

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Analisa volumetri (titrasi) merupakan salah satu cara untuk mengetahui kadar suatu senyawa/unsur dalam sampel. Pada titrasi yang berdasarkan reaksi netralisasi asam basa, biasanya titik akhir titrasi (TAT) ditentukan menggunakan suatu indikator asam basa, yaitu zat yang mempunyai warna tertentu pada *range* pH tertentu sehingga pada saat tercapai titik ekuivalen akan timbul perubahan warna.

Potensiometri merupakan suatu metode analisis kimia yang berdasarkan pada pengukuran beda potensial sel dari suatu sel elektrokimia. Dengan cara ini indikator untuk menentukan titik ekuivalen pada titrasi netralisasi dapat diketahui dari perubahan potensial pada setiap penambahan volume titran.

1.2. Tujuan Percobaan

Tujuan percobaan ini adalah menentukan kadar asam klorida dalam sampel berdasarkan reaksi netralisasi (asam-basa) dengan metode potensiometri.

1.3. Manfaat Percobaan

Manfaat percobaan ini yaitu:

1. Dapat menentukan kadar suatu senyawa dalam sampel berdasarkan reaksi netralisasi (asam-basa) dengan metode potensiometri.
2. Dapat melakukan standarisasi larutan standar sekunder.
3. Dapat menentukan titik ekuivalen dengan menggunakan metode potensiometri.
4. Dapat menghitung kadar suatu senyawa dari data titik akhir titrasi yang telah diperoleh.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Landasan Teori

Potensiometri adalah suatu cara analisis berdasarkan pengukuran beda potensial sel dari suatu sel elektrokimia. Metode potensiometri digunakan untuk menentukan konsentrasi suatu ion (*ion selective electrode*), pH suatu larutan, dan menentukan titik akhir titrasi.

Alat-alat yang diperlukan dalam metode potensiometri adalah:

- (1) Elektroda pembanding (*reference electrode*)
- (2) Elektroda indikator (*indicator electrode*)
- (3) Alat pengukur potensial

2.2. Elektroda Pembanding

Dalam beberapa penggunaan analisis elektrokimia, diperlukan suatu elektroda dengan harga potensial setengah sel yang diketahui, konstan, dan sama sekali tidak peka terhadap komposisi larutan yang sedang diselidiki. Suatu elektroda yang memenuhi persyaratan di atas disebut elektroda pembanding.

Beberapa contoh elektroda pembanding (Underwood dan Day, 1990):

1. Elektroda kalomel, yaitu elektroda pembanding berbentuk tabung yang terbuat dari gelas atau plastik. Pasta Hg/HgCl terdapat di dalam tabung bagian dalam, yang dihubungkan dengan larutan KCl jenuh melalui lubang yang sangat kecil. Kontak elektroda ini dengan larutan dari setengah sel lainnya melalui penyekat yang terbuat dari porselen atau asbes berpori.
2. Elektroda perak/perak klorida, yaitu elektroda pembanding yang mirip dengan elektroda kalomel yang terdiri dari suatu elektroda perak yang dilapisi dengan perak klorida dan dicelupkan ke dalam larutan KCl.

2.3. Elektroda Indikator (*Indicator Electrode*)

Pasangan elektroda pembanding adalah elektroda indikator (disebut juga *working electrode*) yang potensialnya bergantung pada konsentrasi zat yang sedang diselidiki. Underwood dan Day (1990), menjelaskan bahwa elektroda indikator dibagi menjadi dua kategori, yaitu : elektroda logam dan elektroda membran.

2.3.1. Elektroda Logam

Elektroda logam dapat dikelompokkan ke dalam elektroda jenis pertama (*first kind*), elektroda jenis kedua (*second kind*), elektroda jenis ketiga (*third kind*).

1. Elektroda jenis pertama adalah elektroda yang langsung berkeseimbangan dengan kation yang berasal dari logam tersebut. Contoh, elektroda tembaga.
2. Elektroda jenis kedua adalah elektroda yang harga potensialnya bergantung pada konsentrasi suatu anion yang dengan ion yang berasal dari elektroda membentuk endapan atau ion kompleks yang stabil. Contoh, elektroda perak untuk analisa halida.
3. Elektroda jenis ketiga adalah elektroda redoks. Contoh, elektroda Merkuriu_EDTA. Logam mulia seperti platina, emas, dan paladium bertindak sebagai elektroda indikator pada reaksi redoks.

2.3.2. Elektroda Membran

Sebuah membran membiarkan jenis-jenis ion tertentu untuk menembusnya, tetapi menahan yang lain. Klasifikasi elektroda indikator membran ada dua jenis, yaitu elektroda selektif ion dan elektroda selektif molekul. Contoh indikator membran: elektroda kaca yang digunakan untuk menetapkan pH.

2.4. pH Meter

pH meter merupakan contoh aplikasi elektroda membran yang berguna untuk mengukur pH larutan. pH meter dapat juga digunakan untuk menentukan titik akhir titrasi (TAT) asam basa pengganti indikator.

Suatu potensial dibangkitkan pada sebuah membran kaca tipis yang memisahkan dua larutan dengan aktifitas ion hidrogen yang berbeda. Potensial yang ditimbulkan tergantung pada perbedaan aktivitas ion hidrogen pada setiap sisi dari membran dan tidak dipengaruhi oleh adanya ion-ion lain di dalam larutan. Elektroda kaca juga selektif terhadap ion-ion lain dari hidrogen. Alat ini dilengkapi dengan elektroda kaca dan elektroda kalomel (SCE) atau gabungan dari keduanya (elektroda kombinasi).

Hal yang harus diperhatikan dalam menggunakan elektroda adalah cairan dalam elektroda harus selalu dijaga lebih tinggi dari larutan yang diukur. Hal ini dimaksudkan untuk mencegah kontaminasi larutan elektroda atau penyumbatan penghubung karena reaksi ion-ion analit dengan ion raksa (I) atau ion perak.

2.5. Persamaan Nernst

Potensiometri adalah metode penetapan kadar suatu zat dengan mengukur beda potensialnya. Prinsipnya berdasarkan persamaan “Nernst”.

$$E = E^0 + (RT/nF) \ln(a M^{n+})$$

Dengan :

E^0 = potensial elektroda standar yang konstan dengan logam

R = tetapan gas

T = temperatur mutlak

F = tetapan faraday

n = valensi ion

aM^{n+} = aktivitas ion dengan larutan

Persamaan di atas disederhanakan menjadi:

$$E = E^0 + \frac{0,0001983}{n} \log(a M^{n+})$$

Untuk temperatur 25°C (298 K):

$$E = E^0 + \frac{0,0591}{n} \log(a M^{n+})$$

aM^{n+} dapat diasumsikan sebagai $c M^{n+}$ (konsentrasi ion dengan molar)

2.6. Aplikasi Potensiometri di Bidang Industri

Dalam metode potensiometri, informasi mengenai komposisi yang terdapat dalam sampel diperoleh melalui perbedaan potensial antara dua elektroda. Metode ini telah dikenal sejak abad 20 dan penggunaannya menjadi sangat luas sejak 25 tahun belakangan ini dan telah digunakan untuk sejumlah aplikasi analitik yang dikembangkan dengan menggunakan elektroda selektif ion (ESI) yang sifat elektroniknya lebih sensitif dan stabil. Potensiometri digunakan dalam bidang industri seperti analisis klorida dalam *pulp* dan kertas, dibidang kontrol bahan makanan seperti analisis NO_3^- , F^- , Br^- , Ca^{2+} dalam minumam, susu, daging atau jus buah.

BAB III

METODE PRAKTIKUM

3.1. Alat dan Bahan yang Digunakan

3.1.1. Bahan

1. Asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$)
2. NaOH
3. HCl
4. Aquadest

3.1.2. Alat

1. pH meter
2. *Magnetic stirrer*
3. Buret, statif, dan klem
4. Labu takar
5. Erlenmeyer
6. Beaker glass
7. Pipet tetes
8. Gelas ukur

3.2. Prosedur Praktikum

3.2.1. Pembakuan (Standarisasi) Larutan NaOH

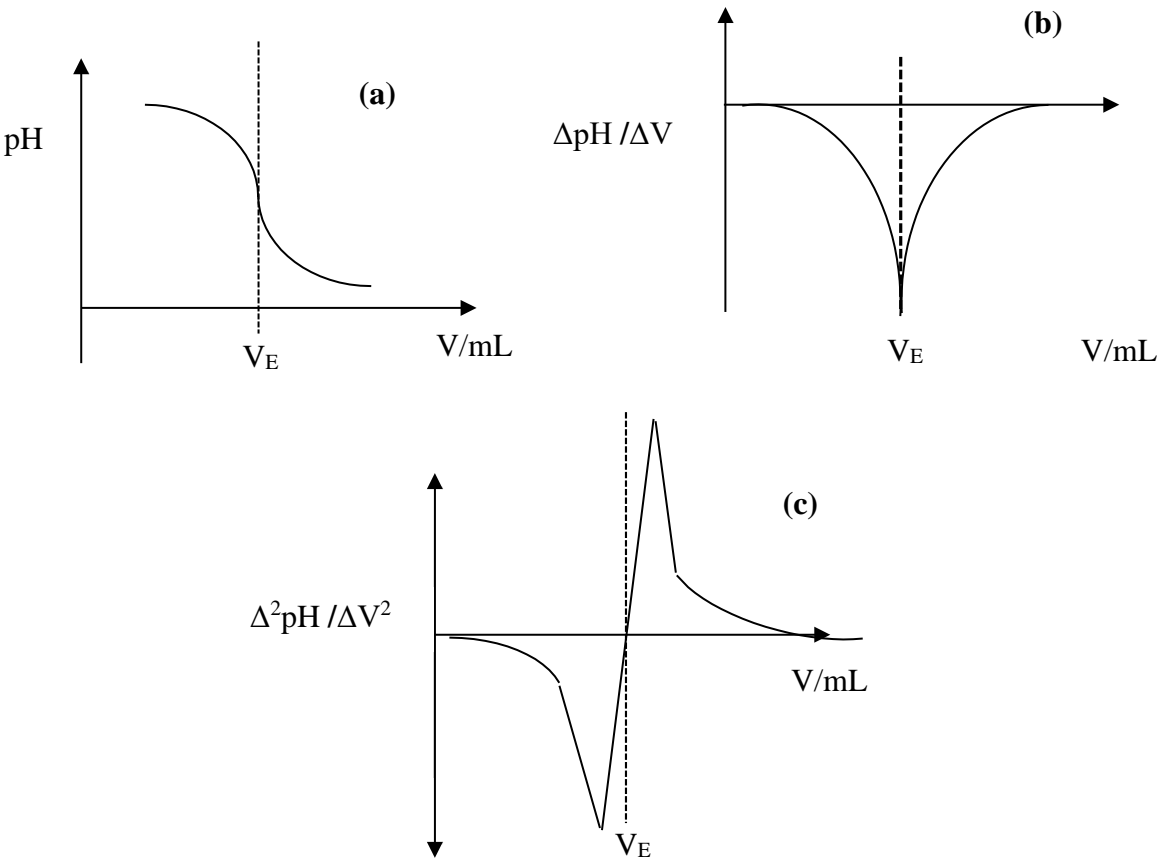
1. Membuat larutan NaOH dengan konsentrasi tertentu dengan cara NaOH dengan berat tertentu dimasukkan kedalam beaker glass kemudian ditambahkan air dan diaduk hingga larut sempurna. Larutan NaOH tersebut kemudian dituang ke labu takar 250ml dan ditambahkan air hingga tanda batas, selanjutnya dikocok.
2. Kalibrasi pH meter dengan menggunakan aquadest sampai pH konstan.
3. Masukkan 50 mL larutan NaOH ke dalam gelas kimia dan masukkan *magnet bar* ke dalamnya, tempatkan gelas kimia tersebut di atas *magnetic stirrer*, atur kecepatannya pada sekitar skala 5.
4. Masukkan larutan asam oksalat (dengan konsentrasi yang sudah ditentukan) ke dalam buret, tempatkan ujung buret ke dalam leher gelas kimia.
5. Pasangkan elektroda pH sampai tercelup pada cairan dalam gelas kimia. (selalu lakukan pencucian dan pengeringan setiap kali elektroda dimasukkan ke dalam cairan yang baru).
6. Catat nilai pH yang terbaca pada pH meter.

7. Alirkan larutan asam oksalat sebanyak 2 mL, catat perubahan pH yang terjadi. Penambahan larutan asam oksalat dan pencatatan pH dilanjutkan sampai terjadi lonjakan harga pH kemudian stabil lagi. Catat seperti Tabel 3.1

Tabel 3.1 Data Hasil Standarisasi Larutan NaOH

Volume asam oksalat 0,1 N	pH larutan	$\Delta\text{pH} / \Delta V$	$\Delta^2\text{pH} / \Delta V^2$
0			
2			
4			
....			

8. Ulangi proses di atas (nomor 2-6) dengan larutan NaOH yang baru tetapi pencatatan pH dilakukan setiap penambahan asam oksalat 0,1 mL pada daerah yang mengalami lonjakan pH, sedangkan pada daerah lain tetap 2 mL.
9. Tentukan volume asam oksalat pada titik akhir titrasi (TAT) dengan cara membuat kurva pH seperti yang ditunjukkan pada gambar 1. Titik akhir titrasi terjadi pada penambahan asam oksalat sebanyak volume ekuivalen (titik V_E pada grafik).
10. Hitung kadar NaOH dengan berdasar data TAT yang diperoleh.



Gambar 3.1 Pengaruh Penambahan Volume Asam Oksalat terhadap pH
 (a) V_E vs ΔpH , (b) V_E vs $\Delta\text{pH}/\Delta V$, (c) V_E vs $\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$

3.2.2. Penetapan Kadar HCl dalam Sampel

1. Kalibrasi pH meter dengan menggunakan aquadest sampai pH konstan.
2. Masukkan 50 mL sampel HCl ke dalam gelas kimia dan masukkan *magnetic bar* ke dalamnya, tempatkan gelas kimia di atas *magnetic stirrer* atur kecepatan pada skala sekitar 5.
3. Masukkan larutan NaOH (dengan konsentrasi dari hasil standarisasi dengan larutan standar asam oksalat) ke dalam buret, tempatkan ujung buret pada mulut gelas kimia berisi sampel larutan HCl.
4. Pasangkan elektroda pH meter sampai tercelup pada cairan dalam gelas kimia (selalu lakukan pembilasan dan pengeringan setiap kali elektroda dimasukkan ke dalam cairan yang lain).
5. Catat pH yang terbaca oleh pH meter.
6. Keluarkan larutan NaOH 2 mL, catat perubahan pH yang terjadi, lakukan penambahan setiap 2 mL dan catat pH setiap penambahan (sampai pH menunjukan angka yang stabil) terjadinya lonjakan yang tajam menunjukkan titik TAT. Catat seperti Tabel 3.2

Tabel 3.2 Data Hasil Penentuan Kadar HCl

Volume NaOH	pH larutan	$\Delta pH / \Delta V$	$\Delta^2 pH / \Delta V^2$
0			
2			
4			
....			

7. Ulangi langkah 1-5, catat perubahan pH setiap penambahan 0,1 mL NaOH pada titik lonjakan dan 2 mL NaOH pada titik yang lainnya.
8. Tentukan volume larutan NaOH pada titik akhir titrasi (TAT) dengan cara membuat kurva pH seperti yang ditunjukkan pada gambar 1.
9. Hitung kadar HCl dalam sampel dengan berdasar data TAT yang diperoleh.

DAFTAR PUSTAKA

- Bard, A.J. & Faulker, L.R. (1980). *Electrochemical Methods*. New York: John Willey & Sons.
- Underwood, A.L. & Day, R.A. (1990). *Analisa Kimia Kuntitatif (Edisi Ke-empat)*. Jakarta: Erlangga