

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Dalam penetapan kadar senyawa yang sukar larut, diterapkan metode tertentu yang melibatkan prinsip pengendapan. Pengendapan merupakan metode yang sangat penting dalam pemisahan suatu sampel menjadi komponen-komponennya. Proses yang dilibatkan adalah proses dimana zat yang akan dipisahkan digunakan untuk membentuk suatu endapan padat. Endapan adalah zat yang memisahkan diri sebagai suatu fase padat keluar dari larutan. Analisa dengan prinsip pengendapan telah digunakan secara meluas dalam kimia analitis, khususnya dalam metode argentometri dan gravimetri.

Argentometri merupakan analisa kuantitatif volumetrik dengan larutan standar  $\text{AgNO}_3$  berdasarkan pengendapan. Argentometri digunakan untuk menentukan kadar suatu unsur dalam titrasi yang melibatkan garam perak dengan indikator yang sesuai. Titrasi argentometri tidak hanya dapat digunakan untuk menentukan ion halida, akan tetapi juga dapat dipakai untuk menentukan merkaptan (thioalkohol), asam lemak, dan beberapa anion divalen. Ada tiga metode yang dapat digunakan dalam analisa argentometri, diantaranya adalah metode Mohr, metode Fajans, dan metode Volhard. Titik akhir titrasi ditentukan oleh terbentuknya larutan berwarna atau timbulnya kekeruhan yang pertama. Kegunaan analisa argentometri pada praktikum ini adalah menentukan kadar halogenida, misalnya  $\text{Cl}^-$ , yang terkandung dalam sampel sehingga berguna untuk oseanografi, pangan, dan industri. Sarjana teknik kimia banyak bekerja di bidang tersebut, sehingga diharapkan sarjana teknik kimia dapat melaksanakan analisa argentometri dengan prosedur yang benar.

### **1.2 Tujuan Percobaan**

1. Menganalisa kadar  $\text{Cl}^-$  dengan metode Mohr.
2. Menganalisa kadar  $\text{Cl}^-$  dengan metode Fajans.

### **1.3 Manfaat Percobaan**

1. Mahasiswa memahami dan mempunyai keterampilan dalam menganalisa kadar  $\text{Cl}^-$  dengan metode Mohr.
2. Mahasiswa memahami dan mempunyai keterampilan dalam menganalisa kadar  $\text{Cl}^-$  dengan metode Fajans.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

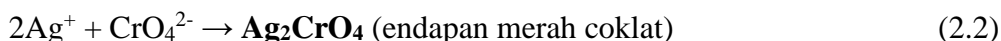
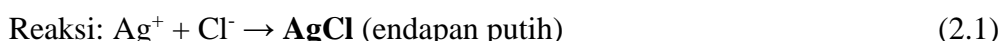
Argentometri berasal dari bahasa latin “*Argentum*” yang berarti perak. Argentometri merupakan analisa kuantitatif volumetrik untuk menentukan kadar halogen dalam sampel dengan menggunakan larutan standar  $\text{AgNO}_3$  pada suasana tertentu. Metode argentometri disebut juga dengan metode pengendapan karena pada argentometri terjadi pembentukan endapan atau senyawa yang relatif tidak larut. Larutan  $\text{AgNO}_3$  merupakan larutan standar sekunder sehingga harus distandarisasi dengan larutan standar primer terlebih dahulu. Larutan standar primer adalah larutan yang mempunyai kadar tertentu atau tetap, sedangkan larutan standar sekunder adalah larutan yang kadarnya tidak tetap atau dapat berubah-ubah. Larutan standar primer yang biasa digunakan untuk standarisasi larutan  $\text{AgNO}_3$  adalah  $\text{NaCl}$ . Pada analisa argentometri titik akhir titrasi ditentukan oleh terbentuknya larutan berwarna atau timbulnya kekeruhan yang pertama. Ada tiga metode yang dapat digunakan dalam analisa argentometri yaitu metode Mohr, metode Fajans, dan metode Volhard.

#### 2.1 Metode Analisa Argentometri

Berikut ini adalah metode yang digunakan dalam analisa argentometri:

##### a. Metode Mohr

Digunakan untuk menetapkan kadar ion halogen yang dilakukan dalam suasana netral dengan indikator  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  dan larutan standar  $\text{AgNO}_3$ . Ion kromat akan bereaksi dengan ion perak membentuk endapan merah coklat dari perak kromat (Effendi, 2012).



Dasar titrasi dengan metode ini adalah suatu pengendapan bertingkat dari  $\text{AgCl}$  dan setelah semua mengendap baru terjadi endapan  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ . Untuk lebih jelasnya kita dapat melihat contoh berikut.

Misal dalam larutan  $\text{NaCl}$  0,1 M terdapat adanya indikator  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  yang mempunyai konsentrasi 0,01 M, maka konsentrasi  $\text{Ag}^+$  untuk mengendapkan ion  $\text{Cl}^-$  dan  $\text{CrO}_4^{2-}$  dapat dihitung.

- Untuk mengendapkan ion  $\text{Cl}^-$

Pada saat ini terjadi titik kesetaraan. Baik ion klorida maupun ion perak tidak ada yang berlebih dan masing-masing konsentrasi adalah  $K_{sp}$  kuadrat.

Pada kurva titrasi titik ini disebut titik ekuivalen (TE), yaitu titik pada kurva yang menunjukkan jumlah gram ekuivalen titran sama dengan jumlah gram ekuivalen zat yang dititrasi.

$$K_{sp} \text{ AgCl} = 1,0 \times 10^{-10}$$

$$[\text{Ag}^+] = [\text{Cl}^-]$$

$$[\text{Ag}^+]^2 = 1,0 \times 10^{-10}$$

$$[\text{Ag}^+] = 1,0 \times 10^{-5}$$

- Untuk mengendapkan ion  $\text{CrO}_4^{2-}$

$$K_{sp} \text{ Ag}_2\text{CrO}_4 = 2 \times 10^{-12}$$

$$[\text{Ag}^+]^2 [\text{CrO}_4^{2-}] = 2 \times 10^{-12}$$

$$[\text{Ag}^+]^2 [10^{-2}] = 2 \times 10^{-12}$$

$$[\text{Ag}^+]^2 = 2 \times 10^{-10}$$

$$[\text{Ag}^+] = 1,4 \times 10^{-5}$$

Dari contoh di atas dapat dilihat bahwa banyaknya ion perak yang dibutuhkan untuk mengendapkan ion kromat jauh lebih besar dari yang dibutuhkan untuk mengendapkan ion klorida. Oleh karena itu, pada saat TAT terjadi, seharusnya ion klorida yang ada di dalam larutan sudah sepenuhnya mengendap. Adapun perak kromat hanya bisa mengendap setelah semua ion klorida bereaksi terlebih dahulu membentuk perak klorida.

Hal-hal yang perlu diperhatikan dalam penggunaan metode Mohr:

1. Baik untuk menentukan ion klorida dan bromida tetapi tidak cocok untuk ion iodida dan tiosianida.
2. Titrasi dalam suasana netral atau sedikit alkalis, pH 7 – 10,5.
3. Tidak cocok untuk titrasi larutan yang berwarna, seperti  $\text{CuCl}_2$  (biru),  $\text{CaCl}_2$  (perak),  $\text{NiCl}$  (hijau) karena akan menyulitkan pengamatan saat TAT.
4. Tidak bisa untuk garam-garam Cl dan Br yang terhidrolisa karena dapat membentuk endapan yang tidak diinginkan. Misal garam Cl atau Br dengan kation Al, Fe, Bi, Sn, Sb, dan Mg.
5. Larutan tidak boleh mengandung  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  karena akan mengendap dengan Ag.
6. Larutan tidak boleh mengandung ion  $\text{Pb}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  karena dapat mengendap sebagai garam kromat yang berwarna. Ion tersebut dapat dihilangkan dengan penambahan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  jenuh.

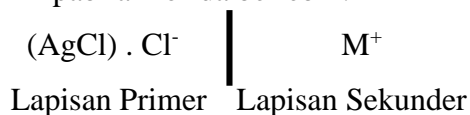
## b. Metode Fajans

Dalam metode ini digunakan indikator adsorpsi. Bila suatu senyawa organik

yang berwarna teradsorbsi pada permukaan suatu endapan, senyawa organik tersebut dapat mengalami modifikasi struktur yang menyebabkan perubahan warna yang drastis atau menjadi lebih tua. Perubahan warna ini dapat digunakan untuk mendeteksi titik akhir titrasi pengendapan garam perak.

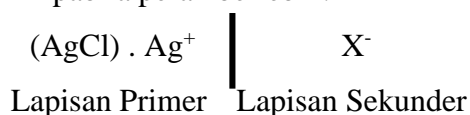
Mekanisme kerja indikator semacam ini berbeda dari mekanisme biasanya. Fajans menemukan bahwa fluoresein dan beberapa fluoresein tersubstitusi dapat bertindak sebagai indikator untuk titrasi perak. Bila perak nitrat ditambahkan ke dalam suatu larutan natrium klorida, partikel perak klorida yang sangat halus cenderung mengadsorbsi (memegangi pada permukaannya) sejumlah ion klorida berlebihan yang ada dalam larutan itu. Ion-ion klorida ini kelak membentuk lapisan primer teradsorbsi yang menyebabkan partikel koloidal perak klorida itu bermuatan negatif. Partikel negatif ini kemudian cenderung menarik ion-ion positif (*interaksi charge*) dari dalam larutan untuk membentuk lapisan sekunder teradsorbsi yang terikat lebih longgar (lebih lemah).

Apabila klorida berlebih:



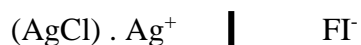
Jika perak nitrat terus-menerus ditambahkan hingga ion peraknya berlebih, ion-ion ini akan mensubstitusi ion klorida pada lapisan primer. Ion perak yang bermuatan positif ini lantas akan berinteraksi dengan anion dalam larutan lapisan sekunder teradsorbsi.

Apabila perak berlebih:

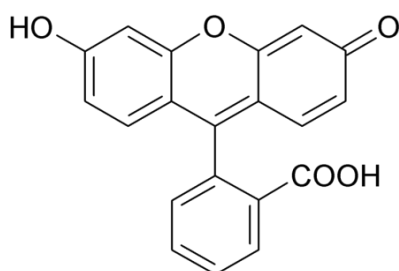


Fluoresein merupakan asam organik lemah yang umum direpresentasikan dengan HFI. Bila fluoresein ditambahkan ke dalam labu titrasi, anionnya, FI<sup>-</sup>, tidaklah diserap oleh perak klorida koloidal selama ion-ion klorida masih berlebih. Akan tetapi bila keadaannya adalah ion perak yang berlebih di mana ion klorida sudah habis bereaksi, barulah ion FI<sup>-</sup> dapat ditarik ke permukaan partikel yang bermuatan positif.

Saat titik akhir titrasi:



Agregat yang dihasilkan akan berwarna merah muda, dan warna itu cukup kontras dan terang untuk digunakan sebagai indikator visual. Gambar 2.1 menunjukkan struktur molekul indikator fluoresein. Gambar 2.2 menunjukkan peristiwa yang terjadi pada saat titrasi metode Fajans.



Gambar 2.1 Struktur molekul indikator fluoresein

$  \begin{array}{ccccccc}  & & & & \text{Ag}^+ & & \\  & & & &   & & \\  \text{Ag}^+ & \text{Cl}^- & \text{Cl}^- & \text{Cl}^- & & & \\  &   & \text{AgCl} &   & & & \\  & \text{Cl}^- & \text{Cl}^- & \text{Cl}^- & & & \\  \text{Ag}^+ & & & & \text{Ag}^+ & &   \end{array}  $	$\text{AgCl}$	$  \begin{array}{ccccccc}  & & & & \text{FI} & & \\  & & & &   & & \\  \text{Ag}^+ & \text{Cl}^- & \text{Cl}^- & \text{Cl}^- & \text{Ag}^+ & & \\  &   & \text{AgCl} &   &   & & \\  & \text{Cl}^- & \text{Cl}^- & \text{Cl}^- & \text{Cl}^- & & \\  \text{Ag}^+ & & & & \text{Ag}^+ & &   \end{array}  $
Sebelum titik ekivalen	Saat titik ekivalen	Saat titik akhir titrasi

Tabel 2.1 Peristiwa yang terjadi pada titrasi metode Fajans

Macam-macam indikator yang biasa digunakan antara lain:

1. Fluoresein untuk ion klorida, pH 7-8 / diklorofluoresein dengan pH 4
2. Eosin untuk ion bromida, iodida, dan tiosianida, pH 2
3. Hijau bromkresol untuk ion tiosianida, pH 4-5

Hal-hal yang diperhatikan dalam penggunaan metode Fajans:

1. Larutan jangan terlalu encer agar perubahan warna dapat diamati dengan jelas.
2. Ion indikator harus bermuatan berlawanan terhadap ion penitrasi.
3. Endapan yang terjadi sebaiknya berupa koloid sehingga luas permukaan penyerap besar. Boleh ditambahkan zat pencegah koagulasi seperti dekstrin yang membuat endapan tetap terdispersi.
4. Indikator tidak boleh teradsorpsi sebelum ion utama mengendap sempurna (sebelum TE) tapi harus segera teradsorpsi setelah TE terjadi.
5. Indikator yang terserap oleh endapan ikatannya tidak boleh terlalu kuat karena ion indikator akan teradsorpsi oleh endapan sebelum TE tercapai.
6. Pemanasan hingga suhu  $\pm 80^\circ\text{C}$  baru dititrasi sehingga menunjang hasil pengamatan.

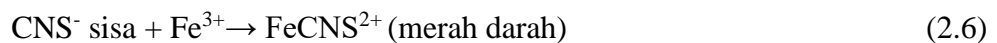
### c. Metode Volhard

Metode ini menggunakan prinsip *back to titration*, yaitu pada sampel halogenida ditambah suatu larutan standar  $\text{AgNO}_3$  secara berlebih, kemudian sisa

$\text{AgNO}_3$  dititrasi kembali dengan larutan standar  $\text{NH}_4\text{CNS}$ . Indikator yang dipakai adalah Ferri Amonium Sulfat. Dalam prosesnya larutan harus bersifat asam dengan tujuan untuk mencegah hidrolisa garam ferri menjadi ferri hidroksida yang warnanya mengganggu pengamatan TAT. Suasana asam dapat dibuat dengan menambahkan  $\text{HNO}_3$  pekat. Tetapi penggunaan  $\text{HNO}_3$  tidak terlalu pekat karena dapat menyebabkan  $\text{NH}_4\text{CNS}$  teroksidasi menjadi  $\text{NO}$  dan  $\text{CO}_2$ .



Pada metode ini dalam mekanisme reaksinya akan terbentuk perak klorida dan perak tiosianat.



Perak klorida lebih mudah larut daripada perak tiosianat, dan klorida itu cenderung melarut kembali menurut reaksi.



Tetapan kesetimbangan reaksi ini ditentukan oleh angka banding tetapan hasil kali kelarutan perak klorida terhadap perak tiosianat. Karena tetapan yang pertama lebih besar daripada yang kedua, maka reaksi tersebut di atas sangat cenderung untuk berjalan dari kiri ke kanan. Jadi tiosianat dapat dihabiskan tidak hanya oleh ion perak yang berlebih, tetapi juga oleh endapan perak klorida itu sendiri. Jika ini terjadi, akan diperoleh hasil yang terlalu rendah dalam analisis klorida. Tetapi reaksi ini dapat dicegah dengan menyaring perak kloridanya. Untuk penetapan kadar  $\text{Br}^-$  tidak perlu penyaringan karena tetapan hasil kali kelarutan  $\text{AgBr}$  lebih kecil daripada  $\text{AgCNS}$ , sedangkan untuk  $\text{I}^-$  penambahan indikator setelah mendekati TAT karena bila  $\text{I}^-$  bertemu indikator  $\text{Fe}^{3+}$  terjadi  $\text{I}_2$  yang sering menyebabkan kesalahan titrasi.

Hal-hal yang harus diperhatikan dalam metode Volhard:

1. Larutan harus bersifat asam, tujuannya untuk menghindari hidrolisa garam ferri menjadi ferri hidroksida yang warnanya mengganggu pengamatan TAT.
2.  $\text{HNO}_3$  yang digunakan untuk memberikan suasana asam jangan terlalu pekat sebab akan mengoksidasi  $\text{NH}_4\text{CNS}$  menjadi  $\text{NO}$  dan  $\text{CO}_2$ . Dimana  $\text{CO}_2$  yang terbentuk dapat bereaksi dengan  $\text{H}_2\text{O}$  membentuk  $\text{H}_2\text{CO}_3$  yang dapat bereaksi dengan  $\text{Ag}^+$  dan menghasilkan  $\text{Ag}_2\text{CO}_3$  yang berwarna putih sehingga menyulitkan pengamatan saat TAT. Selain itu kadar  $\text{Fe}^{3+}$  akan berkurang,

sehingga kemungkinan TAT akan terjadi jauh.

3. Endapan AgCl yang terbentuk harus disaring dulu, dicuci dengan air dan air cucian dijadikan satu dengan filtrat baru dititrasi dengan NH<sub>4</sub>CNS.

## 2.2 Sifat Fisika dan Sifat Kimia Reagen

### 1. NaCl

#### a. Sifat Fisika

- BM= 58,45; BJ= 2,163 gr/cc; TD= 141,3°C; TL= 80,4°C.
- Kristal, tidak berwarna, kubik.
- Kelarutan dalam 100 bagian air panas= 39,8.
- Kelarutan dalam 100 bagian air dingin= 25,7.

#### b. Sifat Kimia

Dengan AgNO<sub>3</sub> terbentuk endapan yang tidak larut dalam air.



### 2. AgNO<sub>3</sub>

#### a. Sifat Fisika

- BJ= 4,35 g/cc; BM= 168,8; n= 1,744; TL= 213°C; TD= 244°C.
- Larutan tidak berwarna.
- Kelarutan dalam 100 bagian air panas= 95,2.
- Kelarutan dalam 100 bagian air dingin= 22,2.

#### b. Sifat Kimia

- Dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bereaksi membentuk cincin coklat.



- Dengan H<sub>2</sub>S dalam suasana asam / netral membentuk endapan Ag<sub>2</sub>S.



- Dengan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> membentuk endapan Ag<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> putih kekuningan.



### 3. NH<sub>4</sub>CNS

#### a. Sifat Fisika

- BM= 76,12; n= 1,685; TL= 147,6°C; TD= 170°C.
- Larutan tak berwarna.
- Kelarutan dalam 100 bagian air panas= 170.
- Kelarutan dalam 100 bagian air dingin= 122.

#### b. Sifat Kimia

➤ Dengan CuSO<sub>4</sub> bereaksi membentuk endapan Cu(CNS)<sub>2</sub>.  
 Reaksi:  $2\text{CNS}^- + \text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{Cu(CNS)}_2$  (2.12)

➤ Dengan Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> membentuk endapan putih Mg(CNS)<sub>2</sub>.  
 Reaksi:  $2\text{CNS}^- + \text{Mg}^{2+} \rightarrow \text{Mg(CNS)}_2$  (2.13)

➤ Dengan FeCl<sub>3</sub> → berwarna merah darah.  
 Reaksi:  $3\text{CNS}^- + \text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe(CNS)}_3$  merah darah. (2.14)

#### 4. HNO<sub>3</sub>

##### a. Sifat Fisika

- BM= 63,02; n= 1,502; BJ= 1,42 g/cc.
- Larutan tidak berwarna.

##### b. Sifat Kimia

- Merubah lakmus biru menjadi merah.
- Ditambah basa menjadi garam dan air.  
 Reaksi:  $\text{HNO}_3 + \text{NaOH} \rightarrow \text{NaNO}_3 + \text{H}_2\text{O}$  (2.15)
- Dengan garam nitrat larut.

#### 5. K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>

##### a. Sifat Fisika

- BM = 126; BJ = 2,732 gr/cc; TL = 97,5°C.
- Kelarutan dalam 100 bagian air panas= 75,6.
- Kelarutan dalam 100 bagian air dingin= 52.

##### b. Sifat Kimia

- Dengan BaCl<sub>2</sub> bereaksi membentuk endapan kuning muda yang tidak larut dalam air tetapi larut dalam asam mineral encer.



- Dengan AgNO<sub>3</sub> membentuk endapan merah coklat yang larut dalam asam nitrat.



- Dengan Pb asetat membentuk endapan kuning yang tidak larut dalam asam asetat, tapi larut dalam HNO<sub>3</sub>.



## 2.3 Fungsi Reagen

- a. NaCl : Untuk menstandarisasi larutan AgNO<sub>3</sub>.
- b. AgNO<sub>3</sub> : Untuk menstandarisasi larutan NH<sub>4</sub>CNS dan untuk mengendapkan



Cl<sup>-</sup>.

- c.  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  : Sebagai indikator pada metode Mohr

## **BAB III**

### **METODE PRAKTIKUM**

#### **3.1 Bahan dan Alat**

##### **3.1.1 Bahan**

1. Larutan NaCl 0,05 N
2. Larutan AgNO<sub>3</sub>
3. Indikator K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> 5%
4. Indikator Fluoresein
5. Sampel

##### **3.1.2 Alat**

1. Buret, Statif, dan Klem
2. Corong
3. Erlenmeyer 250 ml
4. Beaker Glass 250 ml
5. Gelas Ukur 10 ml
6. Kompor Listrik
7. Termometer
8. Pipet Volume 10 ml
9. Pipet Tetes

#### **3.2 Cara Kerja**

1. Standarisasi AgNO<sub>3</sub> dengan NaCl 0,05 N
  - a. Larutan standar NaCl 0,05 N diambil sebanyak 10 ml dan dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer.
  - b. Ditambahkan 0,4 ml K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>.
  - c. Larutan dititrasi dengan AgNO<sub>3</sub> sampai timbul warna merah pertama yang tak hilang pada pengocokan. Kebutuhan titran AgNO<sub>3</sub> dicatat.

Normalitas larutan AgNO<sub>3</sub> dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 3.1.

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{(V.N)_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}} \quad (3.1)$$

N AgNO<sub>3</sub> : normalitas larutan AgNO<sub>3</sub> (N)

V NaCl : volume larutan NaCl yang dititrasi (ml)

N NaCl : normalitas larutan NaCl yang dititrasi (N)

V AgNO<sub>3</sub> : volume titran AgNO<sub>3</sub> yang dibutuhkan (ml)

2. Penetapan kadar Cl<sup>-</sup> dengan metode Mohr

- a. 10 ml larutan sampel dimasukkan ke dalam erlenmeyer.
- b. Ditambahkan 0,4 ml (8 tetes) K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>.
- c. Larutan dititrasi dengan AgNO<sub>3</sub> sampai timbul warna merah pertama yang tak hilang pada pengocokan. Kebutuhan titran dicatat.

Kadar Cl<sup>-</sup> dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 3.3.

$$\text{Kadar Cl}^- = \frac{(V.N)\text{AgNO}_3 \cdot \text{BM Cl} \cdot 1000}{v \text{ sampel}} \quad (3.3)$$

Kadar Cl<sup>-</sup> : kadar Cl<sup>-</sup> dalam sampel (ppm)

V AgNO<sub>3</sub> : volume titran AgNO<sub>3</sub> yang dibutuhkan (ml)

N AgNO<sub>3</sub> : normalitas titran AgNO<sub>3</sub> (N)

BM Cl : berat molekul atom Cl (gram/mol)

V sampel : volume sampel yang dititrasi (ml)

3. Penetapan kadar Cl<sup>-</sup> dengan metode Fajans

- a. 10 ml larutan sampel dimasukkan ke dalam erlenmeyer.
- b. Ditambahkan 10 tetes indikator fluorescein, pH diatur 7-8, kemudian dipanaskan sampai ±80°C.
- c. Larutan dititrasi dengan AgNO<sub>3</sub> sampai timbul warna merah muda pertama yang tak hilang pada pengocokan. Kebutuhan titran dicatat.

Kadar Cl<sup>-</sup> dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 3.4.

$$\text{Kadar Cl}^- = \frac{(V.N)\text{AgNO}_3 \cdot \text{BM Cl} \cdot 1000}{v \text{ sampel}} \quad (3.4)$$

Kadar Cl<sup>-</sup> : kadar Cl<sup>-</sup> dalam sampel (ppm)

V AgNO<sub>3</sub> : volume titran AgNO<sub>3</sub> yang dibutuhkan (ml)

N AgNO<sub>3</sub> : normalitas titran AgNO<sub>3</sub> (N)

BM Cl : berat molekul atom Cl (gram/mol)

V sampel : volume sampel yang dititrasi (ml)

## DAFTAR PUSTAKA

- Perry, R. H. dan C. H. Dikton. (1985). *Chemical Engineering Handbook 6<sup>th</sup> edition*. New York: McGraw Hill Book Co. Inc.
- Underwood, A. I. dan Day, R. A. (1983). *Analisa Kimia Kuantitatif 5<sup>th</sup> edition* (R. Soendoro, Penerjemah). Jakarta: Erlangga.
- Vogel, A. I. *Buku Teks Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Makro* (Ir. Sutiono dan Dr. A. Hadyono Pudjaatmadja, Penerjemah). Jakarta: Kalman Media Pustaka.
- Effendi, D.S. (2012). *Jurnal Kandungan Klor Tanaman Kelapa Sawit Berdasarkan Jenis Tanah Dan Penggunaan Pupuk*. Diakses pada 23 Agustus 2014 dari <http://perkebunan.litbang.deptan.go.id>.

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Dalam penetapan kadar senyawa yang sukar larut, diterapkan metode tertentu yang melibatkan prinsip pengendapan. Pengendapan merupakan metode yang sangat penting dalam pemisahan suatu sampel menjadi komponen-komponennya. Proses yang dilibatkan adalah proses dimana zat yang akan dipisahkan digunakan untuk membentuk suatu endapan padat. Endapan adalah zat yang memisahkan diri sebagai suatu fase padat keluar dari larutan. Analisa dengan prinsip pengendapan telah digunakan secara meluas dalam kimia analitis, khususnya dalam metode argentometri dan gravimetri.

Gravimetri merupakan bagian dari analisa kuantitatif yang berhubungan dengan pengukuran berat melalui pemisahan analit dari komponen lainnya agar kadar zatnya dapat ditentukan. Tahap awal dari analisa gravimetri adalah pemisahan komponen yang ingin diketahui dari komponen-komponen lainnya dalam suatu sampel, kemudian dilakukan pengendapan dalam bentuk senyawa yang stabil dan murni agar dapat diukur. Pengukuran kadar dalam metode gravimetri adalah dengan penimbangan. Banyaknya komponen yang dianalisis ditentukan dari hubungan antara berat sampel yang hendak dianalisis, massa relatif atom, massa relatif molekul, dan berat endapan hasil reaksi. Di samping zat-zat anorganik, senyawa organik juga dapat dianalisis dengan teknik gravimetri. Beberapa contohnya adalah penetapan kadar kolesterol dalam sereal dan laktosa dalam produk susu. Sarjana teknik kimia banyak bekerja di bidang tersebut sehingga diharapkan sarjana teknik kimia dapat melaksanakan analisa gravimetri dengan prosedur yang benar.

### **1.2 Tujuan Percobaan**

Tujuan dari percobaan ini adalah untuk menganalisa kadar  $\text{Ba}^{2+}$  dalam sampel.

### **1.3 Manfaat Percobaan**

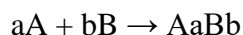
Manfaat dari percobaan ini adalah mahasiswa dapat memahami dan mempunyai keterampilan dalam menganalisa kadar  $\text{Ba}^{2+}$  dalam suatu sampel dengan prosedur gravimetri.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Analisa Gravimetri

Analisa gravimetri adalah suatu metode pengukuran berat dengan memisahkan analit dari semua komponen lainnya sehingga kadar zat dapat ditentukan menggunakan faktor gravimetri. Suatu analisa gravimetri biasanya dilakukan berdasarkan reaksi:



Dengan ketentuan a adalah analit A bereaksi dengan b molekul B. Hasil AaBb biasanya merupakan zat dengan kelarutan kecil sehingga dapat ditimbang dalam bentuk yang stabil dan murni. Endapan tersebut juga dapat dikeringkan atau dibakar terlebih dahulu menjadi senyawa lain yang susunannya diketahui baru ditimbang. Suatu pereaksi B berlebih biasanya ditambahkan untuk menekan kelarutan endapan, contohnya pada penentuan  $\text{Ca}^{2+}$ .



Persyaratan yang harus dipenuhi dalam metode gravimetri adalah:

- a. Pada pemisahan harus cukup sempurna sehingga kuantitas analit yang tidak mengendap secara analit tidak ditentukan.
- b. Zat yang ditimbang harus punya susunan tertentu dan harus murni. Jika tidak maka hasil tidak dapat diperoleh.

#### 2.2 Aplikasi Analisa Gravimetri

Gravimetri dapat dilakukan terhadap zat-zat organik seperti penentuan kolesterol pada padi-padian. Selain itu analisa unsur dan senyawa organik biasanya juga dilakukan dengan cara ini. Misalnya C dalam senyawa organik dapat ditentukan dengan membakar sampel dalam oksigen dan menyerap  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  yang dihasilkan pada absorpsi yang cocok. Tabung absorpsi ditimbang sebelum dan sesudah pembakaran untuk memperoleh  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  yang dihasilkan.

#### 2.3 Keuntungan Gravimetri

Walaupun teknik gravimetri kerap digantikan dengan penggunaan instrumen, metode ini sebenarnya lebih cepat dan teliti dibandingkan dengan penggunaan instrumen yang perlu dikalibrasi. Instrumen atau alat pada umumnya hanya memberikan pengukuran relatif dan harus dikalibrasi atas dasar teknik gravimetri atau titimetri klasik. Jika analit merupakan suatu konstanta pertama ( $> 1\%$ ) ketelitian dari

berbagai bagian perseribu dapat diharapkan, jika contoh tidak terlalu kompleks. Jika analit minoritas kurang dari 1%, cara gravimetri biasanya tidak digunakan.

## **2.4 Teori Kopresipitasi dan Post Presipitasi**

Kopresipitasi adalah proses membawa serta turun suatu zat yang biasanya terlarut sewaktu pengendapan dari endapan yang dikehendaki. Misalkan ion nitrat pada pengendapan barium sulfat menyebabkan endapan mengandung barium nitrat sehingga dikatakan nitratnya mengalami kopresipitasi dengan sulfat atau akibat adsorpsi ion ketika proses pengendapan. Pada kejadian ini zat penyebab ketidakmurnian masuk ke dalam sisi kristal dan ion-ion yang terserap terseret ke bawah pada waktu koagulasi (Underwood, 1998:74).

Prosedur yang digunakan untuk mengurangi kopresipitasi:

- a. Cara penentuan 2 pereaksi ini dapat digunakan untuk mengendalikan konsentrasi zat pengatur dan muatan listrik yang dibawa oleh partikel primer endapan dalam dikendalikan dengan menggunakan pH yang sesuai.
- b. Pemuaian dengan gumpalan dan gelatin harus dengan larutan elektrolit dalam larutan pencuci untuk menghindari presipitasi.
- c. Pencemaran ini merupakan manfaat besar endapan kristalin, manfaat yang cukup besar bagi endapan bergumpal tetap tidak digunakan untuk gelatin.
- d. Pengendapan ulang apabila endapan dengan mudah dapat dilarutkan kembali terutama untuk oksidasi hidrolisis dan garam kristalin asam lemak.
- e. Pemisahan zat pengotor dapat dipisahkan/ sifat kimianya diubah dengan suatu pencuci sebelum endapan terbentuk.
- f. Penggunaan persyaratan yang menuju ke partikel lebih besar, yaitu jika pengendapan cukup perlahan.

Post presipitasi adalah proses dimana suatu pengotoran diendapkan setelah pengendapan zat yang diinginkan. Proses ini berbeda dengan kopresipitasi. Banyaknya pengotoran meningkat dengan semakin lamanya endapan yang diinginkan dibiarkan bersentuhan dengan larutan induk. Larutan induk adalah larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah. Dengan adanya endapan pengotor tersebut, dipastikan berat endapan akan bertambah. Cara mengatasinya adalah dengan menggunakan keasaman setinggi mungkin dan endapan disaring satu atau dua jam setelah pengendapan (Underwood, 1998:77-78)

## 2.5 Sifat Fisika dan Sifat Kimia Reagen

### 1. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Sifat Fisika :

- Berat molekul = 98,08 gr/mol
- Berat jenis = 1,83 gr/cc
- Titik didih = 337°C
- Titik leleh = 10,44°C
- Kelarutan dalam 100 bagian air dingin = 80
- Kelarutan dalam 100 bagian air panas = 59

Sifat Kimia :

- Merupakan asam kuat.
- Jika ditambah basa membentuk garam dan air.
- Dengan Pb<sup>2+</sup> membentuk PbSO<sub>4</sub><sup>2-</sup>



- Dengan Ba<sup>2+</sup> membentuk BaSO<sub>4</sub><sup>2-</sup>



## 2.6 Fungsi Reagen

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : membentuk endapan BaSO<sub>4</sub>.



### BAB III

#### METODE PRAKTIKUM

### 3.1 Bahan dan Alat

#### 3.1.1 Bahan

1.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1 N secukupnya
2.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sangat encer secukupnya
3. Akuades secukupnya
4. Sampel

#### 3.1.2 Alat

1. Kertas saring Whatman
2. Pengaduk
3. Corong
4. *Beaker glass* 250 ml
5. Gelas ukur 10 ml
6. Pipet tetes
7. SHZ-D(III) *Water Aspirator*

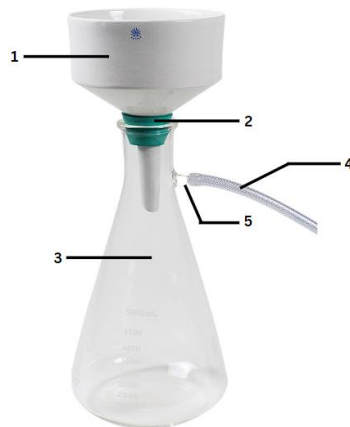
### 3.2 Gambar Alat Utama



Gambar 3.1 SHZ-D(III) *Water Aspirator*

Keterangan Gambar:

- |                          |                          |
|--------------------------|--------------------------|
| 1. <i>Switch</i>         | 4. <i>Motor hood net</i> |
| 2. <i>Tap/Port</i>       | 5. <i>Vacumm gauge</i>   |
| 3. <i>Indikator Daya</i> | 6. <i>Boks</i>           |



Gambar 3.2 Rangkaian alat filtrasi vakum

Keterangan Gambar:

1. *Filter cup*
2. Penyumbat karet
3. *Collecting flask*
4. *Rubber vacuum hose*
5. Konektor

### 3.3 Cara Kerja

#### 3.3.1 Mempersiapkan rangkaian alat filtrasi vakum

1. *Rubber vacuum hose* dihubungkan ke konektor pada *collecting flask* dari port I pada SHZ-D(III) *water aspirator*.
2. Pasang *filter cup* pada *collecting flask* dengan penyumbat karet yang tersedia.
3. Sambungkan SHZ-D(III) *water aspirator* ke stop kontak.
4. Nyalakan SHZ-D(III) *water aspirator* dengan menaikkan tuas *switch* ke ON.

#### 3.3.2 Menyaring larutan dengan kertas saring Whatman

1. Kertas saring Whatman ditimbang.
2. Diambil 10 ml sampel yang mengandung  $\text{Ba}^{2+}$  (volume sampel yang diambil untuk diendapkan tergantung konsentrasi sampel).
3. Ditambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1 N dan diaduk.
4. Endapan  $\text{BaSO}_4$  putih yang terbentuk disaring dengan kertas saring Whatman yang diletakkan dalam *filter cup*. Filtrat ditampung dalam *collecting flask*.
5. Endapan dicuci dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sangat encer dan air cucian dijadikan satu dengan filtrat untuk kemudian ditambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1 N lagi.

6. Langkah 4 dan 5 diulangi hingga penambahan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  tidak menimbulkan endapan lagi.
7. Endapan dikeringkan dalam oven  $100\text{-}110^\circ\text{C}$ .
8. Setelah kering, kertas saring Whatman bersama endapan didinginkan di desikator, kemudian ditimbang.
9. Kadar  $\text{Ba}^{2+}$  dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 3.1.

$$\text{Kadar Ba}^{2+} = \frac{(W_2 - W_1) \times \text{BM Ba} \times 1000}{\text{BM BaSO}_4 \times V \text{ sampel}} \times 1000 \quad (3.1)$$

Kadar  $\text{Ba}^{2+}$ : kadar  $\text{Ba}^{2+}$  dalam sampel (ppm)

$W_1$  : berat kertas saring mula-mula (gram)

$W_2$  : berat kertas saring beserta endapan (gram)

$\text{BM Ba}$  : berat molekul atom Ba (gram/mol)

$\text{BM BaSO}_4$ : berat molekul senyawa  $\text{BaSO}_4$  (gram/mol)

$V \text{ sampel}$  : volume sampel yang digunakan (ml)

## DAFTAR PUSTAKA

- Perry, R. H. dan C. H. Dikton. (1985). *Chemical Engineering Handbook 6<sup>th</sup> edition*. New York: McGraw Hill Book Co. Inc.
- Underwood, A. I. dan Day, R. A. (1983). *Analisa Kimia Kuantitatif 5<sup>th</sup> edition* (R. Soendoro, Penerjemah). Jakarta: Erlangga.
- Vogel, A. I. *Buku Teks Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Makro* (Ir. Sutiono dan Dr. A. Hadyono Pudjaatmadja, Penerjemah). Jakarta: Kalman Media Pustaka.