

Kegiatan Belajar 2: Ruang Lingkup Analisis Volumetri

Capaian Pembelajaran Mata kegiatan :

Menyusun dan menerapkan analisis kimia untuk sampel fasa padat dan fluida dengan metode volumetri.

Sub Capaian Pembelajaran Mata Kegiatan :

Merancang dan melaksanakan analisis kimia sampel fasa padat mengikuti prosedur metode volumetri.

Pokok-pokok Materi :

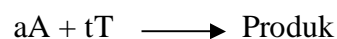
- 2.1. Alat-alat yang digunakan untuk analisis volumetri
- 2.2. Membersihkan alat-alat gelas yang digunakan untuk tirasi volumetri
- 2.3. Membuat larutan standar primer
- 2.4. Cara memipet larutan sampel
- 2.5. Cara mengisi buret
- 2.6. Cara menitrasi larutan sampel
- 2.7. Cara membaca miniscus buret
- 2.8. Titik ekivalen (stokiometri) dan titik akhir titrasi
- 2.9. Menghitung konsentrasi analit.

Uraian Materi :

Dalam analisis titrimetri (volumetri), zat yang akan ditetapkan dibiarkan bereaksi dengan suatu pereaksi yang ditambahkan sebagai larutan standar, kemudian volume larutan standar yang diperlukan diukur. Karena pada dasarnya pekerjaan titrimetri diakhiri dengan menentukan volume zat yang bereaksi, maka titrimetri sering juga disebut dengan volumetri.

Analisis volumetri adalah suatu teknik analisis kuantitatif berdasarkan pengukuran volume. Sejumlah pereaksi T (Titran) yang sudah diketahui konsentrasinya diperlukan untuk bereaksi dengan sejumlah tertentu komponen analit (A) di dalam sampel.

Jika :



dimana : a adalah molekul analit A dan t molekul pereaksi (titran) T

Dengan diketahui jumlah mol pereaksi (T) maka jumlah mol analit (A) dapat diketahui melalui perubahan warna indikator sehingga banyaknya analit dalam sampel dapat diketahui. Satu molar larutan mengandung 1 mol solut per liter larutan sehingga satu mililiter larutan 1M mengandung 1 mmol solut. Proses penambahan pereaksi ke dalam erlenmeyer yang berisi analit dilakukan tetes demi tetes dari buret disebut titrasi.

Titrasi dapat diklasifikasikan ke dalam empat kelompok, yaitu:

1. Titrasi netralisasi (asidimetri dan alkalimetri)
Contoh : titrasi HCl dengan NaOH
2. Titrasi oksidasi-reduksi (permanganometri, iodimetri/iodometri)
Contoh : titrasi ion Fe(II) dengan KMnO_4 dalam suasana asam
3. Titrasi pembentukan kompleks (kompleksometri)
Contoh : titrasi ion logam dengan EDTA
4. Titrasi pengendapan (argentometri)
Contoh : titrasi halida dengan AgNO_3

Dikenal beberapa istilah dalam titrasi, yaitu titran, titrat, titik ekuivalen, titik akhir titrasi, larutan standar, dan indikator. Istilah-istilah ini dapat dilihat pada Daftar Istilah di akhir modul ini.

Tahapan pekerjaan titrasi meliputi : menyiapkan sampel, membersihkan alat yang akan digunakan, membuat larutan standar dan larutan pereaksi, mengisi buret, memipet larutan sampel, menitrasi, membaca buret, dan menghitung konsentrasi analit berdasarkan reaksi kimia yang terjadi secara stokiometri.

2.1. Alat-alat yang digunakan untuk analisis volumetri

Alat-alat yang digunakan dalam analisis volumetri adalah erlenmeyer, gelas kimia (*beaker glass*) pipet volum, buret, botol semprot, klem, dan statif buret. Alat-alat ukur volume pada titrasi harus mempunyai volume tertentu pada suhu normal (daerah tropis $27,5^\circ\text{C}$) sesuai dengan yang tertera pada alat gelas tersebut. Gelas di atas suhu normal dapat memuai sehingga untuk memeriksa apakah volume yang ditulis pada alat gelas tersebut benar maka alat tersebut harus ditera (dikalibrasi). Bagaimana mengkalibrasi alat-alat ukur gelas tersebut? pelajari cara mengkalibrasi alat ukur gelas pada modul terkait.

2.2. Membersihkan alat-alat gelas yang digunakan untuk analisis volumetri

Alat-alat gelas bisa terbuat dari berbagai bahan gelas sehingga penggunaan bahan pembersih tergantung dari bahan gelas tersebut. Misalnya gelas yang terbuat dari borosilikat tahan terhadap berbagai asam kecuali asam hidrofliorik. Larutan basa kuat dapat merusak gelas sehingga detergen yang digunakan tidak boleh melebihi 2%. (<https://tokokimia.id/cara-membersihkan-alat-gelas-laboratorium/>)

Alat-alat yang akan digunakan harus selalu dalam keadaan bersih. Cucilah alat-alat yang digunakan pada air kran menggunakan detergen khusus dengan bantuan sikat lalu bilas hingga betul-betul bersih dan bebas dari detergen (residu detergen dapat menjadi kontaminan bagi analit sehingga dapat mengganggu pengukuran). Apabila setelah dibersihkan noda atau lemak masih ada terutama untuk pipet dan buret, maka lakukan perendaman dalam asam kromat, yaitu campuran H_2SO_4 pekat dan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ selama semalam. Setelah semalam cuci dengan air kran hingga bersih. Noda permanganat gunakan campuran dari asam sulfat 3% dan peroksida 3% sedangkan noda besi gunakan HCl 50% (<https://tokokimia.id/cara-membersihkan-alat-gelas-laboratorium/>)

2.3. Membuat larutan standar primer

Jumlah analit dalam sampel dapat diketahui melalui larutan standar. Larutan standar dapat berupa standar primer dan standar sekunder. Larutan standar primer adalah larutan standar yang sudah diketahui konsentrasinya dengan pasti sedangkan standar sekunder belum pasti konsentrasinya, harus ditentukan dengan bantuan standar primer.

Syarat-syarat yang harus dipenuhi bagi senyawa yang dijadikan standar primer, adalah :

- a. kemurniannya tinggi.
- b. harus stabil, tidak mudah mengurai atau menarik air dari udara atau melepaskan hidratnya.
- c. murah
- d. mudah larut dalam medium titrasi

- e. massa molarnya besar sehingga kesalahan relatif dengan penimbangan dapat diminimalisir.

Cara membuat larutan standar primer, adalah sebagai berikut: zat standar primer ditimbang dalam botol timbang dengan neraca analitik sesuai dengan konsentrasi yang diinginkan, lalu dimasukkan ke dalam gelas kimia tambahkan sedikit pelarut aduk hingga semua padatan larut. Setelah larut, masukkan ke dalam labu ukur dengan bantuan corong bertangkai pendek yang diganjal dengan sedikit kertas yang bersih. Setelah larut, encerkan hingga kira-kira satu sentimeter di bawah tanda batas. Keringkan bagian dalam leher labu menggunakan kertas hisap, lalu tanda bataskan kemudian dikocok hingga lima belas hitungan dengan membulak-balikan labu ukur tersebut.

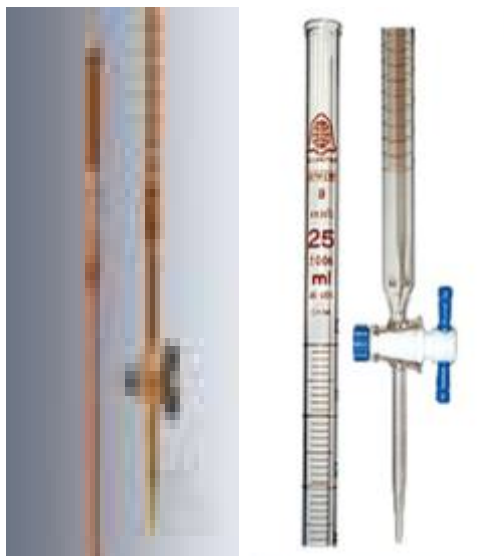
2.4. Cara memipet larutan sampel

Setelah pipet volum dinyatakan bersih, bilas dengan akuades hingga tiga kali. Selanjutnya bilas dengan larutan yang akan dipipet hingga tiga kali. Pipet larutan sampel hingga melewati tanda batas. Keringkan bagian luar pipet dengan kertas isap. Kemudian tanda bataskan pipet dengan cara menurunkan larutan perlahan-lahan. Tuangkan secara perlahan-lahan larutan dari pipet tegak lurus terhadap erlenmeyer. Bilas leher erlenmeyer dengan akuades.

2.5. Cara mengisi buret

Terdapat beberapa macam buret, diantaranya berdasarkan jenis krannya yaitu: buret kran gelas, kran teflon, dan kran karet yang dilengkapi dengan bola kaca. Buret kran karet digunakan untuk larutan lindi (KOH atau NaOH) tidak boleh digunakan untuk larutan asam. Buret kran teflon dan gelas digunakan untuk larutan-larutan selain larutan lindi.

Berdasarkan warna gelasnya buret dikelompokkan dalam buret tidak berwarna dan buret berwarna coklat. Buret tidak berwarna ada yang diberi garis biru memanjang di tengahnya dan ada yang polos. Buret berwarna coklat digunakan untuk larutan-larutan yang peka oleh cahaya (misal KMnO_4 , AgNO_3).



Gambar 2.1. berbagai jenis buret, sebelah kiri buret coklat digunakan untuk zat-zat yang peka terhadap cahaya dan sebelah kanan buret tidak berwarna dapat digunakan untuk semua zat.

Beberapa tahapan dalam mengisi buret yaitu: setelah buret dinyatakan bersih, periksa apakah buret tidak bocor, lakukan tes dengan air. Jika ternyata buret bocor lapisi bagian dalam kran dengan vaselin yang tipis dan merata (hati-hati jangan sampai menutup lubang kran). Lakukan pembilasan dua hingga tiga kali dengan akuades. setelah itu bilas dengan kira-kira 10 sampai 15 mL larutan yang akan diisikan (titran) dengan cara memegang kedua ujung buret dan memutar-mutarkannya hingga yakin bahwa semua bagian sudah terbilas dengan larutan tersebut. Setelah dibilas tempatkan buret pada statif buret.

Susunan alat titrasi dapat dilihat pada Gambar 2.2. Pengisian buret dilakukan dengan bantuan corong pendek yang diganjal dengan sobekan kertas yang bersih (jangan menggunakan kertas saring!), atau dengan cara mengangkat corong agar ada ruang udara sehingga aliran larutan akan lancar. Ke dalamnya diisikan kira-kira 5 mL larutan titran, buka kran dengan cepat agar bagian bawah buret terisi penuh dengan larutan dan jika ada gelembung udara akan segera keluar.



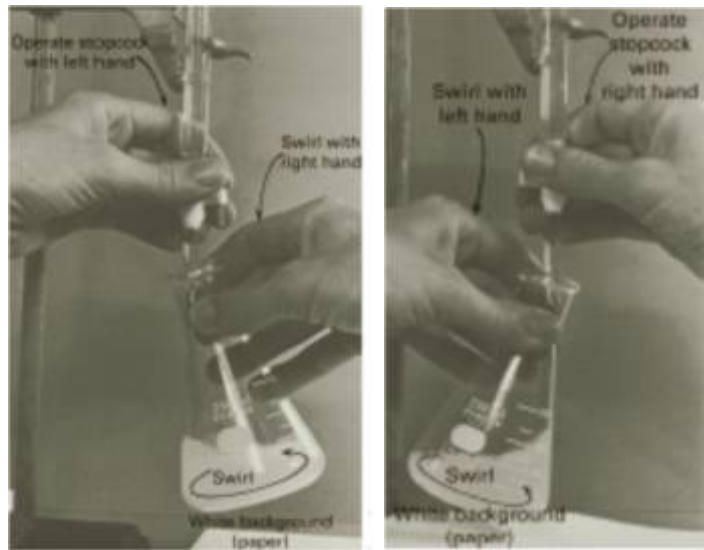
Gambar 2.2. Susunan alat titrasi (Sumber: Skoog 2014)

Jika bagian bawah kran buret tidak penuh atau ada gelembung udara, akan mempengaruhi nilai presisi volume dari buret yang digunakan. Apabila saluran di bawah kran buret belum terisi penuh, maka lakukan pengaliran larutannya pada posisi buret yang dimiringkan.

Cara lain adalah, keluarkan udara pada ujung buret dengan cara membuka kran buret dengan cepat. Setelah ujung buret terisi penuh, isi kembali buret hingga kira-kira satu sentimeter melewati batas nol. Keringkan bagian dalam atas buret yang tidak terisi larutan dengan kertas hisap yang digulung. Kemudian tanda bataskan buret dengan cara membuka kran hingga larutan menunjukkan angka nol.

2.6. Cara menitrasi larutan sampel

Larutan sampel dalam erlenmeyer ditambahkan indikator (satu tetes untuk 20 mL larutan). Tempatkan alas putih di bawah labu erlenmeyer pada set alat titrasi untuk memudahkan melihat titik akhir titrasi. Lakukan titrasi dengan cara memutar erlenmeyer dengan tangan kanan berlawanan dengan arah jam dan membuka kran buret dengan tangan kiri (Gambar 2.3.a). dan sebaliknya jika tangannya kidal lakukan dengan cara memutar erlenmeyer dengan tangan kiri dan memegang kran buret dengan tangan kanan (Gambar 2.3.b).



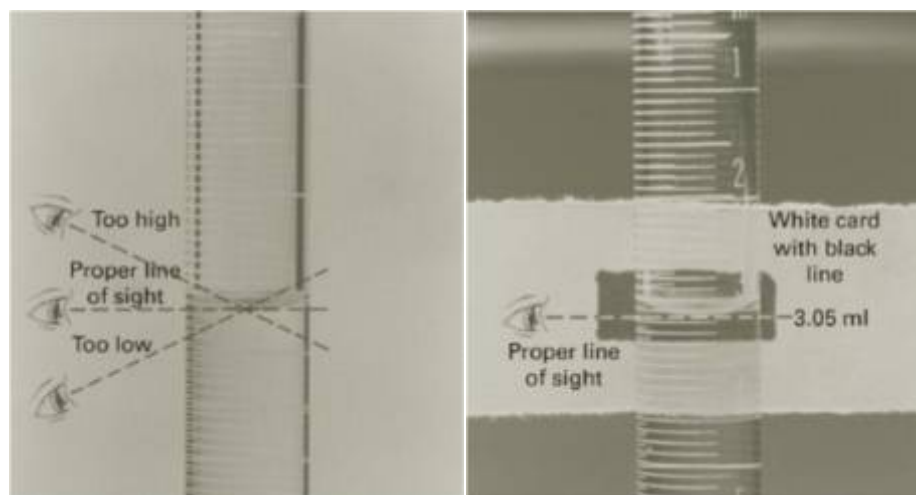
a)

b)

Gambar 2.3. Cara melakukan titrasi dengan tangan kanan a) dan dengan tangan kiri b) (Sumber: Beran, J.A, 2014)

2.7. Cara membaca miniskus buret

Pada umumnya dalam mengukur volume cairan baik melalui gelas kimia, pipet, labu ukur, maupun buret volume cairan dibaca sejajar dengan arah mata di bawah lengkungan miniskus atau dengan bantuan kartu putih berstrip hitam seperti yang terdapat pada Gambar 1.5.



a)

b)

Gambar 2.4. Cara membaca miniskus a. pembacaan miniskus sejajar mata di bawah lengkungan b. melihat miniskus dengan bantuan strip hitam pada kartu putih. Sumber : Beran, J.A (2014)

2.8. Titik ekuivalen (Titik stoikiometri) dan Titik Akhir titrasi

Titik ekuivalen (titik stoikiometri) titrasi adalah titik teoritik dimana jumlah mol titran stoikiometri (ekivalen) dengan jumlah mol analit (titrat), titik ini tidak dapat ditentukan secara eksperimen. Sedangkan titik akhir titrasi adalah titik dimana indikator mulai berubah warna, titik ini dapat ditentukan berdasarkan volume pada saat perubahan warna pertama. Selisih volume antara titik ekuivalen dengan titik akhir titrasi merupakan kesalahan titrasi. Untuk mendapatkan kesalahan titrasi yang relatif kecil, maka titrasi harus dilakukan berulang sehingga volume titik akhir yang dipilih adalah volume dengan nilai deviasi yang kecil.

Perhatikan Gambar 2.5 di bawah ini, gambar ini menunjukkan perubahan warna indikator fenolftalein pada titik akhir titrasi asam kuat/lemah dengan basa kuat. Perubahan warna dari tak berwarna menuju merah tipis transparan, pada titik ekuivalen $\text{pH} = 7$ larutan tidak berwarna dan pada titik akhir titrasi $\text{pH} = 10$ berwarna merah jambu.



Gambar 2.5. Perubahan warna indikator fenolftalein pada titrasi asam-basa dari kiri ke kanan a). pada titik ekuivalen ($\text{pH}=7$), b). pada titik akhir titrasi ($\text{pH}= 10$, dan c). pada penambahan titran berlebih (lewat titik akhir). (Sumber : Skoog, 2014).

2.10. Menghitung konsentrasi analit

Satuan Konsentrasi :

$$1. \text{Molaritas} = \frac{\text{mol solut}}{\text{L larutan}}$$

$$\text{Molaritas} = \frac{\text{gram solut}/\text{Mr}}{\text{L larutan}}$$

$$C_A = \frac{C_B \times V_B}{V_A}$$

CA = Konsentrasi setelah diencerkan, VA = Volume setelah diencerkan

CB = konsentrasi sebelum diencerkan, VB = Volume sebelum diencerkan

Contoh 1 :

Berapa molaritas 0,45 mol NaOH jika dilarutkan dalam 300 mL larutan dan berapa gram NaOH yang harus ditimbang?

Penyelesaian :

$$\text{Molaritas} = \frac{0,45}{0,3000 \text{ L}} = 1,5 \text{ M}$$

$$1,5 \text{ M} = \frac{\text{gram solut}/39,997}{0,3000 \text{ L larutan}}$$

$$\begin{aligned} \text{Gram NaOH} &= \frac{1,5 \times 0,3000}{39,997} \\ &= 1,3500 \text{ g} \end{aligned}$$

Contoh 2 :

Hitung molaritasnya jika 10 mL larutan 4,281 M diencerkan menjadi 50 mL?

Penyelesaian :

$$CA = \frac{10 \text{ mL} \times 4,281}{50 \text{ mL}}$$

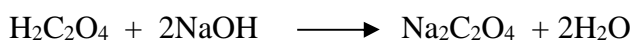
$$CA = 0,8562 \text{ M}$$

Contoh 3 :

Sepuluh mililiter H₂C₂O₄ 0,0994M dititrasi dengan NaOH menggunakan indikator fenolftalein. Perubahan warna terjadi setelah penambahan 5,45 mL titran. Berapa konsentrasi NaOH yang digunakan.

Penyelesaian :

Reaksi yang terjadi :



$$\begin{aligned} \text{mmol H}_2\text{C}_2\text{O}_4 &= 10 \times 0,0994 \\ &= 0,9940 \end{aligned}$$

Reaksi antara H₂C₂O₄ (asam oksalat) dengan NaOH terjadi pada perbandingan mol 1:2 sehingga :

$$\begin{aligned} 0,9940 \text{ mmol H}_2\text{C}_2\text{O}_4 &= 2 \times 0,9940 \text{ mmol NaOH} \\ &= 1,9880 \text{ mmol} \end{aligned}$$

$$1,9880 \text{ mmol NaOH} = 15,45 \times M_{\text{NaOH}}$$

$$\text{Konsentrasi NaOH} = \frac{1,9880}{15,45} = 0,1287 \text{ M}$$

2. Normalitas :

$$\text{Normalitas} = \frac{\text{jumlah ekuivalen solut}}{\text{L larutan}}$$

Normalitas = molaritas x ekuivalen per mol

$$\text{Normalitas} = \frac{\text{gram solut}/\text{Mr}}{\text{L larutan}}$$

$$C_A = \frac{C_B \times V_B}{V_A}$$

C_A = konsentrasi setelah diencerkan, volume C_B = konsentrasi sebelum diencerkan, V_A = volume setelah diencerkan dan V_B = volume sebelum diencerkan.

Contoh 1:

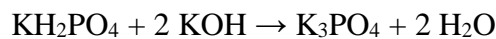
Hitung normalitas dari 0,428 mol H_2SO_4 yang diencerkan dalam 250 mL larutan

Penyelesaian :

$$\begin{aligned} \text{Normalitas} &= \frac{0,428 \times 2 \text{ ekuivalen/mol}}{0,250 \text{ L Larutan}} \\ &= 1,98 \text{ N} \end{aligned}$$

Contoh 2 :

Berapa gram KH_2PO_4 yang harus ditimbang untuk membuat 500,00 mL larutan 0,200 N pada reaksi sebagai berikut :



Penyelesaian :

Terdapat dua Hidrogen yang dilepaskan dari KH_2PO_4 sehingga massa ekuivalen adalah massa formula dibagi 2.

$$\begin{aligned} \text{KH}_2\text{PO}_4 \text{ yang harus ditimbang} &= 0,5 \text{ L} \times 0,200 \text{ ekv/L} \times \frac{136,09}{2} \text{ g/ekv} \\ &= 6,8 \text{ g} \end{aligned}$$