

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Analisis titrimetri dipergunakan secara luas pada reaksi kimia yang melibatkan oksidasi reduksi. Ion-ion dari berbagai unsur dapat hadir dalam kondisi oksidasi yang berbeda-beda, menghasilkan kemungkinan banyak reaksi redoks. Salah satunya adalah iodo-iodimetri. Iodo-iodimetri adalah titrasi redoks yang penentuannya berdasarkan jumlah I_2 yang bereaksi dengan sampel. Analisis iodo-iodimetri memiliki perbandingan stoikiometri yang sederhana penggunaannya, praktis, dan tidak banyak masalah (Iskandar, 2017). Maka dari itu, banyak dari reaksi-reaksi ini dipergunakan dalam analisis titrimetri dan penerapannya cukup banyak (Underwood, 1986, 248).

1.2. Tujuan Percobaan

Menentukan kadar Cu^{2+} di dalam sampel.

1.3. Manfaat Percobaan

- a. Sebagai alat bantu dalam penentuan kadar Cu^{2+} secara aplikatif dalam berbagai sampel yang di dalamnya mengandung ion Cu^{2+} .
- b. Mengetahui dan mengamati proses serta perubahan yang terjadi pada analisis-analisis iodo iodimetri.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Pengertian Reduksi Oksidasi

Proses reduksi – oksidasi (redoks) adalah suatu proses yang menyangkut perpindahan elektron dari suatu pereaksi ke pereaksi yang lain. Reduksi adalah penangkapan satu atau lebih elektron oleh suatu atom, ion atau molekul. Sedangkan oksidasi adalah pelepasan satu atau lebih elektron dari suatu atom, ion atau molekul.

Tidak ada elektron bebas dalam sistem kimia, dan pelepasan elektron oleh suatu zat kimia selalu disertai dengan penangkapan elektron oleh bagian yang lain, dengan kata lain reaksi oksidasi selalu diikuti reaksi reduksi. Dalam reaksi oksidasi reduksi (redoks) terjadi perubahan valensi dari zat-zat yang mengadakan reaksi. Di sini terjadi transfer elektron dari pasangan pereduksi ke pasangan pengoksidasi (Underwood, 1986, 248).

Kedua bagian dari suatu reaksi redoks umumnya dapat ditulis sebagai berikut:

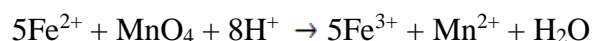


Dimana red menunjukkan bentuk zat yang teroksidasi (disebut juga reduktor atau zat pereduksi), oks adalah bentuk tereduksi (oksidator atau zat pengoksidasi), n adalah jumlah elektron yang ditransfer dan e^- adalah elektron.

2.2. Reaksi Redoks

Reaksi redoks secara luas digunakan dalam analisis titrimetri untuk zat-zat anorganik maupun organik. Penetapan titik akhir pada titrasi redoks dapat dilakukan secara potensiometri atau dengan bantuan indikator.

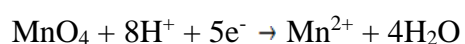
Contoh dari reaksi redoks:



Dimana:



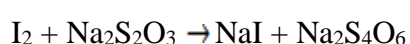
merupakan reaksi oksidasi



merupakan reaksi reduksi

2.3. Iodometri

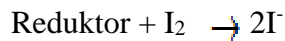
Iodometri adalah analisa titrimetri yang secara tidak langsung untuk zat yang bersifat oksidator seperti besi III, tembaga II, di mana zat ini akan mengoksidasi iodida yang ditambahkan membentuk iodin. Iodin yang terbentuk akan ditentukan dengan menggunakan larutan baku tiosulfat (Vogel, 1989, 384).



2.4. Iodimetri

Iodimetri adalah analisa titrimetri secara langsung yang digunakan untuk menganalisis zat reduktor atau natrium tiosulfat dengan menggunakan larutan iodin atau dengan penambahan

larutan baku berlebih. Kelebihan iodine dititrasi kembali dengan larutan tiosulfat (Vogel, 1989, 384-385).

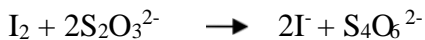
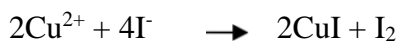


2.5. Teori Indikator Amilum

Amilum merupakan indikator spesifik yang digunakan sebagai petunjuk telah terjadi titik ekuivalen pada titrasi iodometri (Pursitasari, 2014). Indikator spesifik adalah suatu substansi yang bereaksi dengan cara yang spesifik dengan salah satu dari reagen-reagennya dalam suatu titrasi untuk menghasilkan warna. Indikator amilum dapat digunakan dalam titrasi redoks, yang mana akan menghasilkan warna biru gelap apabila direaksikan dengan iodine (Underwood, 1986, 279). Reaksi antara iodine dengan amilum ini membentuk kompleks iodine-amilum berwarna biru gelap dan bertindak sebagai suatu tes yang sensitif untuk iodine. Mekanisme pembentukan kompleks berwarna ini belum diketahui, namun ada anggapan bahwa molekul-molekul iodine tertahan di permukaan β -amylose, suatu konstituen dari amilum (Underwood, 1986, 297).

2.6. Mekanisme Reaksi

Mekanisme reaksi adalah tahapan-tahapan reaksi yang menggambarkan seluruh rangkaian suatu reaksi kimia. Mekanisme reaksi iodo-iodimetri:



2.7. Hal-hal yang Perlu Diperhatikan

- Titrasi sebaiknya dilakukan dalam keadaan dingin, di dalam erlenmeyer tanpa katalis agar mengurangi oksidasi I^- oleh O_2 dari udara menjadi I_2 .
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ adalah larutan standar sekunder yang harus distandarisasi terlebih dulu.
- Penambahan indikator di akhir titrasi (sesaat sebelum TAT).
- Titrasi tidak dapat dilakukan dalam medium asam kuat karena akan terjadi hidrolisis amilum.
- Titrasi tidak dapat dilakukan dalam medium alkali kuat karena I_2 akan mengoksidasi tiosulfat menjadi sulfat.
- Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ harus dilindungi dari cahaya karena cahaya membantu aktivitas bakteri thiopharus yang mengganggu.

2.8. Sifat Fisika dan Kimia Reagen

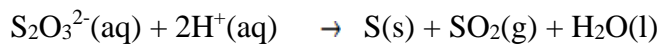
1. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (Natrium Tiosulfat)

Sifat fisika

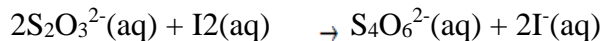
- Berat Molekul : 158,09774 gr/mol
- Massa Jenis : 1,667 g/cm³, solid
- Titik Lebur : 48,3°C
- Titik Didih : terdekomposisi

Sifat kimia

- Anion Tiosulfat bereaksi secara khas dengan asam (H⁺) menghasilkan sulfur, sulfur dioksida, dan air.



- Anion Tiosulfat bereaksi secara stoikiometri dengan iodin dan terjadi reaksi redoks.



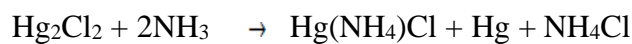
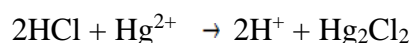
2. HCl (Asam Klorida)

Sifat fisika

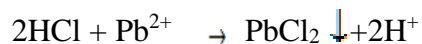
- Berat Molekul : 36,47 g/mol
- Massa Jenis : 1,268 g/cm³
- Titik Leleh : -110°C
- Titik Didih : 85°C
- Kelarutan dalam 100 bagian air 0°C : 82,3
- Kelarutan dalam 100 bagian air 100°C : 56,3

Sifat kimia

- Bereaksi dengan Hg²⁺ membentuk endapan putih Hg₂Cl₂ yang tidak larut dalam air panas dan asam encer tapi larut dalam amoniak encer, larutan KCN, serta tiosulfat.



- Bereaksi dengan Pb²⁺ membentuk endapan putih PbCl₂.



- Mudah menguap apalagi bila dipanaskan.
- Konsentrasi tidak mudah berubah karena udara/cahaya.
- Merupakan asam kuat karena derajat disosiasinya tinggi.

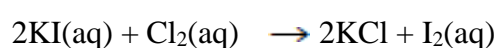
3. KI (Potasium Iodida)

Sifat fisika

- Berat Molekul: 166,0 g/mol
- Massa Jenis: 3,13 g/cm³, solid
- Titik Lebur: 681°C
- Titik Didih: 1330°C
- Kelarutan dalam air pada suhu 6°C : 128 g/100ml

Sifat kimia

- Ion iodida merupakan reduktor, sehingga mudah teroksidasi menjadi I₂ oleh oksidator kuat seperti Cl₂.



- KI membentuk I₃⁻ ketika direaksikan dengan iodin.



(Perry, 1973)

4. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (Kalium Dikromat)

Sifat fisika

- Berat Molekul: 294,185 g/mol
- Massa Jenis: 2.676 g/cm³, solid
- Titik Leleh: 398°C
- Titik Didih: 500°C
- Kelarutan dalam 100 bagian air 0°C: 4,9
- Kelarutan dalam 100 bagian air 100°C: 102

Sifat kimia

- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ merupakan oksidator kuat karena memiliki kemampuan untuk mengoksidasi zat lain.
- Bersifat korosif.
- Ketika dipanaskan dengan kuat, akan terurai dengan pembentukan oksigen.



BAB III

METODE PERCOBAAN

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Bahan

1. Sampel 1 dan 2 masing masing 10 ml
2. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
3. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,01 N 10 ml
4. HCl pekat 2,4 ml
5. KI 0.1 N 12 ml
6. Amilum
7. Aquadest 130 ml
8. Tepung kanji 6 gr

3.1.2. Alat

1. Buret, statif, klem
2. Erlenmeyer
3. Gelas Ukur
4. Beaker Glass
5. Pipet Tetes
6. Indikator pH
7. Pipet Volume
8. Aspirator
9. Pengaduk
10. Kompor Listrik
11. Termometer

3.2 Metode Percobaan

3.2.1 Pembuatan Indikator Amilum

1. Ambil 6 gram kanji dimasukkan ke dalam beaker glass 250 ml, tambahkan aquadest sebanyak 100 ml, aduk campuran tersebut sampai terbentuk larutan.
2. Nyalakan kompor listrik, panaskan larutan tersebut di atas kompor listrik. Aduk perlahan lahan larutan tersebut sambil diamati kenaikan suhunya dengan termometer.
3. Bila sudah mencapai suhu 40°C , hentikan pengadukan. Biarkan larutan tersebut sampai suhu 60°C .
4. Setelah mencapai suhu 60°C , angkat beaker glass dan diamkan selama 5-10 menit dalam keadaan tertutup.
5. Amilum yang sudah jadi akan membentuk 2 lapisan, ambil lapisan atas yang berwarna putih dengan menggunakan pipet tetes secara hati-hati.
6. Uji awal amilum dilakukan dengan meneteskan amilum ke sebagian kecil sampel yang mengandung iodin.

3.2.2 Standarisasi Na₂S₂O₃ dengan K₂Cr₂O₇ 0,01 N

- 1. Ambil 10 ml K₂Cr₂O₇, encerkan dengan aquadest sampai 40 ml.
- 2. Tambahkan 2,4 ml HCl pekat.
- 3. Tambahkan 12 ml KI 0,1 N.
- 4. Titrasi campuran tersebut dengan Na₂S₂O₃ sampai warna kuning hampir hilang.
- 5. Kemudian tambahkan 3 tetes amilum sampai warna biru.
- 6. Lanjutkan titrasi sampai warna biru hilang.
- 7. Catat kebutuhan Na₂S₂O₃ seluruhnya.

$$N\ Na_2S_2O_3 = \frac{(V.N)\ K_2Cr_2O_7}{V\ Na_2S_2O_3} \tag{3.1}$$

3.2.3 Menentukan kadar Cu²⁺ dalam sampel

- 1. Ambil 10 ml sampel.
- 2. Tes pH sampel. pH sampel adalah 3.
- 3. Masukkan 12 ml KI 0,1 N.
- 4. Titrasi dengan Na₂S₂O₃ sampai warna kuning hampir hilang.
- 5. Tambahkan 3 tetes indikator amilum sampai warna biru.
- 6. Lanjutkan titrasi sampai warna biru hilang.
- 7. Catat kebutuhan Na₂S₂O₃ seluruhnya.

$$Cu^{2+}\ (ppm) = (V.N)\ Na_2S_2O_3.\ BM\ Cu.\ \frac{1000}{V\ sampel\ yang\ dititrasi} \tag{3.2}$$

Atau

$$Cu^{2+}\ (ppm) = (V.N)\ Na_2S_2O_3.\ BM\ Cu.\ \frac{1000}{10}\ mgr/L \tag{3.3}$$

DAFTAR PUSTAKA

- Day, R.A & A.L. Underwood. (1986). *Analisa Kimia Kuantitatif (edisi 5)*. Jakarta: Erlangga.
- Iskandar, D. (2017). Perbandingan Metode Spektrofotometri Uv-Vis dan Iodimetri dalam Penentuan Asam Askorbat Sebagai Bahan Ajar Kimia Analitik Mahasiswa Jurusan Teknologi Pertanian Berbasis Open-Ended Experiment dan Problem Solving. *Jurnal Teknologi Technoscientia*, 66-70.
- Perry, Robert H. dan Dow W. Green. 1999. *Chemical Engineering HandBook. 7th Edition*. New York: McGraw-Hill Book Company.
- Pursitasari, I.D. (2014). *Kimia Analitik Dasar dengan Strategi Problem Solving dan Open-ended Experiment*. Bandung: Alfabeta.
- Vogel, A.I. (1989). *The Textbook of Qualitative Chemical Analysis (5th ed)*. Longman.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Analisis titrimetri digunakan secara luas pada reaksi dari zat anorganik maupun organik. Penetapan titik akhir pada titrasi redoks dapat dilakukan secara potensiometri atau dengan bantuan indikator.

Analisis volumetri yang berdasarkan reaksi redoks salah satu diantaranya adalah permanganometri. Titrasi permanganometri didasarkan reaksi redoks antara Kalium permanganat (KMnO_4) dan sampel. Reaksi dapat berjalan dalam keadaan asam, netral, ataupun basa. Selama reaksi berjalan, biasanya perlu dilakukan pemanasan untuk mempercepat reaksi yang terjadi (Apriyanti & Apriyani, 2018).

1.2 Tujuan Percobaan

Menentukan kadar Fe^{2+} yang terdapat di dalam sampel.

1.3 Manfaat Percobaan

- a. Mengetahui besarnya kadar Fe^{2+} di dalam sampel dan dapat menerapkan analisis permanganometri kehidupan sehari-hari.
- b. Mengetahui dan mengamati proses serta perubahan yang terjadi pada analisis permanganometri.

BAB II

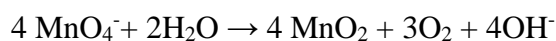
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pengertian Permanganometri

Permanganometri adalah salah satu analisa kuantitatif volumetrik yang didasarkan pada reaksi oksidasi ion permanganat. Larutan standar yang digunakan adalah KMnO_4 . Sebelum digunakan untuk titrasi, larutan KMnO_4 harus distandarisasi terlebih dahulu karena bukan merupakan larutan standar primer (Underwood, 1986, 290). Selain itu KMnO_4 mempunyai karakteristik sebagai berikut:

1. Tidak dapat diperoleh secara murni.
2. Mengandung oksida MnO dan Mn_2O_3 .
3. Larutannya tidak stabil (jika ada zat organik)

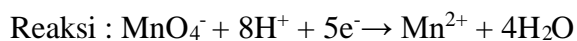
Reaksi :



4. Tidak boleh disaring dengan kertas saring (zat organik) \rightarrow dengan glass wool.
5. Sebaiknya disimpan di dalam botol coklat.
6. Distandarisasi dengan larutan standar primer.
7. Zat standar primer yang biasa digunakan antara lain : As_2O_3 , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$, $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$, logam Fe, $\text{KHC}_2\text{O}_4\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Oksidasi ion permanganat dapat berlangsung dalam suasana asam, netral, dan basa.

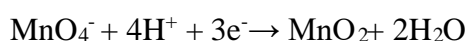
1. Dalam suasana asam, $\text{pH} \pm 1$



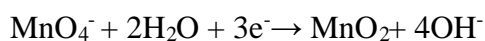
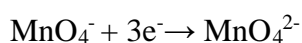
Kalium permanganat dapat bertindak sebagai indikator, dan umumnya titrasi dilakukan dalam suasana asam karena akan lebih mudah mengamati titik akhir titrasinya.

2. Dalam suasana netral

Beberapa senyawa yang lebih mudah dioksidasi dalam suasana netral atau basa contohnya hidrasin, sulfit, sulfida, dan tiosulfat. Reaksi dalam suasana netral, yaitu:



3. Reaksi dalam suasana alkalis atau basa, yaitu:



2.2. Kelebihan dan Kekurangan Analisa dengan Permanganometri

Kelebihan:

- Larutan standarnya yaitu KMnO_4 mudah diperoleh dan harganya murah.
- Tidak memerlukan indikator untuk TAT. Hal itu disebabkan karena KMnO_4 dapat bertindak sebagai indikator.
- Reaksinya cepat dengan banyak pereaksi.

Kekurangan:

- Harus ada standarisasi awal terlebih dahulu.

- Dapat berlangsung lebih baik jika dilakukan dalam suasana asam.
- Waktu yang diperlukan untuk analisa cukup lama.

(Underwood, 1986, 290)

2.3 Sifat Fisika dan Kimia Reagen

1. KMnO_4 (Kalium Permanganat)

Sifat fisika

- Berat molekul : 158,034 g/mol
- Warna, bentuk kristalinnya dan refractive indeks : purple, rhb
- Berat jenis (specific gravity) : 2,703 g/cm³
- Titik lebur (°C) : d. < 240
- Kelarutan dalam 100 bagian air dingin : 2,83
- Air panas : 32,3575

Sifat kimia

- Oksidator kuat
- Sangat reaktif dengan bahan organik, logam, dan asam
- Terurai bila dipanaskan hingga suhu 230°C melalui reaksi :

$$2 \text{KMnO}_4 \rightarrow \text{K}_2\text{MnO}_4 + \text{MnO}_2 + \text{O}_2$$
- Bereaksi dengan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dengan hasil akhir reaksi larutan berwarna jernih :

$$5\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{KMnO}_4 \rightarrow 10\text{CO}_2 + 5\text{H}_2\text{O} + 2\text{MnO} + 2\text{K}^+$$

2. H_2SO_4 (Asam Sulfat)

Sifat fisika

- Berat molekul : 98,08 g/mol
- Warna, bentuk kristalinnya dan refractive indeks : col, viscouslq
- Berat jenis : 1,84 g/cm³
- Titik leleh (°C) : 10,49
- Titik didih (°C) : d. 340
- Kelarutan dalam 100 bagian : Air dingin : ∞
- Air panas : ∞

(Perry, 1973)

Sifat kimia

- Bersifat korosif
- Bereaksi hebat dengan BrF_5
- Meledak dengan para-nitrotoluene pada suhu 80 °C
- Bereaksi dengan logam :

$$\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{Fe} \rightarrow \text{FeSO}_4 + \text{H}_2$$

3. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (Asam Oksalat)

Sifat fisika

- Berat molekul : 90,03 g/mol
- Warna, bentuk kristalinnya dan refractive indeks : putih dan col, mn

- Berat jenis (specific gravity) : 1,90 g/cm³
- Titik lebur (°C) : 365
- Kelarutan dalam 100 bagian air (±25°C) : 7,7

Sifat kimia

- Bersifat korosif
- Bereaksi eksplosif dengan bahan pengoksidasi kuat dan beberapa senyawa perak.
- Bereaksi dengan alkohol:

$$\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 + \text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH} \rightarrow (\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{C}_2\text{O}_4 + \text{H}_2\text{O}$$
- Bereaksi dengan logam:

$$\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 + \text{Fe} \rightarrow \text{FeC}_2\text{O}_4 + \text{H}_2$$

BAB III

METODE PERCOBAAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Bahan yang digunakan

1. Sampel 1, 2, 3
2. KMnO_4 0,1N
3. H_2SO_4 6 N
4. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,1 N

3.1.2 Alat yang dipakai

1. Erlenmeyer
2. Kompor Listrik
3. Corong
4. Beaker Glass
5. Buret, statif, klem
6. Pipet Tetes
7. Gelas Ukur
8. Pipet Ukur
9. Aspirator
10. Pengaduk
11. Termometer

3.2 Metode Percobaan

3.2.1 Standarisasi KMnO_4 dengan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

1. Ambil 10 ml larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,1 N kemudian masukkan ke dalam erlenmeyer.
2. Tambahkan 6 ml larutan H_2SO_4 6 N.
3. Panaskan hingga 83°C .
4. Titrasi dalam keadaan panas dengan menggunakan KMnO_4 .
5. Hentikan titrasi jika muncul warna merah jambu yang tidak hilang dengan pengocokan.
6. Cari kebutuhan KMnO_4 .

$$N \text{ KMnO}_4 = \frac{(V.N) \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4}{V \text{ KMnO}_4} \quad (3.1)$$

3.2.2 Menentukan Kadar Fe^{2+} di dalam Sampel

1. Persiapkan sampel serta alat dan bahan.
2. Ambil sampel dan tambahkan 20 ml asam sulfat 6 N.
3. Panaskan hingga 83°C .
4. Titrasi dalam keadaan panas dengan KMnO_4 0.1 N sampai timbul warna merah jambu yang tidak hilang dengan pengocokan.
5. Catat kebutuhan KMnO_4 .
6. Perhitungan:

$$mg_{\text{ zat }} = ml_{\text{ titran }} \times N_{\text{ titran }} \times BE_{\text{ zat }} \tag{3.2}$$

$$BE_{\text{ zat }} = \frac{BM \text{ Fe}}{ekivalensi} \tag{3.3}$$

$$Kadar = \frac{mg_{\text{ zat }}}{mg \text{ sampel}} \times 100\% \tag{3.4}$$

DAFTAR PUSTAKA

- Apriyanti, A., & Apriyani, E. M. (2018). Analisis Kadar Zat Organik pada Air Sumur Warga Sekitar TPA dengan Metode Titrasi Permanganometri. *Alkimia: Jurnal Ilmu Kimia Dan Terapan*, 2(2), 10-14.
- Day, R.A & A.L. Underwood. (1986). *Analisa Kimia Kuantitatif (edisi 5)*. Jakarta: Erlangga.
- Perry, Robert H. (1973). *Chemical Engineer's Handbook (5th ed)*. New York: McGraw-Hill.
- Vogel, A.I. (1989). *The Textbook of Qualitative Chemical Analysis (5th ed)*. Longman.