1 – 4,4
Brom fenolbiru	Kuning	Pink	3,0 – 4,6
Brom kresol Hijau	Kuning	Biru	4,8 – 5,4
Metil merah	Merah	Kuning	4,2 – 6,2
Brom timolbiru	Kuning	Biru	6,0 – 7,6
Fenol merah	Kuning	Merah	6,4 – 8,0
Fenolftalein	Tidak berwarna	Pink	8,0 – 10,0
Timolftalein	Tidak berwarna	Biru	8,3 – 10,5

Untuk titrasi asam lemah dengan basa lemah indikator asam basa tidak menghasilkan suatu perubahan warna yang jelas. Untuk titrasi-titrasi tersebut harus digunakan cara-cara instrumental, seperti konduktometri (adalah dengan cara mengukur nilai hantaran listrik larutan) atau potensiometri (adalah dengan cara mengukur nilai potensial volt larutan).

Untuk pekerjaan-pekerjaan yang bersifat rutin, sebagai penitrasi sampel asam biasanya dipakai larutan NaOH yang merupakan larutan standar sekunder, sedangkan untuk menitrasi larutan sampel basa digunakan larutan HCl yang juga larutan sekunder. Larutan-larutan NaOH dan HCl disebut sebagai "larutan kerja" (working solution) yang harus distandarisasi oleh larutan-larutan standar primernya masing-masing. Konsentrasi-konsentrasi larutan yang digunakan umumnya sekitar 0,1000 N atau 0,1000 M.

2. Analisis Titrimetri Berdasarkan Reaksi Pengendapan

Titration Pengendapan adalah titration yang berdasarkan pembentukan endapan atau kekeruhan. Perak nitrat (AgNO_3) adalah bahan kimia yang paling banyak digunakan sebagai senyawa pengendap yang digunakan dalam titration ini sehingga titration pengendapan dikenal juga sebagai titration argentometri. Senyawa lainnya yang dapat digunakan sebagai senyawa pengendap dalam titration adalah merkuri (II), Hg_2^{2+} sehingga titration yang menggunakan senyawa tersebut dikenal sebagai metode titration merkurometri (titration pengendapan yang menggunakan Hg^{2+} sebagai pentiter dan dapat dipakai untuk menentukan klorida)

Argentometri merupakan metode umum untuk menetapkan kadar halogenida dan senyawa-senyawa lain yang membentuk endapan dengan perak nitrat (AgNO_3) pada suasana tertentu. Metode argentometri disebut juga dengan metode pengendapan karena pada argentometri memerlukan pembentukan senyawa yang relatif tidak larut atau endapan.

Beberapa metode dalam titration argentometri berdasarkan penentuan titik akhir titration, yaitu :

- a. metode Guy Lussac (cara kekeruhan)
- b. metode Mohr (pembentukan endapan berwarna pada titik akhir)
- c. metode Fajans (adsorpsi indikator pada endapan)
- d. metode Volhard (terbentuknya kompleks berwarna yang larut pada titik akhir).

Titik Akhir Titrasi Pengendapan

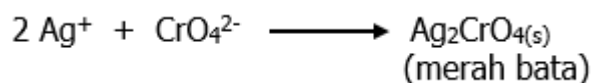
Penentuan titik akhir titrasi dapat dilakukan dengan cara-cara sebagai berikut:

a. Cara Guy Lussac

Pada cara ini tidak digunakan indikator untuk penentuan titik akhir karena sifat dari endapan AgX yang membentuk larutan koloid bila ada ion sejenis yang berlebih. AgX tidak mengendap melainkan berupa kekeruhan yang homogen. Menjelang titik ekuivalen (1 % sebelum setara) akan terjadi koagulasi dari larutan koloid tersebut, karena muatan ion pelindungnya tidak kuat lagi untuk menahan penggumpalan. Dalam keadaan ini didapat endapan AgX yang berupa endapan kurdi (gumpalan) dengan larutan induk yang jernih. Titik akhir titrasi dicapai bila setetes pentiter yang ditambahkan tidak lagi memberikan kekeruhan.

b. Cara Mohr

Cara Mohr digunakan untuk penetapan kadar klorida dan bromida (Cl^- dan Br^-). Sebagai indikator digunakan larutan kalium kromat, dimana pada titik akhir titrasi terjadi reaksi :



Suasana larutan harus netral, yaitu sekitar 6,5 – 10. Bila $\text{pH} > 10$ akan terbentuk endapan AgOH yang akan terurai menjadi Ag_2O , sedangkan apabila $\text{pH} < 6,5$ (asam), ion kromat akan bereaksi dengan H^+ menjadi $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ dengan persamaan reaksi :



Penurunan konsentrasi CrO_4^{2-} menyebabkan diperlukannya penambahan AgNO_3 yang lebih banyak untuk membentuk endapan Ag_2CrO_4 , sehingga kesalahan titrasi makin besar. Ion perak tidak dapat dititrasi langsung dengan klorida dengan memakai indikator CrO_4^{2-} karena Ag_2CrO_4 pada dekat titik ekuivalen sangat sukar berdisosiasi (sangat lambat),

maka sebaiknya dilakukan dengan cara penambahan klorida berlebih dan kelebihan klorida dititrasi dengan AgNO_3 dengan menggunakan indikator kromat.

Selama titrasi Mohr, larutan harus diaduk dengan baik. Bila tidak, maka secara lokal akan terjadi kelebihan titrant yang menyebabkan indikator mengendap sebelum titik ekuivalen tercapai, dan dioklusi oleh endapan AgCl yang terbentuk kemudian akibatnya titik akhir menjadi tidak tajam.

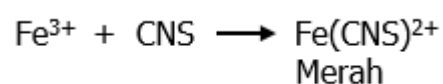
Gangguan pada titrasi ini antara lain disebabkan oleh:

- 1) Ion yang akan mengendap lebih dulu dari AgCl , misalnya: F^- , Br^- , CNS^- .
- 2) Ion yang membentuk kompleks dengan Ag^+ , misalnya: CN^- , NH_3 diatas pH 7.
- 3) Ion yang membentuk kompleks dengan Cl^- , misalnya: Hg^{2+} .
- 4) Kation yang mengendapkan kromat, misalnya: Ba^{2+} .

Hal yang harus dihindari: cahaya matahari langsung atau sinar neon karena larutan perak nitrat peka terhadap cahaya (reduksi fotokimia).

c. Cara Volhard

Pada cara ini larutan garam perak dititrasi dengan larutan garam tiosianat di dalam suasana asam, sebagai indikator digunakan larutan gram feri (Fe^{3+}), sehingga membentuk senyawa kompleks feritiosianat yang berwarna merah.



Cara ini dapat dipakai untuk penentuan kadar klorida, bromida, iodida dan tiosianat, pada larutan tersebut ditambahkan larutan AgNO_3 berlebih, kemudian kelebihan AgNO_3 dititrasi kembali dengan larutan tiosianat. Suasana asam diperlukan untuk mencegah terjadinya hidrolisa ion Fe^{3+} .

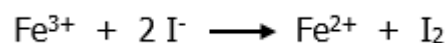
Pada penentuan Cl^- secara tidak langsung terdapat kesalahan yang cukup besar, karena AgCl lebih mudah larut daripada AgCNS ($K_{sp} \text{AgCl} = 1,2 \times 10^{-10}$; $K_{sp} \text{AgCNS} = 1,2 \times 10^{-12}$) jadi AgCl yang terbentuk cenderung larut kembali menurut persamaan reaksi :



Karena $K_{sp} \text{AgCl} > K_{sp} \text{AgCNS}$, reaksi di atas cenderung bergeser ke kanan, jadi CNS^- tidak hanya dipakai untuk kelebihan Ag^+ , tetapi juga oleh endapan AgCl sendiri. Reaksi ini dapat dicegah dengan cara :

- 1) Menyaring endapan AgCl yang terbentuk, filtrat dengan air pencuci dititrasi dengan larutan baku CNS^-
- 2) Endapan AgCl dikoagulasi, sehingga suhu jadi kurang reaktif, dengan cara mendidihkan kemudian campuran didinginkan dan dititrasi.
- 3) Dengan penambahan nitrobenzen atau eter sebelum dilakukan titrasi kembali dengan larutan baku CNS .

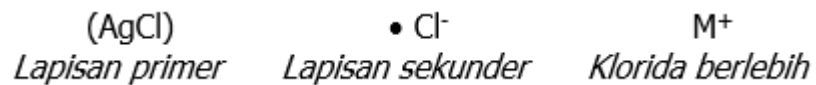
Pada penentuan bromida dan iodida cara tidak langsung tidak menyebabkan gangguan karena $K_{sp} \text{AgBr}$ hampir sama dengan $K_{sp} \text{AgCNS}$, sedangkan $K_{sp} \text{AgI}$ lebih besar daripada $K_{sp} \text{AgCNS}$, tetapi penambahan indikator Fe^{3+} harus dilakukan setelah penambahan AgNO_3 berlebih, untuk menghindari reaksi:



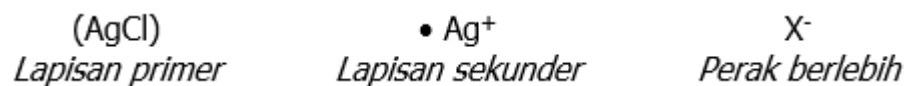
d. Cara Fajans

Pada cara ini, untuk mengetahui titik akhir titrasi digunakan indikator adsorpsi, yaitu apabila suatu senyawa organik berwarna diserap pada permukaan suatu endapan, perubahan struktur organik mungkin terjadi, dan warnanya sebagian besar kemungkinan telah berubah atau lebih jelas. Mekanismenya sebagai berikut: jika perak nitrat ditambahkan kepada suatu larutan natrium klorida, maka partikel perak klorida yang terbagi halus cenderung menahan pada permukaannya (menyerap) beberapa ion klorida berlebih yang ada di dalam larutan.

Ion klorida membentuk lapisan primer sehingga partikel koloidal perak klorida bermuatan negatif. Partikel-partikel negatif ini kemudian berkecenderungan menarik ion-ion positif dari larutan untuk membentuk suatu lapisan adsorpsi sekunder yang melekat kurang erat:



Jika penambahan perak nitrat berlangsung terus menerus sampai ion-ion perak menjadi berlebih, maka ion-ion ini akan mengusir ion-ion klorida di dalam lapisan primer. Partikelnya kemudian menjadi bermuatan positif dan anion di dalam larutan ditarik untuk membentuk lapisan sekunder.



Senyawa organik yang sering digunakan sebagai indikator adsorpsi adalah fluoresein (HFI), anion FI^- tidak diserap oleh perak klorida koloidal selama ion klorida ada berlebih, akan tetapi apabila ion perak dalam keadaan berlebih, ion FI^- dapat ditarik kepermukaan partikel bermuatan positif seperti :



Endapan yang dihasilkan berwarna merah muda dan warna ini cukup kuat untuk dijadikan sebagai indikator visual.

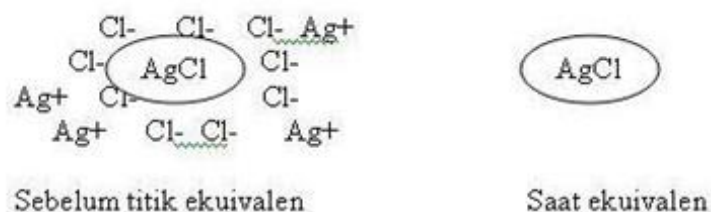
Karena penyerapan terjadi pada permukaan, dalam titrasi ini diusahakan agar permukaan endapan itu seluas mungkin upaya perubahan warna yang tampak sejelas mungkin, maka endapan harus berukuran koloid. Penyerapan terjadi apabila endapan yang koloid itu bermuatan positif, dengan perkataan lain setelah sedikit kelebihan titrant (ion Ag^+).

Pada tahap-tahap pertama dalam titrasi, endapan terdapat dalam lingkungan dimana masih ada kelebihan ion X^- dibanding dengan Ag^+ ; maka endapan menyerap ion-ion X^- sehingga butiran-butiran koloid menjadi bermuatan negatif. Karena muatan FI^- juga negatif, maka FI^- tidak dapat ditarik atau diserap oleh butiran-butiran koloid tersebut.

Makin lanjut titrasi dilakukan, makin kurang kelebihan ion X^- menjelang titik ekuivalen, ion X^- yang terserap endapan akan lepas kembali karena bereaksi dengan titrant yang ditambah saat itu, sehingga muatan koloid makin berkurang negatif. Pada titik ekuivalen tidak ada kelebihan X^- maupun Ag^+ ; jadi koloid menjadi netral. Setetes titrant kemudian menyebabkan kelebihan Ag^+ . Ion-ion Ag^+ ini diserap oleh koloid yang menjadi positif dan selanjutnya dapat menarik ion Fl^- dan menyebabkan warna endapan berubah mendadak menjadi merah muda. Pada waktu bersamaan sering juga terjadi penggumpalan koloid, maka larutan yang tadinya berwarna keruh juga menjadi jernih atau lebih jernih. Fluoresein sendiri dalam larutan berwarna hijau kuning, sehingga titik akhir dalam titrasi ini diketahui berdasar ketiga macam perubahan diatas, yakni :

- 1) Endapan yang semula putih menjadi merah muda dan endapan kelihatan menggumpal.
- 2) Larutan yang semula keruh menjadi lebih jernih.
- 3) Larutan yang semula kuning hijau hampir tidak berwarna lagi.

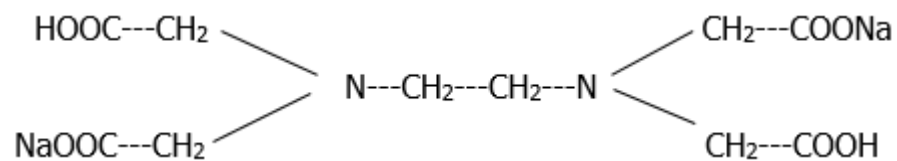
Kesulitan dalam menggunakan indikator adsorpsi ialah banyak diantara zat warna tersebut membuat endapan perak menjadi peka terhadap cahaya (*fotosensifitas*) dan menyebabkan endapan terurai. Titrasi menggunakan indikator adsorpsi biasanya cepat, dan akurat. Sebaliknya penerapannya agak terbatas karena memerlukan endapan berbentuk koloid yang juga harus dengan cepat. (Harjadi,W,1990)



3. Analisis Titrimetri Berdasarkan Reaksi Pembentukan Senyawa Kompleks

Kompleksometri merupakan jenis titrasi dimana titran (larutan pentitrasi) dan titrat (larutan yang dititrasi) saling mengkompleks, membentuk hasil berupa senyawa kompleks.

Titrasi kompleksometri adalah titrasi berdasarkan pembentukan senyawa kompleks antara kation (ion logam) dengan zat pembentuk kompleks (ligan). Salah satu zat pembentuk kompleks yang banyak digunakan dalam titrasi kompleksometri adalah garam dinatrium etilendiamina tetraasetat (dinatrium EDTA) yang mempunyai rumus bangun sebagai berikut :



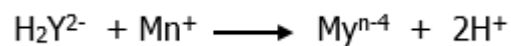
Karena selama titrasi terjadi reaksi pelepasan ion H^+ maka larutan yang akan dititrasi perlu ditambah larutan bufer. Suatu EDTA dapat membentuk senyawa kompleks yang mantap dengan sejumlah besar ion logam sehingga EDTA merupakan ligan yang tidak selektif. Dalam larutan yang agak asam, dapat terjadi protonasi parsial EDTA tanpa pemecahan sempurna kompleks logam, yang menghasilkan spesies seperti Cu HY . Ternyata bila terdapat beberapa ion logam yang ada dalam larutan tersebut maka titrasi dengan EDTA akan menunjukkan jumlah semua ion logam yang ada dalam larutan tersebut (Harjadi, 1993).

Prinsip dan dasar reaksi penentuan ion-ion logam secara titrasi kompleksometri umumnya digunakan komplekson III (EDTA) sebagai zat pembentuk kompleks khelat, dimana EDTA bereaksi dengan ion logam yang polivalen (.....) seperti Al^{+3} , Bi^{+3} , Ca^{2+} , dan Cu^{2+} membentuk senyawa atau kompleks khelat yang stabil dan larut dalam air.

Faktor-faktor yang membuat EDTA dapat digunakan sebagai pereaksi pada titrasi kompleksometri antara lain:

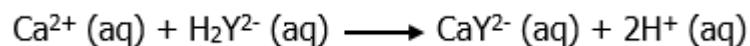
- Selalu membentuk kompleks ketika direaksikan dengan ion logam.
- Kestabilannya dalam membentuk khelat sangat konstan sehingga reaksi berjalan sempurna (kecuali dengan logam alkali).
- Dapat bereaksi cepat dengan banyak jenis ion logam (telah dikembangkan indikatornya secara khusus).
- Mudah diperoleh bahan baku primernya dan dapat digunakan baik sebagai bahan yang dianalisis maupun sebagai bahan untuk standarisasi.
- Selektivitas kompleks dapat diatur dengan pengendalian pH, misalnya Mg, Ca, Cr, dan Ba dapat dititrasi pada pH = 11.

Reaksi pembentukan kompleks dengan ion logam adalah :



H_2Y^{2-} = EDTA

M adalah kation (logam)



Jenis-jenis Ligan

- Unidentat

Ligan yang mempunyai 1 gugus donor pasangan elektron bebas. Contoh: NH_3 , CN.

- Bidentat

Ligan yang mempunyai 2 gugus donor pasangan elektron bebas. Contoh: Etilendiamin.

- Polidentat

Ligan yang mempunyai banyak gugus donor pasangan elektron bebas. Contoh : asam etilendiamintetraasetat (EDTA).

Larutan Na_2EDTA merupakan larutan standar sekunder sehingga harus distandarisasi dengan larutan standar primer misalnya larutan Zn^{2+} (dari logam Zn atau garam $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) atau Mg^{2+} .

Titik Akhir Titrasi Kompleksometri

Penentuan titik akhir titrasi kompleksometri dapat dilakukan dengan cara sebagai berikut :

a. Cara Visual

Sebagai indikator digunakan jenis indikator logam seperti : Eriochrom Black T (EBT), Murexide, Xylenol Orange, Dithizon, Asam sulfosalisilat.

b. Cara Instrumen

Untuk menentukan titik akhir titrasi digunakan instrumen fotometer atau potensiometer.

Indikator Pada Titrasi Kompleksometri

Sebagian besar titrasi kompleksometri mempergunakan indikator yang juga bertindak sebagai pengompleks dan tentu saja kompleks logamnya mempunyai warna yang berbeda dengan pengompleksnya sendiri, Indikator demikian disebut indikator metalokromat (indikator logam).

Ada lima syarat suatu indikator logam dapat digunakan pada pendeteksian visual dari titik akhir titrasi yaitu:

- a. Reaksi warna harus sedemikian sehingga sebelum titik akhir, bila hampir semua ion logam telah berkompleks dengan EDTA, larutan akan berwarna kuat.
- b. Reaksi warna haruslah spesifik (khusus), atau sedikitnya selektif.
- c. Kompleks-indikator logam harus memiliki kestabilan yang cukup agar diperoleh perubahan warna yang tajam.
- d. Kompleks - indikator logam harus kurang stabil dibanding kompleks logam - EDTA untuk menjamin agar pada titik akhir titrasi, EDTA memindahkan ion-ion logam dari kompleks-indikator logam ke kompleks logam-EDTA harus tajam dan cepat.
- e. Kontras warna antara indikator bebas dan kompleks - indikator logam harus sedemikian sehingga mudah diamati. Indikator harus sangat pekat terhadap ion logam sehingga perubahan warna sedekat mungkin dengan titik ekuivalen.

Beberapa indikator logam diantaranya adalah:

a. *Eriokrom Black T (EBT)*

Indikator ini peka terhadap perubahan kadar logam dan pH larutan. Pada pH 8 -10 senyawa ini berwarna biru dan kompleksnya berwarna merah anggur. Pada pH 5 senyawa itu sendiri berwarna merah, sehingga titik akhir sukar diamati, demikian juga pada pH 12. Umumnya titrasi dengan indikator ini dilakukan pada pH 10.

b. Jingga xilenol

Indikator ini berwarna kuning sitrun dalam suasana asam dan merah dalam suasana alkali. Kompleks logam-jingga xilenol berwarna merah, karena itu digunakan pada titrasi dalam suasana asam.

c. Biru Hidroksi Naftol

Indikator ini memberikan warna merah sampai lembayung pada daerah pH 12 –13 dan menjadi biru jernih.

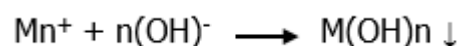
Pengaruh pH pada titrasi kompleksometri

a. Suasana terlalu asam

Proton yang dibebaskan pada reaksi yang terjadi dapat mempengaruhi pH, dimana jika H⁺ yang dilepaskan terlalu tinggi, maka hal tersebut dapat terdisosiasi sehingga kesetimbangan pembentukan kompleks dapat bergeser ke kiri, karena terganggu oleh suasana system titrasi yang terlalu asam. Pencegahannya yaitu dengan menambahkan larutan buffer pada saat titrasi untuk mempertahankan pH yang diinginkan.

b. Suasana terlalu basa

Bila pH system titrasi terlalu basa, maka kemungkinan akan terbentuk endapan hidroksida dari logam yang bereaksi.



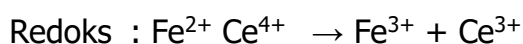
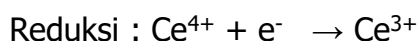
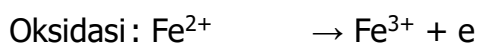
Sehingga jika pH terlalu basa, maka reaksi kesetimbangan akan bergeser ke kanan, sehingga pada suasana basa yang banyak akan terbentuk endapan.

Contoh aplikasi titrasi kompleksometri :

Kandungan utama dalam batu kapur adalah kalsium karbonat (CaCO_3), begitu pula pada kulit telur, penyusun utamanya adalah kalsium karbonat (CaCO_3). Untuk mengetahui konsentrasi kalsium karbonat dapat dilakukan analisa dengan menggunakan metode titrasi pembentukan kompleks. Ion kalsium seperti halnya banyak ion-ion logam lain dapat membentuk senyawa kompleks dengan EDTA (etilen diamin tetra asetat). EDTA adalah senyawa asam berbasa empat yang secara sederhana sering ditulis sebagai H_4Y . Di dalam larutan senyawa ini terdisosiasi menjadi beberapa spesi (H_4Y , H_3Y^- , H_2Y^{2-} , HY^{3-} , Y^{4-}) dengan komposisi yang bergantung pada nilai pH larutan. Pada titrasi pembentukan senyawa kompleks, ion-ion logam bereaksi dengan spesi Y^{4-} karena spesi ini paling basa dibanding dengan spesi lainnya.

Analisis titrimetri berdasarkan reaksi reduksi oksidasi

Oksidasi adalah pelepasan satu atau lebih elektron dari suatu atom, ion atau molekul. Sedang reduksi adalah penangkapan satu atau lebih elektron oleh suatu atom, ion atau molekul. Pelepasan elektron disebut oksidasi sedangkan pengikatan elektron disebut reduksi.



Pada reaksi redoks jumlah elektron yang dilepaskan oleh reduktor selalu sama dengan jumlah elektron yang diikat oleh oksidator. Hal ini analog dengan reaksi asam basa, dimana proton yang dilepaskan oleh asam dan proton yang diikat oleh basa juga selalu sama. Oleh karena elektron tidak tampak pada keseluruhan reaksi maka penulisan reaksi lebih mudah bila dipisahkan menjadi dua bagian yaitu bagian oksidasi dan bagian reduksi, masing-masing dikenal sebagai setengah reaksi.

Titrasi reduksi oksidasi adalah titrasi penentuan konsentrasi oksidator oleh reduktor atau sebaliknya. Reaksinya merupakan reaksi serah terima elektron, yaitu elektron diberikan oleh pereduksi (proses oksidasi) dan diterima oleh pengoksidasi (proses reduksi).

Indikator titrasi reduksi-oksidasi

Reaksi redoks secara luas digunakan dalam analisa titrimetri dari zat-zat anorganik maupun organik. Untuk menetapkan titik akhir titrasi redoks dapat dilakukan secara potensiometri atau dengan bantuan indikator. Indikator yang digunakan pada penentuan titik akhir titrasi redoks adalah:

a. Warna dari pereaksinya sendiri (auto Indikator)

Apabila pereaksinya sudah memiliki warna yang kuat, kemudian warna tersebut hilang atau berubah bila direaksikan dengan zat lain maka pereaksi tersebut dapat bertindak sebagai indikator. Contoh : KMnO_4 berwarna ungu, bila direduksi berubah menjadi ion Mn^{2+} yang tidak berwarna atau larutan I_2 yang berwarna kuning coklat dan titik akhir titrasi diketahui dari hilangnya warna kuning, perubahan ini dipertajam dengan penambahan larutan amilum.

b. Indikator Redoks

Indikator redoks adalah indikator yang dalam bentuk oksidasinya berbeda dengan warna dalam bentuk reduksinya. Contohnya Difenilamin dan Difenilbensidina, indikator ini sukar larut di dalam air, pada penggunaannya dilarutkan dalam asam sulfat pekat.

c. Indikator Eksternal

Indikator eksternal dipergunakan apabila indikator internal tidak ada. Contoh, Ferrisianida untuk penentuan ion ferro memberikan warna biru.

d. Indikator Spesifik

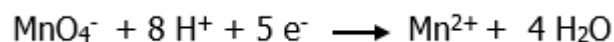
Indikator spesifik adalah zat yang bereaksi secara khas dengan salah satu pereaksi dalam titrasi menghasilkan warna. Contoh : amilum membentuk warna biru dengan iodium atau tiosianat membentuk warna merah dengan ion ferri.

Jenis titrasi reduksi-oksidasi

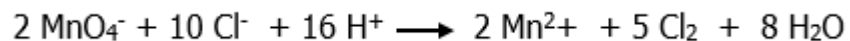
Berdasarkan sifat larutan bakunya maka jenis titrasi redoks terdiri dari oksidimetri dan reduksimetri. Oksidimetri adalah metode titrasi redoks dengan larutan baku yang bersifat sebagai oksidator berdasarkan jenis oksidatornya maka oksidimetri dibagi menjadi yaitu :

a. Permanganometri,

Permanganometri adalah penetapan kadar zat berdasar atas reaksi oksidasi reduksi dengan KMnO_4 mengalami reduksi. Dalam suasana asam reaksi dapat dituliskan sebagai berikut:



Dengan demikian berat ekivalennya seperlima dari berat molekulnya atau 31,606. Asam sulfat merupakan asam yang paling cocok karena tidak bereaksi dengan permanganat. Sedangkan dengan asam klorida terjadi reaksi sebagai berikut:



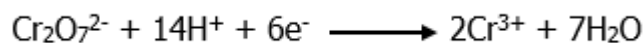
Untuk larutan tidak berwarna, tidak perlu menggunakan indikator, karena 0,01 ml kalium permanganat 0,1 N dalam 100 ml larutan telah dapat dilihat warna ungunya. Untuk memperjelas titik akhir dapat ditambahkan indikator redoks seperti ferroin, asam N-fenil antranilat.

Kebanyakan titrasi dilakukan dengan cara langsung untuk ion atau molekul yang dapat dioksidasi seperti Fe^+ , asam atau garam oksalat. Beberapa ion logam yang tidak dioksidasi dapat dititrasi secara tidak langsung dengan permanganometri seperti:

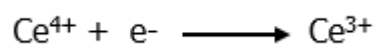
- 1) Ion-ion Ca, Ba, Sr, Pb, Zn, dan Hg (II) yang dapat diendapkan sebagai oksalat. Setelah endapan disaring dan dicuci dilarutkan dalam H_2SO_4 berlebih sehingga terbentuk asam oksalat secara kuantitatif. Asam oksalat inilah akhirnya dititrasi dan hasil titrasi dapat dihitung banyaknya ion logam yang bersangkutan.

2) Ion-ion Ba dan Pb dapat pula diendapkan sebagai garam khromat. Setelah disaring, dicuci, dan dilarutkan dengan asam, ditambahkan pula larutan baku FeSO_4 berlebih. Sebagian Fe^{2+} dioksidasi oleh khromat tersebut dan sisanya dapat ditentukan banyaknya dengan menitrasinya dengan KMnO_4 .

- b. Dikhrometri, larutan baku yang digunakan adalah larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, titrasi dalam suasana asam $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ mengalami reduksi.



Serimetri, larutan baku yang digunakan adalah larutan $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ reaksi reduksi yang dialaminya adalah :



- c. Iodimetri

Dalam kebanyakan titrasi langsung dengan iod (iodimetri), digunakan suatu larutan iodium dalam kalium iodida dan karena itu spesi reaktifnya adalah ion triiodida (I_3^-). Untuk tepatnya semua persamaan yang melibatkan reaksi-reaksi iodium seharusnya ditulis dengan I_3^- dan bukan I_2 , misalnya:



Reaksi diatas lebih akurat dari pada :



namun demi kesederhanaan untuk selanjutnya penulisan larutan iodium dengan menggunakan I_2 bukan dengan I_3 .

Iodimetri merupakan titrasi langsung dengan baku iodium terhadap senyawa dengan potensial oksidasi yang lebih rendah,

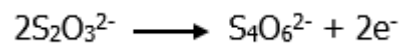
Satu tetes larutan iodium 0,1 N dalam 100 ml air memberikan warna kuning pucat. Untuk menaikkan kepekaan titik akhir dapat digunakan indikator kanji. Penyusun utama kanji adalah amilosa dan amilopektin.

Amilosa dengan iodium membentuk warna biru, sedangkan amilopektin membentuk warna merah. Sebagai indikator dapat pula digunakan karbon tetraklorida. Adanya iodium dalam lapisan organik menimbulkan warna ungu.

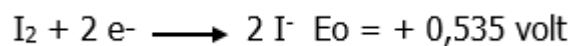
Reduksimetri adalah metode titrasi redoks dengan larutan baku yang bersifat sebagai reduktor dan beberapa metode reduksimetri yang dikenal diantaranya adalah:

a. Iodometri

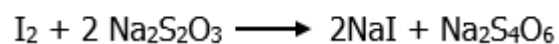
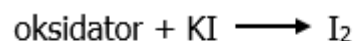
Pada iodometri larutan baku yang digunakan adalah larutan Natrium tiosulfat yang pada titrasinya mengalami oksidasi.



Iodida merupakan oksidator yang relatif lemah. Oksidasi potensial sistem iodium iodida ini dapat dituliskan sebagai reaksi berikut ini :

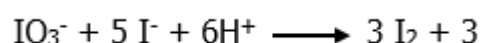


Iodometri merupakan titrasi tidak langsung, metode ini diterapkan terhadap senyawa dengan potensial oksidasi yang lebih besar dari sistem iodium iodida. Iodium yang bebas dititrasi dengan natrium tiosulfat. Pada Iodometri, sampel yang bersifat oksidator direduksi dengan kalium iodida berlebih dan akan menghasilkan iodium yang selanjutnya dititrasi dengan larutan baku tiosulfat. Banyaknya volume tiosulfat yang digunakan sebagai titran setara dengan iod yang dihasilkan dan setara dengan banyaknya sampel. Prinsip penetapannya yaitu bila zat uji (oksidator) mula-mula direaksikan dengan ion iodida berlebih, kemudian iodium yang terbentuk dititrasi dengan larutan tiosulfat. Reaksinya :

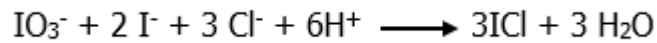


b. Iodatometri

Kalium Iodat merupakan oksidator yang kuat. Dalam kondisi tertentu kalium Iodat dapat bereaksi secara kuantitatif dengan iodida atau Iodium. Dalam larutan yang tidak terlalu asam, reaksi Iodat dengan garam Iodium, seperti kalium iodida, akan berhenti jika Iodat telah tereduksi menjadi Iodium.



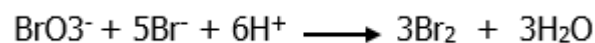
I₂ yang terbentuk dapat dititrasi dengan natrium tiosulfat baku. Jika konsentrasi asamnya tinggi yaitu lebih dari 4 N, Iodium yang terbentuk pada reaksi diatas akan dioksidasi oleh Iodat menjadi ion Iodium. Konsentrasi ion klorida yang tinggi menyebabkan terbentuknya Iodium monoklorida yang stabil terhadap hidrolisis karena adanya asam klorida.



Pada reaksi ini untuk mengamati titik akhir titrasi, reaksi dapat digunakan kloroform atau karbon tetraklorida. Pada awal titrasi timbul Iodium sehingga larutan kloroform berwarna ungu. Pada titrasi selanjutnya Iodium yang terbentuk akan dioksidasi lagi menjadi I⁻ dan warna lapisan kloroform menjadi hilang.

c. Titrasi Bromatometri

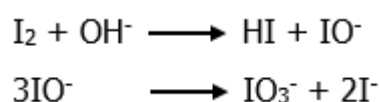
Bromatometri adalah titrasi reduksi-oksidasi dimana larutan KBrO₃ digunakan sebagai larutan pentitrasi (titran). KBrO₃ dalam suasana asam reaksinya sebagai berikut:



Dengan penambahan KBr, KBrO₃ akan mengoksidasi KBr menjadi Br₂. Br₂ dapat dikenali dari warnanya yang kuning, tetapi dapat juga dikenal dengan indikator azo misalnya metil merah atau metil jingga. Di dalam suasana asam indikator ini berwarna merah yang kemudian diuraikan oleh Br₂ menjadi kuning pucat. Perubahan warna tidak reversible karena indikator dirusak oleh Br₂.

Persyaratan Tingkat Keasaman (pH) pada titrasi reduksi-oksidasi

Pada metode iodimetri dan iodometri, larutan harus dijaga supaya pH larutan lebih kecil dari 8 karena dalam larutan alkali iodium bereaksi dengan hidroksida (OH⁻) menghasilkan ion hipiodit yang pada akhirnya menghasilkan ion iodat menurut reaksi :



Sehingga apabila ini terjadi maka potensial oksidasinya lebih besar daripada iodium akibatnya akan mengoksidasi tiosulfat ($S_2O_3^{2-}$) tapi juga menghasilkan sulfat (SO_4^{2-}) sehingga menyulitkan perhitungan stoikiometri (reaksi berjalan tidak kuantitatif). Oleh karena itu, pada metode iodometri tidak pernah dilakukan dalam larutan basa kuat. Zat organik dapat dioksidasi dengan $KMnO_4$ dalam suasana asam dengan pemanasan. Sisa $KMnO_4$ direduksi dengan asam oksalat berlebih. Kelebihan asam oksalat dititrasi kembali dengan $KMnO_4$.

B. Keterampilan yang diperlukan dalam melaksanakan titrasi

1. Merangkai peralatan titrasi sesuai prosedur
2. Melaksanakan proses titrasi

C. Sikap kerja yang diperlukan dalam melaksanakan titrasi

Harus bersikap secara:

1. Cermat dalam merangkai peralatan titrasi
2. Cermat dan teliti disiplin dalam melaksanakan proses titrasi

BAB IV.

MELAPORKAN HASIL ANALISIS TITRIMETRI

A. Pengetahuan yang diperlukan dalam melaporkan hasil analisis titrimetri

1. Pencatatan data hasil titrasi

Proses pencatatan data hasil analisa merupakan hal yang sangat penting untuk menghasilkan hasil analisa yang akurat dan valid. Pada proses pencatatan data ini juga harus diperhatikan kelengkapan data yang dicatat serta dipastikan tidak ada kesalahan dalam pencatatannya. Pada proses titrasi data-data yang harus dicatat diantaranya adalah jumlah sampel yang dianalisa bisa dalam satuan berat (gram/mg) atau satuan volume (L/mL), volume titrasi, faktor pengenceran (jika dilakukan pengenceran), konsentrasi larutan standar dan massa ekivalennya.

Berikut contoh tabel pencatatan data hasil titrasi

Titrasi ke	Massa/Volume sampel	Volume titrasi	Konsentrasi larutan standar	Massa Molekul / Berat Ekuivalen
1				
2				

2. Perhitungan data hasil analisis

Sampel yang akan dianalisis disiapkan dalam bentuk larutan kemudian dipipet dengan teliti menggunakan pipet volume sejumlah tertentu untuk selanjutnya dititrasi oleh larutan standar sekunder dengan menggunakan indikator yang sesuai sehingga dapat ditentukan titik akhir titrasi dengan jelas. Sehingga secara umum konsentrasi sampel dapat ditentukan dengan menggunakan rumus perhitungan sebagai berikut:

$$V_1N_1 = V_2N_2$$

Dimana:

V_1 adalah volume larutan sampel yang dipipet

N_1 adalah konsentrasi larutan sampel yang dicari

V_2 adalah volume larutan standar sekunder dari titrasi

N_2 adalah konsentrasi larutan standar sekunder.

Kadar suatu zat yang terkandung dalam suatu sampel dapat dinyatakan dengan beberapa satuan, antara lain:

- Persen bobot per bobot (% b/b), artinya jumlah gram zat dalam 100 gram larutan atau campuran
- Persen bobot per volume (% b/v), artinya jumlah gram zat dalam 100 ml larutan atau campuran
- Konsentrasi Molar atau molaritas yang dilambangkan dengan M. Molaritas adalah jumlah mol zat terlarut dalam 1 liter larutan.

$$\text{Molaritas (M)} = \frac{\text{mol zat terlarut}}{\text{liter larutan}}$$

- Konsentrasi Normalitas (N) yaitu jumlah mol ekuivalen zat terlarut dalam 1 liter larutan.

$$\text{Normalitas (N)} = \frac{\text{mol ekuivalen}}{\text{liter larutan}}$$

3. Pelaporan hasil analisis

Setelah melaksanakan titrasi dan diperoleh data hasil analisis, langkah selanjutnya adalah melaporkan hasil analisis tersebut dalam bentuk laporan/sertifikat hasil pengujian.

Laporan/Sertifikat hasil pengujian tersebut pada umumnya menerangkan nomer sertifikat, pemberi order, alamat pemberi order, tanggal penerimaan, jenis pengujian, keterangan contoh, tanggal sertifikat, kode contoh, nilai, satuan hasil, jenis pengujian dan metode pengujian. Untuk menyimpulkan apakah produk yang diuji memenuhi standar produk maka dilengkapi dengan persyaratan mutu produk apabila pemberi order menghendaki.

Standar mutu produk digunakan untuk menyimpulkan apakah produk hasil pengujian memenuhi persyaratan mutu. Dengan demikian dapat dipastikan kesesuaian / ketidakesesuaian (*conformity / nonconformity*) terhadap produk yang diuji tersebut. Apabila produk yang diuji diberlakukan SNI wajib maka laboratorium harus memilih SNI wajib tersebut sebagai acuan untuk menentukan kesesuaian produk.

B. Keterampilan yang diperlukan dalam melaporkan hasil analisis titrimetri

1. Mencatat data hasil titrasi sesuai prosedur
2. Menghitung data hasil analisis sesuai prosedur
3. Membuat laporan hasil analisis titrimetri sesuai prosedur

C. Sikap kerja yang diperlukan dalam melaporkan hasil analisis titrimetri

Harus bersikap secara:

1. Teliti dalam mencatat data hasil titrasi
2. Teliti dalam menghitung data hasil analisis
3. Teliti dalam melaporkan hasil analisis

DAFTAR PUSTAKA

A. Buku Referensi

1. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta
2. Keenan, A. Hadyana Pudjaatmaja, PH. CL, 1992, *Kimia Untuk Universitas*, Jilid 1, Erlangga, Bandung.
3. Petrucci, H. Ralph, Suminar, 1989, *Kimia Dasar*, Edisi Ke-4 Jilid 1, Erlangga, Jakarta
4. Vogel, 1985, *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro*, Edisi V, diterjemahkan oleh: Setiono & Pudjaatmaka, PT Kalman Media Pustaka, Jakarta
5. Teni Rodiani, 2015, *Bahan Ajar Diklat PKB Analisis Titrimetri*, PPPPTK Pertanian, Cianjur

B. Referensi Lainnya

1. <http://martinoloth.file.wordpress.com>
2. patricksimarmatapoonya.blogspot.com
3. www.google.co.id
4. lazardimimipi.blogspot.com
5. alatalatlaboratorium.com
6. semarang.indonetwork.co.id
7. lazardimimipi.blogspot.com
8. knowcare.blogspot.com

DAFTAR ALAT DAN BAHAN

A. Daftar Peralatan/Mesin

No.	Nama Peralatan/Mesin	Keterangan
1.	Buret	Untuk setiap peserta
2.	Pipet volume	Untuk setiap peserta
3.	Erlenmeyer	Untuk setiap peserta
4.	Beaker glass	Untuk setiap peserta
5.	Pipet tetes	Untuk setiap peserta
6.	Pipet ukur	Untuk setiap peserta
7.	Corong kaca	Untuk setiap peserta
8.	Ball pipet/pipet filler	Untuk setiap peserta
9.	Statif & klem	Untuk setiap peserta
10.	Neraca Analitik	1 untuk 5 peserta

B. Daftar Bahan

No.	Nama Bahan	Keterangan
1.	Larutan pereaksi	Setiap peserta
2.	Larutan standar	
3.	Larutan indikator	
4.	Larutan sampel	
5.		

DAFTAR PENYUSUN

No.	Nama	Profesi
1.	..	1. Instruktur ... 2. Asesor ... 3. Anggota ...