

MAKALAH
Pengembangan Media Pembelajaran Kimia



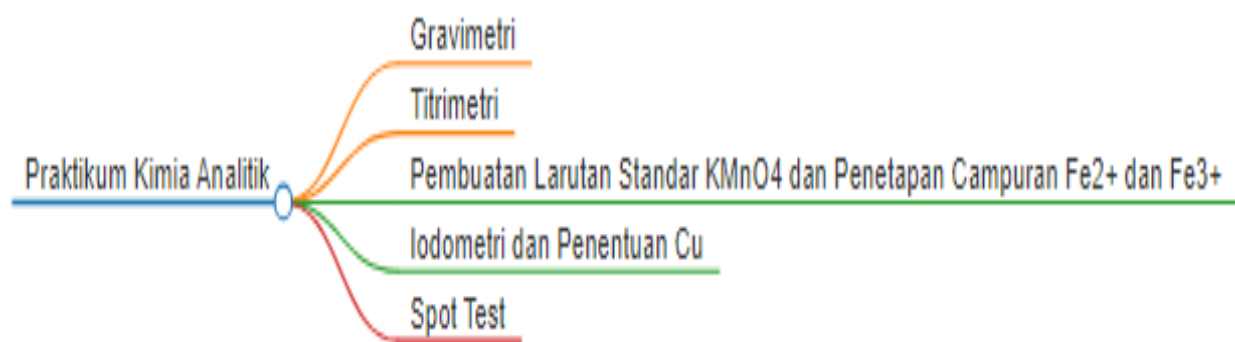
Disusun Oleh:

KELOMPOK 3

- 1. Hadariah (210105511008)**
- 2. Idil Muftih (210105511007)**
- 3. Jihanda Sriva Intan (210105512007)**

PRODI PENDIDIKAN KIMIA JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU
PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS NEGERI
MAKASSAR
2023/2024

PETA KONSEP



GRAVIMETRI

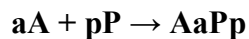
1.1. Pendahuluan

Analisis gravimetri atau analisis kuantitatif berdasarkan bobot, yaitu dimana suatu proses isolasi serta penimbangan suatu unsur atau senyawa tertentu dari unsur tersebut dalam bentuk yang sempurna mungkin. Bagian terbesar dari penentuan secara analisis gravimetri meliputi transformasi unsur atau radikal senyawa murni stabil yang dapat segera diubah menjadi bentuk yang dapat di timbang dengan teliti. Lalu, bobot unsur atau radikal senyawa itu dengan mudah dapat dihitung dari pengetahuan tentang rumus senyawanya serta bobot atom unsur-unsur penyusunannya (konstituennya).

Gravimetri merupakan metode analisis kuantitatif yang didasarkan pada pengukuran massa atau perubahan masa. Massa atau perubahan massa diukur melalui penimbangan hasil reaksi setelah analit direaksikan dengan reagen tertentu. Hasil reaksi tersebut dapat berupa suatu gas, suatu endapan, atau dapat pula berupa sisa bahan yang tak bereaksi. Proses untuk memperoleh hasil reaksi tersebut memunculkan metode-metode gravimetri yang berbeda-beda, yaitu metode pengendapan, metode penguapan atau evolusi, dan elektrogravimetri. Gravimetri merupakan pemeriksaan jumlah zat yang paling tua dan paling sederhana dibandingkan dengan cara pemeriksaan kimia lainnya. Kesederhanaan itu kelihatan karena dalam gravimetri jumlah zat ditentukan dengan cara menimbang langsung massa zat yang dipisahkan dari zat-zat lain.

1.2. Prinsip Dasar

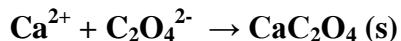
Metode gravimetri untuk analisa kuantitatif didasarkan pada stokiometri reaksi pengendapan, yang secara umum dinyatakan dengan persamaan :



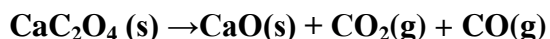
“a” adalah koefisien reaksi setara dari reaktan analit (A), “p” adalah koefisien reaksi setara dari reaktan pengendap (P) dan AaPp adalah rumus molekul dari zat kimia hasil reaksi yang tergolong sulit larut (mengendap) yang dapat ditentukan beratnya dengan tepat setelah proses pencucian dan pengeringan. Penambahan reaktan pengendap P umumnya dilakukan secara berlebih agar dicapai proses pengendapan yang sempurna.

Misalnya, pengendapan ion Ca^{2+} dengan menggunakan reaktan pengendap ion oksalat $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ dapat dinyatakan dengan persamaan reaksi berikut:

- a. Reaksi yang menyertai pengendapan :



- b. Reaksi yang menyertai pengeringan:



Agar penetapan kuantitas analit dalam metode gravimetri mencapai hasil yang mendekati nilai sebenarnya, harus dipenuhi dua kriteria berikut :

- 1) Proses pemisahan atau pengendapan analit dari komponen lainnya berlangsung sempurna;
- 2) Endapan analit yang dihasilkan diketahui dengan tepat komposisinya dan memiliki tingkat kemurnian yang tinggi, tidak bercampur dengan zat pengotor.

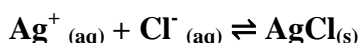
1.3. Metode Gravimetri

Metode gravimetri merupakan suatu metode yang digunakan dalam analisis gravimetri yang digunakan untuk menentukan kuantitas analit secara konvensional. Pada dasarnya, metode gravimetri dapat dilakukan dengan cara sebagai berikut :

- a. Gravimetri dengan metode pengendapan

Gravimetri pengendapan didasarkan pada pembentukan endapan atau senyawa tak larut melalui penambahan reagen pengendap (presipitant) ke dalam larutan analit. Kebanyakan metode ini dikembangkan pada abad ke-19 sebagai

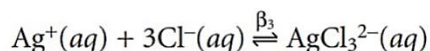
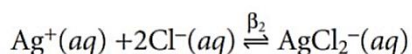
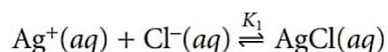
cara untuk menganalisis hasil-hasil tambang. Cara-cara tersebut sampai sekarang masih dipakai sebagai metode analisis standar. Beberapa hal penting dalam metode pengendapan ini adalah endapan yang terbentuk harus memiliki kelarutan yang rendah, kemurnian tinggi, dan komposisinya dapat diketahui secara akurat. Selain itu, endapan harus dapat dipisahkan dari larutannya dengan mudah. Untuk meminimalkan kelarutan, kontrol terhadap komposisi larutan selama proses pengendapan harus diperhatikan. Untuk itu, pengetahuan tentang kesetimbangan reaksi pembentukan endapan harus dikuasai. Sebagai contoh, Ag^+ dapat diendapkan sebagai AgCl dengan menambahkan Cl^- sebagai reagen pengendap.



Apabila hanya reaksi ini yang diperhatikan, maka kelarutan endapan S_{AgCl} adalah

$$S_{\text{AgCl}} = [\text{Ag}^+] = \frac{K_{\text{sp}}}{[\text{Cl}^-]}$$

Artinya untuk mendapatkan kelarutan yang kecil, Cl^- ditambahkan secara berlebih. Namun, faktanya penambahan Cl^- secara berlebih justru akan meningkatkan kelarutan $\text{AgCl}_{(\text{s})}$. Penambahan Cl^- berlebih dapat menyebabkan pembentukan senyawa kompleks kloro yang larut.



Dengan demikian, kelarutan AgCl adalah jumlah dari semua bentuk Ag^+ yang larut.

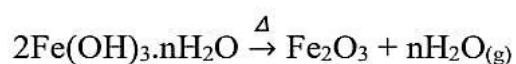
$$S_{\text{AgCl}} = [\text{Ag}^+] + [\text{AgCl}(\text{aq})] + [\text{AgCl}_2^-] + [\text{AgCl}_3^{2-}]$$

Parameter penting lain yang perlu diperhatikan adalah pH larutan. Misalnya pada endapan hidroksida $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Endapan ini akan lebih mudah larut pada pH rendah karena konsentrasi OH^- kecil.

Kadangkala, zat yang ditimbang pada suatu proses gravimetri berbeda dengan bentuk endapannya. Misalnya, pada analisis magnesium (Mg). Magnesium dapat diendapkan sebagai ammonium magnesium fosfat ($\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), tetapi ditimbang sebagai magnesium pirofosfat ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$) yang merupakan hasil pemijaran endapan ammonium magnesium fosfat.

Endapan yang dihasilkan harus memiliki kemurnian yang tinggi, tidak mengandung zat-zat lain atau pengotor. Pengotor dapat muncul karena endapan berasal dari larutan analit yang dapat berisi berbagai macam zat. Adanya pengotor akan mengakibatkan massa endapan lebih besar dari semestinya sehingga menimbulkan kesalahan positif. Endapan yang murni dapat diusahakan selama proses pengendapan maupun setelahnya.

Endapan yang dihasilkan juga harus memiliki komposisi yang tertentu dan tetap. Misalnya, penentuan Fe^{3+} dengan mengendapkannya sebagai $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Hidroksida ini memiliki komposisi tertentu dan tetap. Namun, endapan yang terbentuk merupakan hidroksida berair dengan jumlah H_2O nya tidak tentu, $\text{Fe}(\text{OH})_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Untuk itu, endapan tersebut perlu dipanaskan pada suhu tinggi terlebih dahulu sehingga terbentuk endapan dengan komposisi yang tetap yaitu Fe_2O_3 .



Setelah endapan terbentuk sempurna, langkah selanjutnya adalah memisahkan endapan dari larutan dengan cara penyaringan. Penyaringan dapat dilakukan dengan kertas saring atau filtering crucible. Kertas saring selulosa dapat dibedakan berdasarkan kecepatan penyaringannya, dan kandungan abu setelah pembakaran. Kecepatan penyaringan dipengaruhi oleh ukuran pori kertas yang akan menentukan ukuran partikel yang dapat ditahan. Pemilihan kecepatan penyaringan ini penting. Jika penyaringan terlalu cepat endapan dapat melewati kertas saring sehingga mengurangi jumlah endapan yang terbentuk. Sedangkan penyaringan yang terlalu lambat akan menyumbat pori-pori kertas saring.

Kertas saring bersifat higroskopis sehingga untuk mengeringkannya tidak mudah. Oleh karena itu, pada analisis kuantitatif kertas saring dihilangkan sebelum penimbangan dengan cara membakar. Setelah pembakaran, abu sisa pembakaran dapat berkontribusi terhadap kesalahan penentuan massa akhir endapan. Oleh karena itu, untuk keperluan analisis kuantitatif, kertas saring yang digunakan harus rendah kandungan abunya, biasanya kurang dari 0,01% b/b. Kertas saring rendah abu ini dibuat dengan mencuci kertas dengan campuran HCl dan HF untuk menghilangkan material anorganik. Sementara untuk keperluan kualitatif kadar abu maksimal biasanya 0,06% b/b.

Setelah memisahkan endapan dari larutan supernatant, endapan dikeringkan untuk menghilangkan residu dan zat-zat pengotor yang volatil. Metode dan temperatur pengeringan tergantung dari metode penyaringan dan sifat kimia endapannya. Temperatur 110 °C biasanya sudah cukup untuk menghilangkan air dan pengotor volatil. Untuk menjamin pengeringan yang sempurna, pengeringan dapat dilakukan beberapa kali sampai diperoleh massa endapan yang konstan. Pada metode pengendapan, reagen pengendap atau pereaksi yang digunakan dalam proses pengendapan ion-ion anorganik dapat berupa pereaksi anorganik maupun organik.

b. Gravimetri dengan cara penguapan atau pembebasan (gas)

Gravimetri penguapan dilakukan dengan mendekomposisi suatu sampel padatan secara termal atau secara kimia. Zat-zat volatil yang dilepaskan selama dekomposisi ditangkap, misalnya dengan suatu absorben, dan ditimbang untuk mendapatkan informasi kuantitatif. Cara lainnya adalah dengan menimbang residu hasil dekomposisi. Salah satu metode gravimetri penguapan adalah termogravimetri, yaitu massa sampel dimonitor secara kontinu selama pemanasan dengan menaikkan temperatur secara bertahap.

Pada gravimetri penguapan ini, zat hasil dekomposisi harus diketahui. Syarat ini tidak terlalu sulit apabila yang didekomposisi adalah senyawa organik, karena hasil penguapannya dapat dipastikan berupa gas-gas seperti CO₂, H₂O, dan

N₂. Sementara untuk senyawa-senyawa anorganik, hasil penguapannya sangat tergantung pada temperatur dekomposisi yang digunakan.

Contoh penerapan gravimetri penguapan untuk analisis kuantitatif adalah penentuan kadar air dalam suatu sampel, penentuan karbon (C) dalam sampel baja atau campuran logam (alloy) lainnya, analisis elemental pada senyawa organik, penentuan padatan terlarut dalam air atau air limbah, dll. Pada penentuan kadar air suatu sampel, misalnya air kristal dalam suatu senyawa terhidrasi, dapat dilakukan dengan memanaskan sampel pada temperatur tertentu sehingga semua kandungan air menguap, kemudian residunya ditimbang. Massa air adalah selisih massa sampel mula-mula dan residu/sampel setelah pemanasan. Massa air dapat pula dihitung dengan menangkap uap air dengan suatu absorben yang diketahui massanya. Massa air dalam sampel adalah selisih massa absorben akhir dan awal. Absorben yang dapat digunakan untuk menyerap air misalnya kalsium klorida atau magnesium perklorat.

Penentuan karbon dalam suatu sampel campuran logam dapat dilakukan dengan mengkonversi karbon menjadi CO₂. Ini dapat dilakukan melalui pemanasan sampel pada temperatur tertentu. CO₂ yang dihasilkan ditangkap dalam suatu absorben. Selisih massa absorben mula-mula dan setelah penyerapan merupakan massa CO₂ yang dihasilkan dan massa karbon atau kadarnya dalam sampel dapat dihitung.

c. Gravimetri dengan cara elektrolisis (Elektrogravimetri)

Metode elektrogravimetri dilakukan dengan mengendapkan analit pada elektroda suatu sel elektrokimia. Sel elektrokimia ini terdiri dari dua elektroda, anoda dan katoda, dan sumber energi listrik (power supply). Katoda dihubungkan dengan kutub negatif dan anoda dihubungkan dengan kutub positif dari sumber listrik. Pengendapan logam terjadi di katoda karena logam mengalami reduksi, sedangkan pada anoda terjadi oksidasi. Misalnya, analit Cu²⁺ diendapkan dengan mereduksinya menjadi Cu pada elektroda platinum (Pt). Metode ini disebut juga dengan elektrodposisi.



Massa elektroda Pt ditimbang baik sebelum maupun sesudah pengendapan. Selisih massa elektroda merupakan merupakan massa Cu yang kemudian dapat dikonversi menjadi konsentrasi Cu dalam larutan asalnya. Proses elektrodposisi mengikuti hukum Ohm dan hukum Faraday. Hukum Ohm menyatakan hubungan antara arus (I, ampere), voltase (V, volt), dan hambatan (R, ohm).

$$I = \frac{V}{R}$$

Sementara itu, hukum Faraday menyatakan, banyaknya zat yang dihasilkan pada suatu elektroda selama elektrolisis sebanding dengan banyaknya muatan listrik (Q, coulomb) yang melewati sel elektrolisis. Secara eksperimen diperoleh bahwa satu mol elektron memiliki muatan listrik sebesar 96.485 C. Nilai ini ditetapkan sebagai satu Faraday (1 F = 96.485 C).

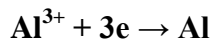
Banyaknya muatan listrik yang diperlukan dalam suatu proses elektrolisis dapat ditentukan dari banyaknya elektron yang terlibat dalam proses tersebut. Misalnya, 1 mol Na (23 g) dapat dihasilkan dari suatu proses elektrolisis Na^+ yang melibatkan 1 mol elektron atau setara dengan muatan listrik 96.485 C atau 1 F.



Elektrolisis Cl^- akan menghasilkan 1 mol Cl_2 dengan melibatkan 2 mol elektron atau setara dengan muatan listrik sebesar (2 x 96.485) C atau 2 F.



Satu mol Al dapat dihasilkan dari elektrolisis Al^{3+} yang membutuhkan 3 mol elektron (3 x 96.485) C = 3 F.



Banyak elektron yang melalui suatu sel dalam sebuah eksperimen dapat diketahui dengan menghitung arus (I, ampere) yang melewati sel selama waktu tertentu (t, detik).

$$\text{mol elektron} = Q \times \frac{1 \text{ mol elektron}}{96.485 \text{ C}}$$

$$\text{dengan } Q = I \times t$$

1.4. Perhitungan Gravimetri

Dalam analisis gravimetri endapan yang dihasilkan ditimbang dan dibandingkan dengan berat sampel. Prosentase berat analit A terhadap sampel dinyatakan dengan persamaan :

$$\%A = \frac{\text{Berat A}}{\text{Berat A Berat Sampel}} \times 100\%$$

Untuk menetapkan berat analit dari berat endapan sering dihitung melalui faktor gravimetri. Faktor gravimetri didefinisikan sebagai jumlah berat analit dalam 1 gram berat endapan. Hasil kali dari endapan P dengan faktor sama dengan berat analit.

Berat analit A = berat endapan P x faktor gravimetri, Sehingga :

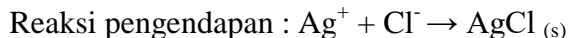
$$\%A = \frac{\text{Berat endapan P x Faktor gravimetri}}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

Faktor gravimetri dapat dihitung bila rumus kimia analit dari endapan diketahui dengan tepat.

Contoh Soal :

0,6025 gram sampel garam klorida dilarutkan dalam air, kemudian ditambahkan larutan perak nitrat berlebih untuk mengendapkan seluruh kloridanya sebagai endapan perak klorida. Setelah disaring dan dicuci, perak klorida yang dihasilkan adalah 0,7134 gram. Tentukan prosentase klorida (Cl⁻) dalam sampel.

Penyelesaian :



$$\text{Faktor gravimetric} = \text{Ar}(\text{Cl}^-) : \text{Mr}(\text{AgCl})$$

$$= 35,45 : 143,32$$

$$= 0,27$$

$$\%Cl = \frac{0,7134 \text{ gr} \times 0,27}{0,6025 \text{ gr}} \times 100\%$$

$$= 31,97 \%$$

faktor gravimetri ditentukan oleh dua faktor, yaitu berat molekul (atau berat atom) dari analit dan berat molekul dari endapan.

1.5. Proses Pengendapan

Proses pengendapan dalam analisis gravimetri, partikel-partikel hasil pengendapan ditentukan oleh proses nukleasi dan pembentukan nukleus. Sehingga, dalam analisa gravimetri harus selalu diupayakan agar terdapat endapan yang murni dan partikel-partikelnya cukup besar sehingga mudah disaring dan dicuci.

a. Kemurnian

Endapan yang telah terjadi akan mengandung zat-zat pengatur dan itu akan bergabung pada sifat endapan dan pada kondisi-kondisi dimana endapan itu terjadi yang akan menyebabkan terjadinya kontaminasi yang disebabkan karena adsorpsi pada permukaan kristal yang berbeda dengan larutan, dan jika luas permukaannya besar maka jumlah zat yang teradsorpsi bertambah banyak. Kopresipitasi juga dapat menyebabkan terjadinya oklusi, yaitu suatu zat-zat asing yang masuk kedalam kristal pada proses pertumbuhan kristal.

Bila pada proses pertumbuhan kristal berjalan secara lambat, maka zat pengatur akan larut dan kristal yang terjadi lebih besar dan murni. Kopresipitasi tidak dapat dihilangkan dengan pencucian dan untuk cara mengatasinya bisa dengan melarutkan kembali endapan tersebut dan kemudian diendapkan kembali juga. Karena konsentrasinya lebih rendah akibat ion yang terkontaminasi sekarang, sehingga endapan lebih murni. Postpresipitasi merupakan adanya suatu endapan kedua pada permukaan endapan pertama. Hal ini dapat terjadi dengan adanya campuran garam yang sukar larut.

Untuk mendapatkan endapan yang besar dan murni, yang dilakukan biasanya endapan didegrasi (didegest) atau dimatangkan yaitu dengan endapan

yang dibiarkan kontak langsung dengan larutan induknya selama beberapa jam pada temperatur 60-70 .

b. Menyaring dan Mencuci Endapan

Endapan yang telah disaring, lalu dikotori oleh zat-zat yang mudah larut dan harus dihilangkan dengan cara pencucian endapan. Yang menjadi pada dasar pencucian adalah :

- 1) Dapat melarutkan zat pengotor dengan baik tetapi tidak melarutkan endapan dan dapat mencegah terjadinya presipitasi pada waktu pencucian.
- 2) Dapat menyebabkan adanya pertukaran ion-ion yang teradsorpsi sehingga diganti oleh ion-ion lain yang apabila pada pemanasan dapat menguap.
- 3) Endapan yang terjadi dapat disaring dengan kertas saring bebas abu, cawan penyaring dengan asbes atau penyaring gelas.

c. Penyaring dan Pemanasan Endapan

Kemudian endapan yang telah disaring, dicuci, dikeringkan, diabukan, dan dipijarkan sampai beratnya konstan. Pengeringan endapan dilakukan untuk menghilangkan air dan zat yang mudah menguap, sedangkan pemijaran dilakukan untuk merubah endapan tersebut ke dalam suatu senyawa kimia yang rumusnya dapat diketahui dengan pasti.

1.6. Kondisi Pengendapan

Adapun kondisi yang diperlukan agar dapat mengendapkan analit yang dilakukan dengan menggunakan pereaksi tertentu, antara lain :

- a. Pengendapan harus dilakukan dalam larutan encer dengan memperhatikan kelarutan endapan, waktu yang diperlukan untuk penyaringan endapan, dan perlakuan-perlakuan lainnya yang harus dilakukan setelah proses pengendapan. Hal ini dapat dilakukan untuk meminimalisir kesalahan yang diakibatkan oleh kopresipitasi.

- b. Pada pereaksi atau reagensia harus dihomogenkan secara perlahan-lahan sambil dilakukan pengadukan secara terusmenerus untuk menjaga tingkat lewat-jenuh kecil, dan dapat membantu pertumbuhan kristal yang besar. Sehingga dapat dengan mudah disaring dan memperoleh endapan kristalin yang berukuran besar.
- c. Pengendapan dilakukan dalam larutan yang panas, sehinggakan harus dipanaskan sampai tepat di bawah titik akhir atau sampai temperatur lain yang lebih menguntungkan.
- d. Endapan kristalin harus dicerna atau didegras (digest) dalam penangas air. Proses ini dapat mengurangi efek kopresipitasi dan menghasilkan endapan yang lebih mudah disaring.
- e. Endapan selanjutnya harus dicuci dengan larutan elektrolit yang sesuai dan encer.
- f. Jika endapan yang dihasilkan ternyata masih terkontaminasi akibat kopresipitasi ataupun sebab lainnya, maka kesalahan dapat dilakukan dengan cara mengurangnya dengan pelarut kembali menggunakan pelarut yang sesuai, dan lalu diendapkan kembali. Dengan ini dapat mengurangi jumlah pencemaran yang terdapat pada endapan.

1.7. Tahap-tahap Analisi Gravimetri

Tahap-tahap Analisis Gravimetri Secara umum, tahapan yang dilakukan dalam analisis gravimetri dengan cara pengendapan adalah :

- a. Pelarutan analit
- b. Pengaturan kondisi larutan; pH, temperatur
- c. Pembentukan endapan

Endapan terbentuk dari adanya penambahan pereaksi pengendapan secara berlebih yang bertujuan agar semua unsur/senyawa dapat terendapkan dengan sempurna. Syarat pengendapan dilakukan pada temperatur dan pH tertentu yang

merupakan kondisi optimum reaksi pengendapan. Pada tahap ini merupakan tahap paling penting.

d. Digest (menumbuhkan kristal-kristal endapan)

Setelah terbentuk endapan, maka yang perlu dilakukan selanjutnya adalah penyempurnaan endapan. Cara ini dapat dilakukan dengan membiarkan larutan yang berisi endapan selama beberapa saat dalam penangas air atau waterbath.

e. Penyaringan dan pencucian endapan

Pada langkah ini, endapan yang terbentuk diupayakan kasar/besar dengan mengatur kondisi larutan agar endapan yang terbentuk tidak terlalu cepat atau terlalu mudah. Pada umumnya endapan kasar lebih murni dari endapan yang halus.

f. Pengeringan/pemijaran atau pemanasan endapan agar mendapatkan endapan kering dengan susunan tertentu yang stabil dan spesifik sampai diperoleh berat konstan.

g. Pendinginan dan penimbangan

h. Perhitungan kuantitas analit dalam sampel.

Endapan Bulky. Merupakan endapan dengan volume atau berat besar tetapi berasal dari analit yang sedikit. Endapan tersebut sering diupayakan untuk mengurangi kesalahan yang relatif dalam analisis.

Endapan Spesifik. Merupakan endapan yang terbentuk karena adanya pereaksi yang ditambahkan hanya dapat mengendapkan komponen yang dianalisis. Oleh sebab itu, endapan yang terbentuk tidak perlu diawali dengan pemisahan pada komponen-komponennya yang bisa saja akan ikut mengendap apabila dipakai sebagai pereaksi non spesifik.

Adapun syarat untuk analisis gravimetri sebagai berikut :

- a. Kelarutan endapan sekecil mungkin
- b. Kemurnian tinggi
- c. Mempunyai susunan tetap, tertentu, dan stabil
- d. Kristal endapan kasar

- e. Endapan bulky
- f. Endapan spesifik

Endapan bulky dan endapan spesifik merupakan syarat terpenting dalam upaya mempermudah suatu analisis.

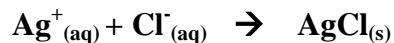
1.8. Aplikasi

Analisis gravimetri telah banyak diaplikasikan untuk analisis kation dari unsur-unsur yang terdapat dalam sistem periodik. Metode analisis dapat digunakan untuk analisis kuantitatif bahan organik tertentu seperti kolesterol pada careal dan laktosa pada susu. Kolesterol sebagai steroid alkohol yang dapat diendapkan secara kuantitatif dengan saponin organik yang disebut digitonin. Selain itu juga dapat digunakan untuk menentukan kadar senyawa anorganik seperti kalsium, barium, klorin, magnesium, besi, nikel, dan lain-lain.

Metode gravimetri bukanlah metode analisis kuantitatif yang spesifik, sehingga dapat digantikan dengan analisis modern seperti spektroskopidan khomatografi. Meskipun demikian, metode gravimetri menjadi sudah pilihan karena peralatan dan prosedur pelaksanaannya yang sederhana. Analisis gravimetri pada saat ini juga masih banyak diterapkan untuk analisis konstituen makro yang menghasilkan endapan AgCl , BaSO_4 , $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

Penentuan Berat Atom. Pada penentuan ini, dilakukan dengan memanfaatkan molekul tertentu dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Molekul tersebut ditimbang dan presentase tiap komponen penyusunnya ditentukan secara gravimetrik. Perhitungan yang digunakan adalah sebagaimana prosedur gravimetri pada umumnya, kecuali dengan adanya faktor-faktor berat atom dengan unsur tertentu sebagai salah satu faktor yang belum diketahui untuk ditentukan dengan cara ini.

Penentuan Klorida. Ion klorida dalam larutan diendapkan sebagai perak klorida (AgCl). Endapan yang terbentuk pertama-tama akan berbentuk koloid tetapi lama-kelamaan akan membentuk gumpalan.



Endapan yang terbentuk lebih mudah dicuci dengan menggunakan larutan asam nitrat encer. Perak klorida yang terbentuk selanjutnya disaring melalui sintered-glass cawan, tidak menggunakan kertas saring biasa karena AgCl mudah direduksi menjadi Ag bebas oleh karbon dalam kertas saring selama proses pembakaran kertas saring.

Aplikasi dalam Analisis Sistematis. Dengan metode gravimetri, bisa juga digunakan untuk menganalisis suatu unsurunsur berupa kation dan anion, seperti pada metode analisis kuantitatif untuk mengidentifikasi ion-ion yang diendapkan dengan reagensia pengendap masing-masing.

1.9. Rangkuman

Gravimetri merupakan metode analisis kuantitatif tertua. Metode ini didasarkan pada pengukuran massa atau perubahan masa sampel setelah perlakuan tertentu. Ada beberapa perlakuan yang dapat dilakukan, diantaranya melalui pengendapan, penguapan, atau dengan bantuan energi listrik. Berdasarkan perlakuan-perlakuan tersebut, muncullah metode gravimetri pengendapan, penguapan atau evolusi, dan elektrogravimetri.

TITRIMETRI

2.1. Pendahuluan

Istilah analisis titrimetri mengacu pada analisis kimia kuantitatif yang dilakukan dengan menetapkan volume suatu larutan yang konsentrasinya diketahui dengan tepat, yang diperlukan untuk bereaksi secara kuantitatif dengan larutan dari zat yang akan ditetapkan. Larutan dengan konsentrasi yang diketahui dengan tepat itu disebut larutan standar (vogel 1985). Analisis gravimetri merupakan analisis kuantitatif metode klasik, dimana analat direaksikan, kemudian hasil reaksi ditimbang untuk menentukan jumlah zat/komponen yang dicari.

Analisis titrimetri atau analisa volumetri adalah analisa kuantitatif dengan mereaksikan suatu zat yang dianalisis dengan larutan standar (standar) yang telah diketahui konsentrasinya secara teliti, dan reaksi antara zat yang dianalisis dan larutan standar tersebut berlangsung secara kuantitatif. Analisa titrimetri merupakan satu bagian utama kimia analisis dan perhitungannya berdasarkan hubungan stoikiometri sederhana dari reaksi-reaksi kimia.

2.2. Prinsip Dasar

Volumetri adalah analisa yang didasarkan pada pengukuran volume dalam pelaksanaan analisisnya. Analisa volumetri biasa disebut juga sebagai analisis titrimetri atau titrasi yaitu yang diukur adalah volume larutan yang diketahui konsentrasinya dengan pasti yang disebut sebagai titran dan diperlukan untuk bereaksi sempurna dengan sejumlah tepat volume titrat (analit) atau sejumlah berat zat yang akan ditentukan. Titran adalah larutan standar yang telah diketahui dengan tepat konsentrasinya. Analisis titrimetri di dasarkan pada reaksi kimia antara komponen analit dengan titran, dinyatakan dengan persamaan umum:



Keterangan :

a = jumlah mol analit (A)

t = jumlah mol titran (T)

A = Analit yang dititrasi, zat (larutan) pada wadah yang dititrasi

T = titran (zat penitrasi), cairan yang dialirkan dari buret yang telah diketahui dengan tepat konsentrasinya.

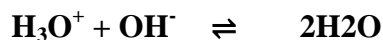
dimana a molekul analit A, bereaksi dengan t molekul reagensia T. Reagensia T disebut titran, ditambahkan sedikit-demi sedikit, menggunakan peralatan khusus yang disebut buret. Larutan dalam buret bisa berupa larutan standar yang konsentrasinya diketahui dengan cara standarisasi ataupun larutan dari zat yang akan ditentukan konsentrasinya.

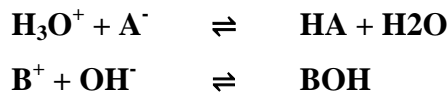
Penambahan titran diteruskan sampai jumlah T yang secara kimia setara atau ekuivalen dengan A, maka keadaan tersebut dikatakan telah mencapai titik ekuivalensi atau disingkat TE dari titrasi itu. . Namun kapan tepatnya tercapai suatu titik ekuivalensi tidak dapat dilihat secara kasat mata. Untuk mengetahui kapan penambahan titran itu harus dihentikan, digunakanlah suatu zat yang disebut indikator yang dapat menunjukkan terjadinya kelebihan titran dengan perubahan warna. Perubahan warna ini bisa tepat atau tidak tepat pada titik ekuivalensi. Titik dalam titrasi pada saat indikator berubah warna disebut titik akhir titrasi atau disingkat TA, idealnya adalah titik akhir titrasi sedekat mungkin dengan titik ekuivalensi sehingga pemilihan indikator yang tepat merupakan salah satu aspek yang penting dalam analisis Volumetri (Titrimetri) untuk mengimpitkan kedua titik tersebut.

2.3. Reaksi Kimia yang digunakan untuk Titrasi

a. Titrasi Asam Basa

Titrasi asam basa yang juga disebut titrasi asidimetri-alkalimetri atau reaksi penetralan.





Asam dengan garam dari basa lemah asam kuat dapat dititrasi dengan larutan baku basa. Proses ini disebut **alkalimetri**.

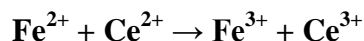
Basa dan garam dari asam lemah basa kuat dapat dititrasi dengan larutan baku asam. Prosesnya dinamakan **asidimetri**.

b. Titrasi Redoks

Titration yang berdasarkan kepada reaksi redoks, misalnya permanganometri, bikromatometri, bromatometri, iodometri, iodimetri.

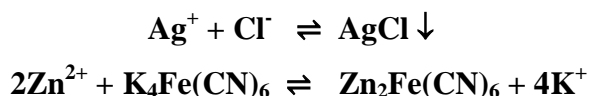
Contoh :

Besi dalam keadaan oksidasi +2 dapat dititrasi dengan suatu larutan standar serum (IV) sulfat



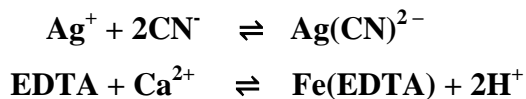
c. Titrasi pengendapan

Titration pengendapan misalnya titration argentometri, atau Zn^{2+} dengan $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$



d. Titrasi pembentukan kompleks

Titration pembentukan kompleks yang mudah larut atau pembentukan molekul yang tidak berdisosiasi.



Berdasarkan cara titrasinya, titrimetri dikelompokkan menjadi:

a. Titrasi langsung.

Cara ini dilakukan dengan melakukan titration langsung terhadap zat yang akan ditetapkan.

b. 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. Larutan blanko adalah larutan yang berisi semua pereaksi yang digunakan tanpa sampel

Ada persyaratan-persyaratan untuk reaksi kimia yang digunakan dalam titrasi yaitu :

- a. Reaksi harus berlangsung kuantitatif dan tidak ada reaksi-reaksi samping, yaitu zat-zat lain dalam larutan tidak boleh bereaksi atau mengganggu reaksi utama.
- b. Reaksi harus berlangsung dengan cepat dan benar-benar lengkap pada titik ekuivalen. Sehingga titran dapat berlangsung lengkap dalam beberapa menit.
- c. Pada saat terjadinya kesetaraan antara zat yang dititrasi dan penitrasi harus ada perubahan yang nyata sehingga dapat ditunjukkan dengan adanya perubahan dari indikator yang digunakan.
- d. Harus ada zat atau alat yang dapat digunakan untuk menentukan titik akhir titrasi yaitu indikator.

Dalam bahan makanan banyak mengandung senyawa yang bersifat asam ataupun basa, misalnya asam askorbat dalam buah-buahan, asam asetat dalam cuka, senyawa karbonat dalam minuman dan lain-lain. Komponen utama cuka yang terdapat di pasaran adalah asam asetat walaupun terdapat sedikit asam lain di dalamnya. Biasanya kadar total asam dalam cuka dinyatakan dengan konsentrasi asam asetat. Dalam beberapa kasus kadar asam asetat yang terdapat di dalam larutan cuka tersebut tidak sesuai dengan nilai konsentrasi asam asetat yang tercantum dalam kemasan cuka tersebut.

Untuk menentukan kadar senyawa-senyawa tersebut dapat dilakukan analisis dengan menggunakan metode titrasi berdasarkan reaksi penetralan (asam basa). Sebelum melakukan titrasi penetralan perlu memahami prinsip dasar reaksi

penetralkan yaitu reaksi antara ion hidrogen yang berasal dari asam dengan ion hidroksida yang berasal dari basa sehingga menghasilkan air yang bersifat netral. Setelah memahami prinsip dasar titrasi penetralan kemudian melakukan pemilihan larutan standar yang akan digunakan untuk mentitrasi sampel, melakukan standarisasi larutan standar, melakukan titrasi sampel dan melakukan perhitungan kadar sampel serta bagaimana membuat laporan hasil titrasi. Untuk mengetahui kapan suatu titrasi berakhir (titik akhir titrasi) maka diperlukan suatu indikator. Indikator yang digunakan harus dipilih agar trayek pH indikator sesuai dengan trayek pH titrasi pada saat titik ekuivalen tercapai sehingga titik akhir titrasi dapat ditentukan dengan tepat pada saat indikator tepat berubah warna dan tidak berubah lagi warnanya setelah beberapa detik.

2.4. Berat Ekivalen

Berat ekivalen suatu zat disebut ekivalen sama seperti berat molekuler disebut mol. Berat titik ekivalen dan berat molekuler yang dihubungkan dalam persamaan:

$$BE = \frac{MW}{n}$$

Keterangan :

BE = Berat Ekivalen

MW = Massa Molekul Relatif

n = mol ion hidrogen, elektron atau kation univalen.

Dalam menetapkan kuantitas komponen analit lebih banyak satuan ekivalen (ek) dibandingkan satuan mol, terutama untuk asidi-alkalimetri dan oksidimetri. 1 (satu) ekivalen asam atau basa menyatakan berat asam atau basa tersebut dalam gram yang dibutuhkan untuk melepaskan 1 (satu) mol H^+ atau 1 mol OH^- . 1 (satu) ekivalen oksidator atau reduktor menyatakan berat oksidator atau reduktor tersebut dalam gram yang dibutuhkan untuk menangkap atau melepaskan 1 (satu) mol elektron dalam peristiwa oksidasi-reduksi. Sebagai ilustrasi hubungan antara reaksi, mol dan ekivalen dapat dilihat pada contoh-contoh berikut :

Reaksi	Hubungan antara mol dan ek
$\text{H}_3\text{PO}_4 \rightarrow \text{H}^+ + \text{H}_2\text{PO}_4^-$	1 mol = 1 ek
$\text{H}_3\text{PO}_4 \rightarrow 2\text{H}^+ + \text{H}_2\text{PO}_4^{2-}$	1 mol = 2 ek
$\text{NaOH} \rightarrow \text{Na}^+ + \text{OH}^-$	1 mol = 1 ek
$\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{Ca}^{2+} + 2 \text{OH}^-$	1 mol = 2 ek
$\text{MnO}_4^- + \text{e} \rightarrow \text{MnO}_4^{2-}$	1 mol = 1 ek
$\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5\text{e} \rightarrow \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$	1 mol = 5 ek
$\text{MnO}_4^- + 4\text{H}^+ + 3\text{e} \rightarrow \text{MnO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$	1 mol = 3 ek
$\text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightarrow 2\text{CO}_2 + 2\text{e}$	1 mol = 2 ek

Dalam kaitan dengan konsentrasi larutan, penggunaan mol banyak dikaitkan dengan molaritas (M), sedangkan ekivalen dikaitkan dengan normalitas (N). Berikut ini dijelaskan beberapa sistem konsentrasi yang umumnya digunakan dalam analisis volumetri.

2.5. Molaritas dan Normalitas

Sistem konsentrasi ini didasarkan pada volume larutan, cocok untuk digunakan dalam prosedur laboratorium yang volume larutannya terukur.

Molaritas = jumlah mol zat terlarut per liter larutan.

$$\text{Molaritas (M)} = \frac{\text{Mol zat terlarut (n)}}{\text{Volume larutan (V)}}$$

Karena :

$$\text{Mol} = \frac{\text{Gram zat terlarut (gr)}}{\text{Massa Molekl Relatif (Mr)}}$$

Jadi :

$$M = \frac{gr}{Mr \times V}$$

$$gr = M \times Mr \times V$$

Seperti halnya dengan molaritas, sistem konsentrasi ini didasarkan pada volume larutan yang didefinisikan sebagai berikut :

Normalitas = jumlah ekivalen zat terlarut per liter larutan

$$\text{Normalitas (N)} = \frac{\text{Ekivalen Zat Terlarut (ek)}}{\text{Volume larutan (V)}}$$

$$Ek = \frac{gr}{BE}$$

Sehingga:

$$N = \frac{gr}{BE \times V}$$

$$gr = N \times V \times BE$$

Hubungan antara Normalitas dan Molaritas adalah:

$$N = nM ;$$

n = jumlah mol ion Hidrogen, elektron atau kation univalen yang tersedia dalam reaksi kimia.

Untuk larutan yang sangat encer, cocok digunakan satuan sepersejuta atau seperseribujuta. Sistem konsentrasi ini adalah bagian suatu komponen dalam satu juta

bagaian suatu campuran. **ppm =**

$$\frac{\text{Jumlah gr zat terlarut (w)}}{\text{Jumlah gr zat terlarut (w) + jumlah gr pelarut (wo)}}$$

Karena biasanya sangat kecil dibandingkan dengan wo maka ini menjadi :

$$\text{ppm} \approx \frac{w}{wo} \times 10^6$$

2.6. Larutan baku (Larutan Standar)

Larutan standar adalah larutan yang dibuat dan diketahui konsentrasinya secara teliti. Larutan standar dikelompokkan menjadi larutan standar primer dan sekunder. Larutan standar primer adalah larutan baku yang konsentrasinya dapat langsung diketahui dari berat bahan yang sangat murni yang dilarutkan dan volume larutannya diketahui. Larutan standar sekunder yaitu larutan baku yang konsentrasinya tidak diketahui dengan pasti karena bahan yang digunakan untuk membuat larutan tersebut memiliki kemurnian yang rendah. Syarat-syarat larutan standar primer adalah sebagai berikut:

- a. Kemurnian tinggi atau mudah dimurnikan (misalnya dengan dikeringkan) dan mudah dipertahankan dalam keadaan murni
- b. Zat harus mudah diperoleh (tersedia dengan mudah)
- c. Zat harus tidak berubah dalam udara selama penimbangan (stabil terhadap udara)
- d. Bukan kelompok hidrat
- e. Zat mempunyai berat ekivalen yang tinggi
- f. Zat mudah larut
- g. Jika suatu reagensia tersedia dalam keadaan murni, suatu larutan dengan normalitas tertentu disiapkan hanya dengan menimbang satu ekivalen atau kelipatan dari satu ekivalen, melarutkannya dalam pelarut, biasanya air dan mengencerkan larutan sampai volume yang diketahui. Pada prakteknya lebih mudah untuk menyiapkan larutan standar tersebut lebih pekat daripada yang diperlukan, kemudian mengencerkannya dengan air suling sampai diperoleh normalitas yang dikehendaki. Jika N_1 adalah normalitas yang diperlukan, V_1 Volume setelah pengenceran, N_2 normalitas yang semula dan V_2 volume semula yang dipakai maka : $V_1N_1 = V_2N_2$

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 titrasi terhadap larutan dari zat murni dengan konsentrasi yang diketahui. 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.

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 adalah larutan sekunder. Larutan-larutan NaOH dan HCl disebut sebagai “larutan kerja” (working solution) yang harus dibakukan (distandarisasi) oleh larutan-larutan standar primernya masing-masing. Konsentrasi-konsentrasi larutan yang digunakan umumnya sekitar 0,1000 N atau 0,1000 M).

2.7. Rangkuman

Analisa volumetri biasa disebut juga sebagai analisis titrimetri atau titrasi yaitu yang diukur adalah volume larutan yang diketahui konsentrasinya dengan pasti yang disebut sebagai titran dan diperlukan untuk bereaksi sempurna dengan sejumlah tepat volume titrat (analit) atau sejumlah berat zat yang akan ditentukan. Untuk mengetahui penambahan titran dihentikan dapat digunakan zat kimia yang disebut indikator yang tanggap terhadap adanya titran berlebih yang ditunjukkan dengan adanya perubahan warna. Reaksi-reaksi kimia yang dapat digunakan sebagai dasar untuk penentuan titrimetri dapat dikelompokkan ke dalam 4 (empat) kelompok yaitu titrasi asam basa, titrasi yang berdasarkan kepada reaksi redoks, titrasi pengendapan, dan titrasi pembentukan kompleks. Dalam menetapkan kuantitas komponen analit

lebih banyak satuan ekivalen (ek) dibandingkan satuan mol, terutama untuk asidi-alkalimetri dan oksidimetri. 1 (satu) ekivalen asam atau basa menyatakan berat asam atau basa tersebut dalam gram yang dibutuhkan untuk melepaskan 1 (satu) mol H^+ atau 1 mol OH^- .

Pembuatan larutan standar KMnO_4 dan penetapan Campuran Fe^{2+} dan Fe^{3+}

Pengertian Larutan Standar

Larutan standar adalah larutan dengan konsentrasi yang diketahui secara pasti atau telah diukur dengan sangat akurat. Konsentrasi larutan standar biasanya dinyatakan dalam unit yang sesuai, seperti mol per liter (mol/L) atau gram per liter (g/L). Larutan standar digunakan sebagai acuan dalam berbagai jenis analisis kimia dan pengujian laboratorium. Fungsinya adalah untuk menentukan konsentrasi atau jumlah suatu zat tertentu dalam sampel larutan yang tidak diketahui konsentrasinya. Larutan standar sering digunakan dalam analisis titrasi, spektrofotometri, kromatografi, dan banyak metode analisis kimia lainnya. Mereka memungkinkan analisis untuk mengkalibrasi instrumen, membandingkan hasil pengujian, dan menghitung konsentrasi zat dalam sampel yang dianalisis. Dengan kata lain, larutan standar adalah patokan yang digunakan untuk membuat pengukuran konsentrasi zat menjadi lebih akurat dan dapat diandalkan dalam laboratorium kimia.

Larutan standar adalah larutan dengan konsentrasi yang diketahui secara pasti dan digunakan sebagai referensi dalam analisis kimia. Konsentrasi larutan standar biasanya diukur dengan cermat menggunakan teknik laboratorium yang tepat, seperti titrasi atau spektrofotometri. Larutan standar sering digunakan dalam berbagai jenis analisis kimia, termasuk analisis kuantitatif dan kualitatif, untuk mengukur konsentrasi zat dalam sampel yang tidak diketahui. Dalam analisis kimia, larutan standar digunakan sebagai patokan untuk mengukur konsentrasi zat dalam larutan lainnya. Dengan kata lain, larutan standar adalah “tongkat ukur” yang digunakan

untuk mengukur seberapa banyak zat yang terkandung dalam suatu sampel larutan yang sedang dianalisis.

Telah dijelaskan sebelumnya bahwa proses di mana konsentrasi larutan ditentukan secara akurat dinamakan standardisasi. Suatu larutan standar terkadang dapat dipersiapkan dengan menguraikan suatu sampel dari zat terlarut yang diinginkan dan menimbang secara akurat dalam suatu larutan yang volumenya diukur secara akurat. Metode ini pada umumnya tidak dapat diterapkan, karena bagaimanapun juga, jarang reagen kimiawi yang diperoleh dalam bentuk murni untuk memenuhi kebutuhan analisis dalam hal keakuratan. Segelintir substansi yang memadai untuk hal ini disebut standar primer. Lebih umum lagi, sebuah larutan distandardisasi dengan titrasi, di mana larutan tersebut bereaksi dengan sejumlah standar primer yang telah ditimbang

larutan standar KMnO_4

Kalium permanganat (KMnO_4) adalah zat padat berwarna coklat tua yang akan menghasilkan larutan ungu apabila dilarutkan dalam air, ini merupakan ciri khas ion permanganat. Kalium permanganat (KMnO_4) merupakan zat pengoksidasi kuat yang bekerja berlainan berdasarkan pH dari medium.

Kalium permanganat merupakan oksidator kuat yang dapat bereaksi dengan cara yang berbeda-beda, tergantung dari pH larutannya. Kekuatannya sebagai oksidator juga berbeda-beda sesuai dengan reaksi yang terjadi pada pH yang berbeda itu. Reaksi yang bermacam ragam ini disebabkan oleh keragaman valensi mangan, dari 1 sampai dengan 7 yang semuanya stabil kecuali valensi 1 dan 5. Kebanyakan titrasi dilakukan dalam keadaan asam, di samping itu ada beberapa titrasi yang sangat penting dalam suasana basa untuk bahan-bahan organik. Daya oksidasi MnO_4^- , dalam keadaan ini lebih kecil sehingga letak kesetimbangan kurang menguntungkan. Untuk menarik kesetimbangan ke arah hasil titrasi, titrat ditambah Ba yang dapat mengendapkan ion MnO_4^- , sebagai BaMnO_4 . Selain menggeser kesetimbangan ke kanan, pengendapan ini juga mencegah reduksi MnO_4^- ,

Titration permanganometry is an analysis that uses KMnO_4 as a titrant and indicator so that the iron content in kelakai chips can be known. However, other factors that can affect the iron content in kelakai chips are due to the long storage of the product from the processing, packaging up to the end user. This is what can cause the low iron content in kelakai chips from the growth of kelakai.

Potassium permanganate is a strong oxidant that can oxidize a large amount of reductant quantitatively, besides that its color change makes it also serve as an endpoint indicator (more than 1 drop of 0.1 N solution can already produce a light purple color in a large volume of solution). Potassium permanganate solution usually has a concentration of about 0.1 N (or 0.005 M). For a more dilute solution, at the end point of color change, the permanganate ion is less intense, so it is recommended to use it with an indicator like ortho-phenanthroline.

Standardization of KMnO_4 Solution

Standardization is a process where the concentration of a solution is determined accurately with a standard primary solution. Potassium permanganate is a secondary standard solution, meaning its concentration always changes and is not stable during storage, so it needs to be standardized before use.

Potassium permanganate is not a primary standard because it is unstable and easily reduced to MnO_2 . Secondary standardization of potassium permanganate can be done by titration using a primary standard solution like sodium oxalate in a strong acid medium, so the reaction for the standardization is as follows:



Standarisasi KMnO_4 menggunakan asam oksalat ini tidak menggunakan indikator eksternal untuk menentukan titik akhir reaksinya. Hal ini disebabkan KMnO_4 sendiri selain bertindak sebagai titran, ia juga bertindak sebagai indikator (autoindicator). Titik akhir titrasi ditunjukkan dengan perubahan warna dari bening menjadi merah muda sekali. Warna merah muda timbul akibat kelebihan ion permanganat yang diteteskan ke dalam larutan pada saat titrasi berlangsung. Satu tetes kelebihan ion permanganat akan menimbulkan warna merah muda yang cukup jelas.

Prinsip dasar percobaan standarisasi larutan kalium permanganat (KMnO_4) adalah reaksi oksidasi reduksi (redoks), reaksi redoks merupakan reaksi yang melibatkan pengkapan dan pelepasan elektron sehingga terjadi perubahan bilangan oksidasi. Jenis titrasi redoks yang dipercoba adalah permanganometri dengan prinsipnya yaitu larutan KMnO_4 sebagai oksidator dan bertindak sebagai autoindikator. Autoindikator artinya KMnO_4 sendiri yang merupakan indikator tercapainya titik akhir titrasi dimana apabila warna KMnO_4 pada analit sudah tidak hilang maka titik akhir titrasi telah tercapai dan titrasi dihentikan. Titik akhir titrasi adalah keadaan dimana analit mengalami perubahan warna ini juga sama dengan titik ekuivalen umumnya ditandai oleh perubahan indikator yang sengaja dimasukkan ke dalam analit, perubahan indikator terjadi bila semua analit telah bereaksi dengan titran. Asam oksalat selain sebagai larutan standar primer juga sebagai reduktor, yaitu zat yang mengalami oksidasi dan menyebabkan zat lain tereduksi.

penetapan Campuran Fe^{2+} dan Fe^{3+}

Besi merupakan salah satu elemen kimiawi yang banyak terdapat di perairan dan tanah. Besi di perairan terdapat sebagai Fe^{2+} dan Fe^{3+} . Analisis spektrofotometri campuran Fe^{2+} dan Fe^{3+} secara umum merupakan metode tidak langsung yang dilakukan secara bertahap. Kawat besi dengan tingkat kemurnian yang tinggi dapat dijadikan sebagai sebuah standar primer. Unsur ini larut dalam asam klorida encer, dan semua besi(III) yang diproduksi selama proses pelarutan direduksi menjadi besi(II). Jika larutannya kemudian dititrasi dengan permanganat, cukup banyak ion

klorida yang dioksidasi selain besi(II). Oksidasi dari ion klorida oleh permanganat berjalan lambat pada suhu ruangan. Namun demikian, dengan kehadiran besi, oksidasi akan berjalan lebih cepat. Meskipun besi(II) adalah agen pereduksi yang lebih kuat daripada ion.

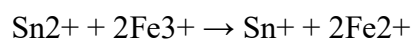
Sebuah larutan dari mangan(II) sulfat, asam sulfat, dan asam fosfat, disebut larutan "pencegah", atau larutan Zimmermann-Reinhardt, dapat ditambahkan ke dalam larutan asam klorida dari besi sebelum dititrasi dengan permanganat. Asam fosfat menurunkan konsentrasi dari ion besi(III) dengan membentuk sebuah kompleks, membantu memaksa reaksi berjalan sampai selesai, dan juga menghilangkan warna kuning yang ditunjukkan oleh besi(III) dalam media klorida. Kompleks fosfat ini tidak berwarna, dan titik akhirnya lebih jelas.

Penentuan-penentuan dengan Permanganat

Penentuan besi dalam bijih-bijih besi adalah salah satu aplikasi terpenting dari titrasi-titrasi permanganat. Asam terbaik untuk melarutkan bijih-bijih besi adalah asam klorida, dan timah(II) klorida sering ditambahkan untuk membantu proses pelarutan.

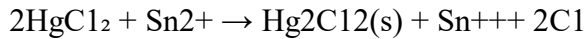
Sebelum titrasi dengan permanganat setiap besi(III) harus direduksi menjadi besi(II). Reduksi ini dapat dilakukan dengan reduktor atau dengan timah(II) klorida. Reduktor Jones lebih disarankan jika asam yang tersedia adalah sulfat, mengingat tidak ada ion klorida yang masuk.

Jika larutannya mengandung asam klorida, seperti yang sering terjadi, reduksi dengan timah(II) klorida akan lebih memudahkan. Klorida ditambahkan ke dalam sebuah larutan panas dari sampelnya, dan perkembangan reduksi diikuti dengan memperhatikan hilangnya warna kuning dari ion besi(III):

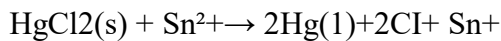


Sedikit kelebihan timah(II) klorida ditambahkan untuk memastikan selesainya reduksi. Kelebihan ini harus dihilangkan karena bisa bereaksi dengan permanganat

melalui titrasi. Untuk tujuan ini, larutan tersebut didinginkan, dan raksa(II) klorida ditambahkan secara cepat untuk mengoksidasi kelebihan ion timah(II):



Besi(II) tidak dioksidasi oleh raksa(II) klorida. Endapan dari raksa(I) klorida, jika kecil, tidak akan mengganggu titrasi lanjutannya. Namun demikian, jika timah(II) klorida yang ditambahkan terlalu banyak raksa(I) klorida dapat direduksi lebih lanjut menjadi raksa yang bebas:



Raksa, yang dihasilkan dalam keadaan yang dengan terbagi baik pada kondisi-kondisi ini, menyebabkan endapannya tampak berwarna abu-abu hingga hitam. Jika endapannya gelap, sampel tersebut harus dibuang, karena raksa, dalam keadaan yang terbagi dengan baik, akan teroksidasi selama titrasi. Kecenderungan untuk mengalami reduksi lebih lanjut dari Hg Cl, akan sangat berkurang jika larutan tersebut dingin dan HgCl, ditambahkan secara cepat. Tentu saja jika SnCl, yang ditambahkan tidak mencukupi, tidak ada endapan Hg,Cl, yang akan didapat. Dalam kasus semacam ini, sampel harus dibuang.

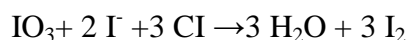
Timah(II) klorida biasanya dipergunakan untuk mereduksi besi dalam sampel- sampel yang telah dilarutkan dalam asam klorida. Larutan pencegah Zimmermann- Reinhardt lalu ditambahkan jika titrasi akan dilakukan dengan permanganat

Iodometri dan Penentuan Cu

(By Hadariah)

Iodometri merupakan titrasi redoks, dimana sampel oksidator ditambahkan larutan baku iodida secara berlebih, dan iodium (I_2) yang dihasilkan kemudian dititrasi menggunakan larutan baku tiosulfat. Bahan oksidator yang bisa ditentukan secara iodometri $HOCl$, Br_2 , IO_3^- , IO_4^- , O_2 , H_2O_2 , O_3 , NO_2 , Cu^{2+} , MnO_4^- , MnO_2 Seperti halnya iodimetri, indikator yang digunakan untuk mengetahui titik ekuivalen (TE) adalah larutan amilum, dimana titrasi dihentikan (TE diketahui) pada saat larutan biru (I_2 -amilum) tepat hilang (menjadi tak berwarna) karena semua I_2 telah direduksi menjadi iodida oleh tiosianat.

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

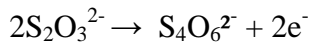


I_2 yang terbentuk dapat dititrasi dengan natrium tiosulfat baku. Jika konsentrasi asamnya tinggi yaitu lebih dari 4 N, lodium yang terbentuk pada reaksi di atas akan dioksidasi oleh lodat menjadi ion lodium (I^+). Konsentrasi ion klorida yang tinggi menyebabkan terbentuknya lodium monoklorida yang stabil terhadap hidrolisis karena adanya asam klorida.



Untuk mengamati titik akhir reaksi dapat menggunakan Kloroform atau karbon tetraklorida. Pada awal titrasi timbul lodium sehingga larutan kloroform berwarna ungu. Pada titrasi selanjutnya lodium yang terbentuk akan dioksidasi lagi menjadi I^- dan warna lapisan kloroform menjadi hilang

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



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.

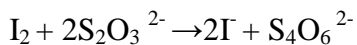
Proses-proses Tak Langsung atau Iodometrik

Banyak agen pengoksidasi yang kuat dapat dianalisa dengan menambahkan kalium iodida berlebih dan mentitrasi iodin yang dibebaskan. Karena banyak agen pengoksidasi membutuhkan suatu larutan asam untuk bereaksi dengan iodin, natrium tiosulfat biasanya dipergunakan sebagai titrannya. Titrasi dengan arsenik(III) (di atas) membutuhkan sebuah larutan yang sedikit alkalin.

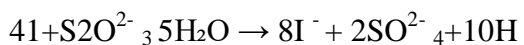
Natrium Tiosulfat

Natrium tiosulfat umumnya dibeli sebagai pentahidrat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, dan larutan-larutannya distandardisasi terhadap sebuah standar primer. Larutan-larutan tersebut tidak stabil pada jangka waktu yang lama, sehingga boraks atau natrium karbonat seringkali ditambahkan sebagai bahan pengawet.

Iodin mengoksidasi tiosulfat menjadi ion tetratrat:



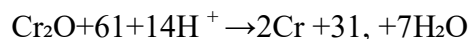
Reaksinya berjalan cepat, sampai selesai, dan tidak ada reaksi sampingan. Berat ekuivalen dari $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ adalah berat molekularnya, 248,17, karena satu elektron per satu molekul hilang. Jika pH dari larutan di atas 9, tiosulfat teroksidasi secara parsial menjadi sulfat:



Dalam larutan yang netral, atau sedikit alkalin, oksidasi menjadi sulfat tidak muncul, terutama jika iodin dipergunakan sebagai titran. Banyak agen pengoksidasi kuat, seperti garam permanganat, garam dikromat, dan garam serium(IV), mengoksidasi tiosulfat menjadi sulfat, namun reaksinya tidak kuantitatif.

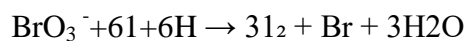
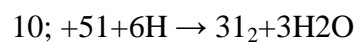
Standardisasi Larutan-larutan Tiosulfat. Sejumlah substansi dapat dipergunakan sebagai standar-standar primer untuk larutan-larutan tiosulfat. Iodin murni adalah standar yang paling jelas namun jarang dipergunakan dikarenakan kesulitannya dalam penanganan dan penimbangan yang lebih sering dipergunakan adalah standar yang terbuat dari suatu agen pengoksidasi kuat yang akan membebaskan iodin dari iodida, sebuah proses iodometrik.

Kalium Dikromat. Senyawa ini bisa didapat dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Senyawa ini mempunyai berat ekuivalen yang cukup tinggi, tidak higroskopik, dan padat serta larutan-larutannya amat stabil. Reaksi dengan iodida dilakukan di dalam sekitar 0,2 sampai 0,4 M asam dan selesai dalam 5 sampai 10 menit.



Berat ekuivalen dari kalium dikromat adalah seperenam dari berat molekularnya, atau 49,03 g/eq. Pada konsentrasi-konsentrasi asam yang lebih besar dari 0,4 M. oksidasi udara dari kalium iodida cukup besar. Untuk memperoleh hasil terbaik, seporci kecil natrium bikarbonat atau es kering ditambahkan ke dalam labu titrasi. Karbon dioksida yang dihasilkan akan menggeser tempat udara, di mana setelah proses ini campurannya dibiarkan tinggal sampai reaksinya selesai.

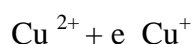
Kalium Iodat dan Kalium Bromat. Kedua garam ini mengoksidasi iodida secara kuantitatif menjadi iodin dalam larutan asam:



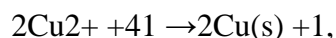
Reaksi iodatnya berjalan cukup cepat; reaksi ini juga hanya membutuhkan sedikit kelebihan ion hidrogen untuk menyelesaikan reaksi. Reaksi bromat berjalan lebih lambat, namun kecepataannya dapat ditingkatkan dengan menaikkan konsentrasi ion hidrogen. Biasanya, sejumlah kecil amonium molibdat ditambahkan sebagai katalis.

Kerugian utama dari kedua garam ini sebagai standar primer adalah bahwa berat ekuivalen mereka kecil. Dalam setiap kasus berat ekuivalen adalah seperenam dari berat molekular, di mana berat ekuivalen KIO₃ adalah 35,67 dan KBrO₃ adalah 27,84. Untuk menghindari kesalahan yang besar dalam menimbang, petunjuk-petunjuk biasa mensyaratkan penimbangan sebuah sampel yang besar, pengenceran di dalam sebuah labu volumetrik, dan menarik mundur alikuot. Garam kalium asam iodat, KIO₃, HIO₃, dapat juga dipergunakan sebagai standar primer namun berat ekuivalennya juga kecil, seperduabelas dari berat molekularnya, atau 32,49.

Tembaga. Tembaga murni dapat dipergunakan sebagai standar primer untuk natrium tiosulfat dan disarankan untuk dipakai ketika tiosulfatnya akan dipergunakan untuk menentukan tembaga. Potensial standar dari pasangan Cu(II) Cu(I),



adalah +0,15 V, sehingga iodin, E° = +0,53 V, adalah agen pengoksidasi yang lebih baik dibandingkan ion Cu(II). Namun demikian, ketika ion iodida ditambahkan ke dalam sebuah larutan Cu(II), endapan CuI terbentuk,



Reaksi dipaksa bergeser ke kanan oleh pembentukan endapan dan juga oleh penambahan ion iodida berlebih. pH dari larutan harus dijaga oleh suatu sistem penyangga, biasanya antara 3 dan 4.

Telah ditemukan bahwa iodin ditahan oleh adsorpsi pada permukaan dari endapan tembaga(I) iodida dan harus dipindahkan untuk mendapatkan hasil-hasil yang benar.

Kalium tiosianat biasanya ditambahkan sesaat sebelum titik akhir dicapai untuk menyikatkan iodine yang diadsorpsi

Penentuan-penentuan iodometrik. Ada banyak aplikasi proses iodometrik dalam kimia analisis. Penentuan iodometrik tembaga banyak dipergunakan baik untuk bijih maupun paduannya. Metoda ini memberikan hasil-hasil yang sempurna dan lebih cepat daripada penentuan elektrolitik tembaga. Metoda klasik dari Winkler adalah sebuah metoda sensitif untuk menentukan oksigen yang dilarutkan dalam air. Ke dalam sampel air ditambahkan sejumlah berlebih garam mangan(II), natrium iodida, dan natrium hidroksida. $Mn(OH)_2$ putih diendapkan dan secara cepat dioksidasi menjadi $Mn(OH)_3$, coklat. Larutannya kemudian diasamkan, dan $Mn(OH)_3$ mengoksidasi iodida menjadi iodine, yang kemudian dititrasi dengan sebuah larutan standar dari natrium.

Penentuan-penentuan dengan iodine (Titrasi langsung)

Beberapa penentuan yang dapat dilakukan melalui titrasi langsung dengan sebuah larutan iodine. Penentuan antimon serupa dengan penentuan arseni, kecuali bahwa ion-ion tartrat, $C_2H_2O_4$, ditambahkan ke dalam kompleks antimon dan mencegah pengendapan dari garam-garam seperti $SbOCl$ ketika larutan dinetralkan. Titrasi kemudian dilakukan di dalam sebuah penyangga bikarbonat dengan pH sekitar 8. Dalam penentuan timah dan sulfit, larutan yang sedang dititrasi harus dilindungi dari oksidasi oleh udara. Titrasi hidrogen sulfida sering kali dipergunakan untuk menentukan belerang di dalam besi atau baja.

Penetapan kadar pada masing-masing sampel dengan metode iodometri atau titrasi tidak langsung. Prinsip dari metode ini adalah sifat oksidator kuat pada klorin akan direduksi dengan kalium iodida berlebih dan akan menghasilkan iodine. Iodine yang dihasilkan selanjutnya dititrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat, banyaknya volume tiosulfat yang digunakan sebagai titran berbanding lurus dengan iod yang dihasilkan. Titrasi larutan dilakukan dalam suasana asam dengan penambahan asam asetat. Fungsi penambahan asam asetat adalah supaya iodine

bereaksi dengan hidroksida dari asam asetat dan akan menjadi ion iodida, dan erlenmeyer yang berisi larutan iodium ditutup menggunakan plastik hitam, karena iodium mudah teroksidasi oleh cahaya dan udara sehingga akan sulit dititrasi menggunakan natrium tiosulfat.

Istilah oksidasi mengacu pada setiap perubahan kimia dimana terjadi kenaikan bilangan oksidasi, sedangkan reduksi digunakan untuk setiap penurunan bilangan oksidasi. Berarti proses oksidasi disertai dengan hilangnya elektron sedangkan reduksi memperoleh elektron. Oksidator adalah senyawa dimana atom yang terkandung mengalami penurunan bilangan oksidasi. Sebaliknya pada reduktor, atom yang terkandung mengalami kenaikan bilangan oksidasi. Oksidasi reduksi harus selalu berlangsung bersama dan saling mengkompensasi satu sama lain. oksidator reduktor mengacu kepada suatu senyawa, tidak pada atomnya saja. Jika suatu reagen berperan baik sebagai reduktor dan oksidator, maka dikatakan zat tersebut mengalami autooksidasi dan disproporsionasi

Titration Iod/Iodometry in this case is known in two ways, namely

(a) iodimetry (direct method)

Direct Titration (Iodimetry), titration is carried out directly with standard iodine solution as oxidant, because iodine solution is a weak oxidant, its use is limited.

(b) iodometry (indirect method).

Indirect titration, the substance to be determined is reacted with iodine iodide, usually an excess of KI solution is used. The oxidant is reduced with releasing I_2 whose amount is equivalent

The first method (iodimetry), I_2 solution is used to oxidize the reductant quantitatively at its equivalence point. However, the first method is rarely applied because I_2 is a weak oxidant, and the presence of a strong oxidant will give a reaction

samping dengan reduktor tadi. Adanya reaksi samping ini mengakibatkan penyimpangan hasil penetapan. Cara tak langsung yang disebut iodometri, semua oksidator yang akan diterapkan konsentrasi atau kadarnya direaksikan dengan ion iodide (I^-) berlebih sehingga I_2 dibebaskan. Baru kemudian I_2 bebas ini dititrasi dengan larutan baku $Na_2S_2O_3$ dengan indikator amilum.

Titrasi iodometri menggunakan amilum sebagai indikator yang berfungsi untuk menunjukkan titik akhir titrasi yang ditandai dengan perubahan warna dari biru menjadi tidak berwarna. Larutan indikator amilum ditambahkan pada saat akan menjelang titik akhir dititrasi, karena jika indikator amilum ditambahkan diawal akan membentuk iod-amilum memiliki warna biru kompleks yang sulit dititrasi oleh natrium tiosulfat

Proses titrasi iodometri merupakan titrasi dari I_2 yang dibebaskan dalam reaksi kimia. Titrasi langsung dengan iod digunakan larutan iod dalam kalium iodida. Sebelum melakukan proses titrasi untuk mengukur kandungan H_2S pada gas alam, dilakukan terlebih dahulu standarisasi normalitas larutan $Na_2S_2O_3$. standarisasi larutan $Na_2S_2O_3$ menggunakan larutan $K_2Cr_2O_7$ dan KI yang berfungsi sebagai standar primer penetapan normalitas $Na_2S_2O_3$. Pada saat titrasi berlangsung $K_2Cr_2O_7$ dan KI akan bereaksi membentuk sehingga membentuk I_2 pada suasana asam dengan membebaskan iod, maka dari itu ditambahkan HCl yang berfungsi untuk mengatur tingkat keasaman dalam larutan. Amilum merupakan indikator redoks khusus yang digunakan sebagai petunjuk telah terjadi titik ekuivalen pada titrasi iodometri. Hal ini disebabkan warna biru gelap dari kompleks iodin – amilum merupakan warna spesifik untuk titrasi iodometri. Mekanisme belum diketahui dengan pasti namun ada asumsi bahwa molekul iodin tertahan dipermukaan β -amilosa. Larutan amilum mudah terdekomposisi oleh bakteri, sehingga biasanya ditambahkan asam borat sebagai pengawet

UNIT 5

SPOT TEST

(By Idil Muftih)

Selamat datang dalam modul ini yang akan membawa Anda dalam perjalanan yang menarik ke dalam dunia spot test di laboratorium! Di dalam modul ini, Anda akan diajak untuk menjelajahi konsep dasar, teknik, dan aplikasi penting dari spot test dalam analisis kimia.

Spot test merupakan salah satu teknik yang paling sederhana namun sangat efektif dalam analisis kualitatif. Dengan menggunakan reagen tertentu, kita dapat mengidentifikasi keberadaan atau sifat-sifat kimiawi dari senyawa yang diamati. Melalui serangkaian percobaan praktis, Anda akan belajar bagaimana melakukan spot test dengan benar, menginterpretasikan hasil, serta memahami prinsip-prinsip dasar di balik teknik ini.

Selain memperdalam pemahaman tentang spot test, modul ini juga akan menyoroti pentingnya kehati-hatian dan akurasi dalam setiap langkah percobaan. Karena, pada akhirnya, keberhasilan sebuah analisis bergantung pada ketepatan pengamatan dan interpretasi data.

Mari bersiap untuk memasuki dunia yang penuh dengan warna, reaksi kimia, dan penemuan yang menakjubkan! Dengan semangat ilmiah yang tinggi, mari kita mulai perjalanan kita dalam memahami lebih dalam tentang spot test melalui kegiatan percobaan di laboratorium.

Setelah melihat Bagan di atas dan membaca pengantar terkait spot test, apakah anda tertarik untuk menjelajahi lebih jauh tentang spot test?

UNTUK MENGETAHUI LEBIH JAUH, BACALAH URAIAN DI BAWAH!

Andi, seorang ahli kimia, diberikan tugas untuk mengidentifikasi unsur logam yang terlarut dalam sampel air sungai. Untuk melakukan identifikasi tersebut, Andi memutuskan untuk menggunakan teknik spot test.

Andi mengambil sampel air sungai dan mempersiapkan beberapa reagen yang umumnya digunakan untuk identifikasi unsur logam. Dia kemudian menyaring sampel air dan menempatkan sejumlah kecil sampel di atas substrat kertas saring.

Beberapa Langkah yang dilakukan Andi antara lain:

Pemberian Reagen: Andi menambahkan beberapa tetes reagen yang berbeda ke dalam spot-spot yang telah disiapkan. Dia menggunakan reagen asam klorida (HCl), larutan natrium hidroksida (NaOH), dan larutan amonium sulfida ((NH₄)₂S).

Pengamatan: Setelah menambahkan reagen, Andi mengamati perubahan yang terjadi pada spot-spot tersebut. Dia melihat perubahan warna dan pembentukan endapan pada beberapa spot, sementara spot lainnya tetap tidak berubah.

Interpretasi Hasil: Berdasarkan perubahan yang terjadi, Andi dapat mengidentifikasi unsur logam yang terlarut dalam sampel air sungai. Spot yang menghasilkan perubahan warna coklat ketika ditambahkan larutan amonium sulfida menunjukkan adanya sulfida logam, menandakan keberadaan logam logam sulfida (seperti PbS atau HgS). Spot yang menghasilkan endapan putih ketika ditambahkan larutan natrium hidroksida menunjukkan adanya logam-logam golongan IA seperti kalsium, magnesium, atau aluminium.

Dengan menggunakan spot test, Andi berhasil mengidentifikasi unsur logam dalam sampel air sungai dengan cepat dan efisien.

Melalui kasus ini, siswa dapat memahami bagaimana spot test digunakan untuk mengidentifikasi unsur logam dalam sampel kimia. Mereka akan belajar tentang pemberian reagen, pengamatan perubahan yang terjadi, dan interpretasi hasil spot test untuk mendapatkan informasi tentang senyawa yang hadir dalam sampel.

Melalui contoh di atas kita akan melangkah pada pengenalan konsep dasar spot test yang meliputi: Definisi, prinsip dasar, tujuan analisis kualitatif, reagen, Teknik pelaksanaan, interpretasi hasil, kelebihan dan keterbatasan serta aplikasi spot test.

Dengan memahami konsep dasar tersebut, peserta pembelajaran akan dapat mengaplikasikan spot test dengan lebih efektif dan memahami relevansinya dalam analisis kualitatif.

Perhatikan peta konsep berikut:



(Bagan 1. Konsep dasar spot test)

Dengan memahami konsep dasar tersebut, peserta didik diharapkan dapat mengaplikasikan spot test dengan lebih efektif dan memahami relevansinya dalam analisis kualitatif.

Pemahaman konsep dasar tentang spot test;

Secara ringkas, berikut rangkuman dari konsep dasar spot test yang harus diketahui.

Definisi Spot Test: Spot test adalah sebuah metode analisis kualitatif sederhana yang digunakan untuk mengidentifikasi keberadaan atau sifat-sifat kimia dari suatu senyawa. Metode ini melibatkan penggunaan reagen tertentu yang bereaksi dengan senyawa target, menghasilkan perubahan warna atau endapan karakteristik.

Prinsip Dasar: Spot test didasarkan pada prinsip bahwa senyawa-senyawa kimia memiliki sifat-sifat khas yang memungkinkan mereka bereaksi secara khusus dengan reagen tertentu. Interaksi antara senyawa target dan reagen tersebut menghasilkan produk reaksi yang dapat diamati, memberikan petunjuk tentang keberadaan atau sifat-sifat senyawa tersebut.

Tujuan Analisis Kualitatif: Tujuan utama spot test adalah untuk melakukan analisis kualitatif, yaitu mengidentifikasi jenis dan sifat-sifat senyawa dalam sampel yang diamati. Ini berbeda dengan analisis kuantitatif yang bertujuan untuk menentukan jumlah relatif atau absolut senyawa dalam sampel.

Reagen: Pemilihan reagen yang tepat sangat penting dalam spot test. Reagen tersebut haruslah bereaksi secara spesifik dengan senyawa target dan menghasilkan perubahan yang dapat diamati. Beberapa reagen umum yang digunakan dalam spot test meliputi asam, basa, logam, kompleksometri, dan reagen spesifik lainnya.

Teknik Pelaksanaan: Spot test umumnya dilakukan dengan cara menempatkan sejumlah kecil sampel di atas substrat tertentu, seperti kertas saring, plat piringan, atau larutan dalam tabung uji, dan kemudian menambahkan reagen. Reaksi antara sampel dan reagen menghasilkan perubahan yang dapat diamati, seperti perubahan warna atau pembentukan endapan.

Interpretasi Hasil: Interpretasi hasil spot test memerlukan pemahaman yang baik tentang karakteristik perubahan yang terjadi setelah pemberian reagen. Ini meliputi pengamatan perubahan warna, pembentukan endapan, perubahan pH, atau perubahan lain yang khas untuk reaksi tertentu. Interpretasi hasil yang akurat membutuhkan pengalaman dan pengetahuan yang luas tentang senyawa-senyawa dan reagen yang digunakan.

Kelebihan dan Keterbatasan: Spot test memiliki kelebihan dalam kecepatan, kemudahan pelaksanaan, dan biaya yang relatif rendah. Namun, metode ini juga

memiliki keterbatasan, seperti kurangnya ketepatan dan sensitivitas yang rendah jika dibandingkan dengan teknik analisis kuantitatif yang lebih canggih.

Aplikasi: Spot test memiliki beragam aplikasi dalam berbagai bidang, termasuk kimia forensik, analisis air dan tanah, pengujian obat, dan identifikasi senyawa organik dan anorganik dalam laboratorium kimia.

Setelah mengetahui konsep dasar spot test, kita terlebih dahulu harus membangun Pengetahuan Tentang Senyawa Kimia: Anda perlu memahami sifat-sifat kimia dari berbagai senyawa, termasuk sifat-sifat yang memungkinkan identifikasi dengan menggunakan spot test. Ini meliputi sifat fisik, sifat kimiawi, serta reaktivitas senyawa-senyawa tersebut.

Berikut ini adalah susunan pengetahuan tentang sifat-sifat kimia dari berbagai senyawa yang memungkinkan identifikasi dengan menggunakan spot test:

Sifat Fisik: Pemahaman tentang sifat fisik senyawa penting untuk mengidentifikasi senyawa target dalam spot test. Beberapa sifat fisik yang dapat diamati meliputi:

- Warna: Warna merupakan sifat fisik yang sangat mencolok dan dapat digunakan sebagai petunjuk awal dalam identifikasi senyawa.
- Bentuk: Bentuk kristal atau bentuk fisik lainnya dari senyawa dapat memberikan petunjuk tambahan dalam identifikasi.
- Kelarutan: Kelarutan senyawa dalam pelarut tertentu juga dapat digunakan sebagai informasi tambahan.

Sifat Kimiawi: Sifat kimia dari senyawa-senyawa tersebut memainkan peran penting dalam identifikasi menggunakan spot test. Beberapa sifat kimia yang relevan meliputi:

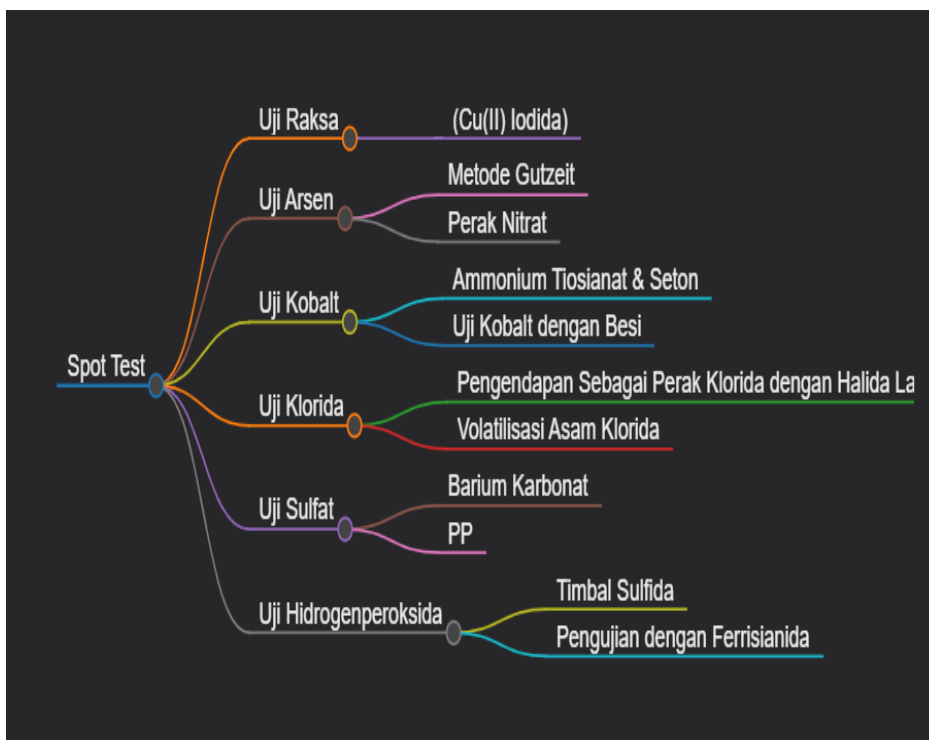
- pH: Sifat asam-basa senyawa dapat mempengaruhi reaksi dengan reagen tertentu dalam spot test.
- Kelarutan dalam Asam/Basa: Kelarutan senyawa dalam asam atau basa tertentu dapat menunjukkan sifat asam atau basa dari senyawa tersebut.
- Reaksi dengan Logam: Beberapa senyawa menunjukkan reaktivitas khusus dengan logam tertentu, yang dapat dimanfaatkan dalam spot test.

Reaktivitas: Memahami reaktivitas senyawa-senyawa tersebut penting untuk menentukan reagen yang tepat yang akan digunakan dalam spot test. Beberapa contoh reaktivitas yang relevan termasuk:

- Reaksi Oksidasi-Reduksi: Senyawa yang dapat teroksidasi atau direduksi dapat memberikan reaksi yang khas dalam spot test.
- Pembentukan Endapan: Beberapa senyawa membentuk endapan khas ketika bereaksi dengan reagen tertentu, yang dapat diamati sebagai hasil dari spot test.
- Pembentukan Gas: Beberapa reaksi dalam spot test menghasilkan gas, yang dapat diamati sebagai gejala tambahan dalam identifikasi senyawa.

Pemahaman mendalam tentang sifat-sifat fisik dan kimiawi dari berbagai senyawa akan membantu dalam memilih reagen yang tepat dan menginterpretasikan hasil spot test dengan lebih akurat. Dengan demikian, pengetahuan tentang sifat-sifat kimia ini sangat penting dalam mengimplementasikan spot test dalam analisis kualitatif.

Mari melangkah ke bagian yang paling kita tunggu, berikut beberapa percobaan yang dapat kita lakukan di laboratorium!



(Bagan 2. Percobaan spot test)

1. Uji raksa dengan Cu (II) Iodida
2. Uji Arsen
 - i) Dengan metode Gutzeit
 - ii) Dengan perak nitrat
3. Uji Kobalt
 - i) Dengan ammonium tiosianat dan seton
 - ii) Uji kobalt dengan adanya besi
4. Uji Klorida
 - i) Pengujian dengan pengendapan sebaal perak klorida dengan adanya halide lain
 - ii) Pengujian dengan volatilisasi asam kllorida
5. Uji Sulfat dengan barium karbonat dan PP
6. Uji Hidrogenperoksida
 - i) Dengan timbal sulfida
 - ii) Pengujian dengan ferrisianida

1. Uji raksa dengan Cu (II) Iodida

Suspensi Cu (II) iodida putin atau kertas saring yang telah dibasahi dengan Cu (II) iodida akan berubah menjadi merah atau orange bila bercampur dengan larutan garam raksa yang telah diasamkan. Intensitas warna bergantung pada jumlah raksa yang ada.
 Reaksi: $2 \text{Cu}_2\text{I} + \text{Hg}_2^{2+} \rightarrow \text{Cu}_2(\text{HgI}_4) + \text{Cu}^{2+}$

Cara kerja:

Larutan yang diuji harus dalam suasana HCl atau asam nitrat 1 N Masukkan 1 tetes larutan KI-Na₂SO₃ pada spot-plate ddiikuti dengan 1 tetes larutan CuSO₄ dan 1 tetes larutan yang akan diuji, maka akan muncul warna merah atau orange yang tergantung pada jumlah raksa yang ada

2. Uji Arsen

a. Dengan metode Gutzeit

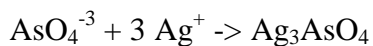
Bila uap hidrida arsen dialirkan ke kertas saring yang telah dibasahi menjadi berwarna. Bila yang digunakan adalah arutan AgNO₃ 1:1, yang terjadi adalah warna kuning dari AsAg₃-AgNO₃, yang dengan air berubah menjadi hitam karena terjadinya endapan logam perak.

Cara kerja:

Masukkan beberapa ml larutan yang akan diuji ke dalam tabung reaksi dan tambahkan beberapa butir logam Zn (granul) dan asam sulfat encer. Tabung reaksi kemudian ditutup dengan kertas sarang yang telah dibasahi dengan larutan perak nitrat 20%. Bila ada arsen, maka akan terbentuk noda kuning.

b. Dengan perak nitrat

Alkali arsenat membentuk perak arsenat yang berwarna merah kecoklatan yang tidak larut dalam asam asetat. Reaksinya digambarkan sebagai berikut:



Bila arsen dalam bentuk asam arsenit, suifida, sulfoarsenit atau sulfoarsenat, harus diubah menjadi arsenat dengan penambahan ammonia dan hidrogen peroksida.

Cara kerja:

Masukkan satu tetes larutan yang diuji ke dalam krus porselin dan panaskan beberapa tetes amonia dan hidrogen peroksida 10%. Campuran kemudian diasamkan dengan asam asetat encer dan tambahkan 1 atau 2 tetes larutan perak nitrat 1%. Bila ada arsen akan timbul endapan atau larutan yang berwarna merah coklat.

3. Uji Kobalt

a. Dengan ammonium tiosianat dan seton

Larutan garam kobalt dalam suasana asam yang mengandung aseton yang cukup, pada penambahan ammonium tiosianat akan memberikan warna biru yang intens karena terbentuknya kompleks tiosianat.

Cara kerja:

Masukkan satu tetes larutan yang diuji ke dalam spot plate dan tambahkan 1 tetes larutan jentih ammonium tiosianat dalam aseton. Tergantung pada banyaknya kobalt yang ada, akan muncul hijau sampai biru.

b. Uji kobalt dengan adanya besi

Garam ferri dapat diubah menjadi kompleks ferri fluorida yang tidak larut dan tidak berwarna dengan penambahan alkali fluorida.

Cara kerja:

Satu atau dua tetes larutan yang akan diuji dicampur dengan beberapa mg ammonium fluorida dalam spot plate, kemudian ditambahkan 5 tetes larutan ammonium tiosianat 10% dalam aseton. Dengan cara ini, kobalt dideteksi dalam sampel yang mengandung besi sampai 1000 kali jumlah kobalt.

4. Uji Klorida

a. Pengujian dengan pengendapan sebaal perak klorida dengan adanya halida lain.

Larutan klorida dalam suasana asam tidak bereaksi dengan penambahan hidrogen peroksida, sedangkan bromida dan iodida teroksidasi menjadi brom dan iod. Bila okstdasi dilangsungkan dengan adanya oksin, maka senyawa fenolik ini akan terhalogenasi oleh halogen bebas tersebut. Larutan asam dari oksin terhaiogenasi tidak bereaksi dengan perak klorida. Dengan dasar ini, klorida masih dapat diuji dengan adanya ion halogen lain sampai pada konsentrasi 2%.

Cara kerja:

Satu tetes larutan yang diuji ditambah 1 tetes larutan oksin, 1 tetes larutan hidrogen peroksida dan 1 tetes asam nitrat kemudian panaskan selama ± 4 menit. Tambahkan 1 tetes larutan perak nitrat 1%. Bila ada klorida, maka akan terbentuk kekerufian atau endapan.

b. Pengujian dengan volatilisasi asam klorida.

Bila klorida padat dipanaskan dengan asam nitrat pekat, tidak hanya dihasilkan nitrosil klorida, tetapi juga asam klorida. Asam klorida ini akan mengeruhkan larutan perak nitrat kerana pembentukan perak klorida.

Cara kerja:

Tambahkan 2 tetes asam nitrat pekat ke dalam sedikit sampel padatan di dalam suatu tabung reaksi. Letakkan batang pengaduk yang telah dibasahi dengan larutan perak nitrat di atas campuran reaksi tersebut, kemudian panaskan sampai terbentuk gelembung-gelembung. Amati terjadinya kekeruhan pada larutan perak nitrat.

5. Uji Sulfat dengan barium karbonat dan pp

Barium karbonat bereaksi cepat terhadap larutan alkali sulfat netral.

Berlangsungnya reaksi dapat dideteksi dengan indikator pp yang berubah menjadi merah akibat sifat basa dari natrium karbonat hasil reaksi.

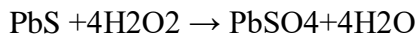
Cara kerja :

Satu tetes larutan uji yang netral dalam krus ditambah dengan 1 tetes suspensi barium karbonat dan dipanaskan sampai kering dalam bath air. Tambahkan 1 tetes larutan pp 1% dalam etil alkohol 1:1. Timbulnya warna merah menunjukkan adanya sulfat.

6. Uji Hidrogenperoksida

a. Dengan timbal sulfida

Timbal sulfida (hitam) bereaksi dengan hidrogen peroksida menghasilkan timbal sulfat (putih).



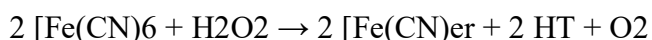
Ini dapat dikerjakan dengan meneteskan sampel ke atas kertas yang telah direndam dalam timbal sulfida.

Cara kerja:

Satu tetes larutan uji yang hampir netral ditetaskan ke atas kertas saring yang telah direndam dengan timbal sulfida. Bila sampel mengandung hidrogen peroksida maka akan terbentuk flek berwarna putih.

b. Pengujian dengan ferrisianida

Larutan besi (III) klorida dan kalium ferrisianida bereaksi dengan zat pereduksi (SnCl_2 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, dan sebagainya), menghasilkan warna biru prusi. Hidrogen peroksida mereduksi ferrisianida menurut reaksi:



Ferrosianida yang dihasilkan bereaksi dengan besi (III) klorida dalam larutan dan menghasilkan warna biru prusi

DAFTAR PUSTAKA

- Alahudin. M. (2020). *Buku Ajar Kimia Analitik Dasar*. Semarang: UNNES Press
- Chang Raymond. (2003). *Kimia Dasar*. Jakarta : Erlangga
- Day & Underwood. (2002). *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta:Erlangga
- Ethica., S., N. (2020). *Teori Kimia Analitik Teknologi laboratorium Medis*. Yogyakarta: IKAPI
- Grdinic, V. (2018). *Analytical Profile of the Resin Spot Test Method*. Amerika Serikat: CRC Press.
- Hubungan Nilai Modulus Kekakuan Pada Alat Marshall Test Terhadap Alat Light Weight Deflectometer (LWD) Laboratorium. (n.d.). (n.p.): wawasan Ilmu.
- Indahyatmi. (2020). *Titrimetri&Gravimetri*.Yogyakarta:Pressindo
- Kimia Farmasi Kualitatif : Teori dan Analisa Komprehensif. (2023). (n.p.): PT. Sonpedia Publishing Indonesia.
- Lukum, S. (2022). *Dasar-dasar Kimia Analitik*. Gorontalo: UNG Press.
- Penuntun Kimia Analitik. (2022). *Praktikum Kimia Analitik*. Makassar: UNM
- Rodiana, T., & Suprijadi. (2013). *Analisis Titrimetri dan Gravimetri*. Cianjur: DPSMK Press
- Rusman, Rahmayani, R., F., & Mukhlis. (2018). Banda Aceh: IKAPI
- Sastroamidjojo., H. (2018). Yogyakarta:IKAPI Universitas Gadjah Mada Press
- Sudjadi & Rohman., A. (2018). *Analisis Kuantitatif Obat*. Yogyakarta:IKAPI Universitas Gadjah Mada Press
- Sulistiyarti.,H & Ani., M. (2021). *Kimia Analisis Kuantitatif Dasar*. Malang: Universitas Brawijaya Press