

# ANALISIS KUANTITATIF



# Tahap-Tahap Pengerjaan dalam Analisa Kuantitatif

- Penarikan sampel (cuplikan)
- Mengubah konstituen yang diinginkan ke bentuk yang dapat diukur
- Pengukuran konstituen yang diinginkan
- Penghitungan dan interpretasi data analitik

# ANALISIS KUANTITATIF

## Metode Konvensional:

- Cara Gravimetri
- Cara Volumetri

## Metode Fisiko-Kimia Modern:

- Cara Elektrokimia
- Cara Spektrofotometri
- Cara Kromatografik

# Metode Gravimetri



Adalah metode analisis yang didasarkan pada pengukuran massa analit atau senyawa.

**Untuk memisahkan zat ke bentuk yang dapat terukur, cara Gravimetri dilakukan melalui :**

- **Cara Penguapan**
- **Cara Elektrogravimetri**
- **Cara Pengendapan**

# **Metode Gravimetri**

## **Cara Penguapan**

**Analit diuapkan, ditimbang dan bagian yang hilang ditentukan.**

**Contoh :**

**Penentuan kadar air dalam makanan**

Contoh soal:

Sebanyak 1 gram hidrat tembaga (II) sulfat,  $\text{CuSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ , dipanaskan sehingga semua air kristalnya menguap. Massa zat padat yang tertinggal adalah 0,64 gram.

Tentukanlah rumus hidrat tersebut.

(H = 1; O = 16; S = 32; Cu = 63,5)

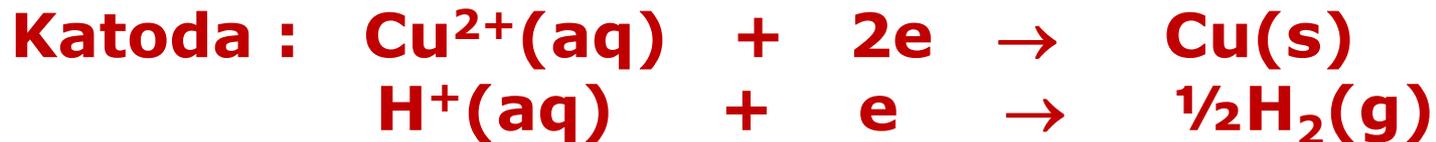
# **Metode Gravimetri**

## **Cara Elektrogravimetri (Elektrodeposisi/Elektrolisa)**

zat yang dianalisa ditempatkan di dalam sel elektrolisa. Setelah dilakukan elektrolisa, logam yang mengendap pada katoda ditimbang.

## Contoh:

Penentuan Cu dalam larutan pada suasana asam menggunakan katoda Pt.



Contoh soal:

Arus listrik 1 ampere dilewatkan selama 1 jam melalui larutan perak nitrat. Tentukan massa perak ( $A_g = 108$ ) yang diendapkan!

# **Metode Gravimetri**

## **Cara Pengendapan**

Prinsipnya adalah :

**“mengubah bentuk komponen-komponen yang diinginkan menjadi bentuk yang sukar larut.”**

Reaksinya :  $aA + rR \rightarrow A_aR_r$

Bentuk ini kemudian harus dapat dipisahkan secara sempurna, dicuci, dikeringkan dan ditimbang.

Contoh :

Kalsium dapat ditetapkan secara gravimetri dengan cara pengendapan sebagai kalsium oksalat. Selanjutnya dilakukan pemanggangan hingga kalsium oksalat tersebut menjadi kalsium oksida.



## **Syarat-syarat bentuk senyawa yang diendapkan adalah :**

- Kelarutannya harus rendah
- Endapan yang terbentuk mudah disaring dan dicuci
- Endapan harus mudah di ubah menjadi bentuk senyawa yang dapat ditimbang

## **Syarat-syarat bentuk senyawa yang ditimbang adalah :**

- Stoikiometri
- Mempunyai kestabilan yang tinggi
- Faktor gravimetrinya kecil

**Faktor gravimetri (faktor kimia) adalah  
"jumlah gram analit dalam  
1 gram endapan".**

$$\text{Faktor gravimetri} = \frac{A_r \text{ atau } M_r \text{ yang dicari}}{M_r \text{ endapan yang ditimbang}}$$

# Contoh Bentuk Senyawa yang Diendapkan dan Ditimbang

Ion yang ditetapkan	Pereaksi Pengendap	Senyawa yang diendapkan	Senyawa yang Ditimbang
$\text{Fe}^{3+}$	$\text{NH}_4\text{OH}$	$\text{Fe}(\text{OH})_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$
$\text{Ba}^{2+}$	$\text{HSO}_4$	$\text{BaSO}_4$	$\text{BaSO}_4$
$\text{Cu}^{2+}$	$\text{NaOH}$	$\text{Cu}(\text{OH})_2$	$\text{CuO}$
$\text{Cl}^-$	$\text{AgNO}_3$	$\text{AgCl}$	$\text{AgCl}$
$\text{SO}_4^{2-}$	$\text{BaCl}_2$	$\text{BaSO}_4$	$\text{BaSO}_4$

Tentukan faktor gravimetrinya !

## Langkah-langkah dalam analisis gravimetri

- ✓ Persiapan larutan sampel
- ✓ Pengendapan
- ✓ Digest (menumbuhkan kristal-kristal endapan)
- ✓ Penyaringan
- ✓ Pencucian
- ✓ Pengeringan atau Pemijaran
- ✓ Penimbangan
- ✓ Perhitungan

## **Langkah-langkah yang harus diperhatikan dalam analisis gravimetri**

1. Penambahan Pereaksi Pengendap.
2. Pembentukan Endapan.
3. Kontaminasi Endapan.
4. Menyaring dan Mencuci Endapan.
5. Pengeringan dan Pemanasan Endapan

# **1. Penambahan Pereaksi Pengendap**

Sebagai pereaksi pengendap dapat digunakan senyawa anorganik atau senyawa organik tetapi dipilih yang spesifik dan mudah menguap.

Mengapa harus dipilih yang mudah menguap?

agar zat pengganggu bila tidak  
hilang waktu dicuci dapat dihilangkan  
waktu pemanasan

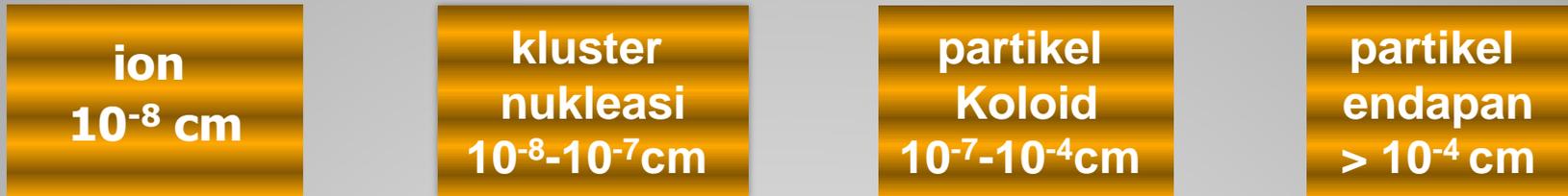
**Contoh, untuk mengendapkan ion :**

- **$\text{Fe}^{3+}$  lebih baik digunakan pereaksi  $\text{NH}_4\text{OH}$  dari pada  $\text{KOH}$  atau  $\text{NaOH}$**
- **$\text{Ba}^{2+}$  lebih baik digunakan pereaksi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dari pada  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  atau  $\text{K}_2\text{SO}_4$**
- **$\text{Ag}^+$  lebih baik digunakan pereaksi  $\text{HCl}$  dari pada  $\text{KCl}$  atau  $\text{NaCl}$ .**

## **2. Pembentukan Endapan**

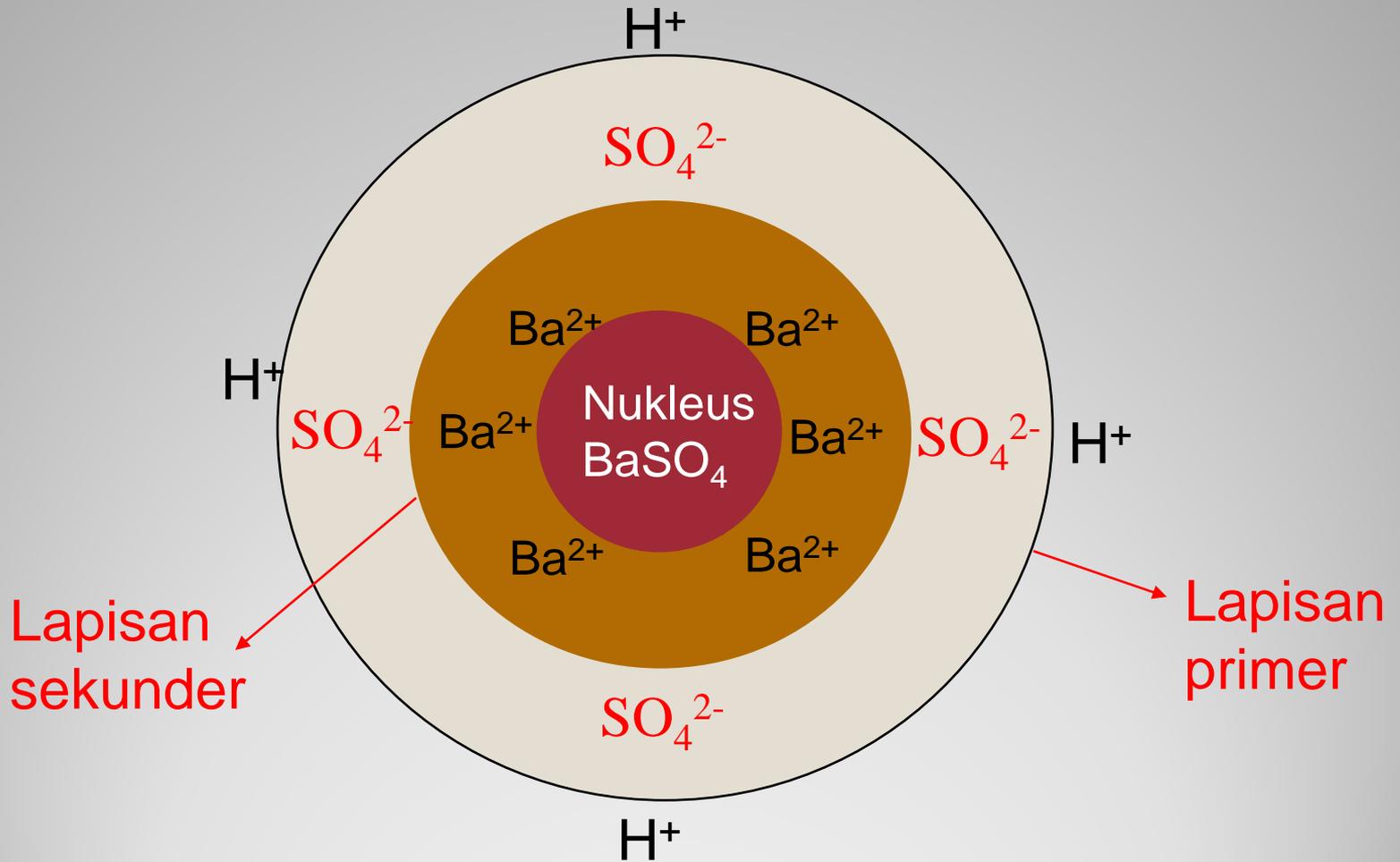
Yang utama dalam analisis gravimetri adalah pembentukan endapan yang murni dan mudah disaring.

## Tahap Pembentukan Endapan



- ✓ Terjadi pengelompokan ion,
- ✓ Pembentukan partikel yang sangat kecil, yang disebut nukleus.
- ✓ Karena ada ion-ion yang bergerak, maka pada permukaan nukleus akan menempel ion-ion yang berlawanan muatannya.
- ✓ Tumbuh koloid kemudian terjadi endapan yang besar.

# Pembentukan Endapan $\text{BaSO}_4$



# Peptisasi

Proses melarutnya endapan menjadi koloid.

Pada waktu endapan dicuci, akan ada endapan yang larut sehingga endapan akan kembali menjadi koloid.

Akibatnya pada waktu disaring ada endapan yang lolos dari kertas saring.

## Pencegahan :

Pada saat pencucian, endapan dicuci dengan elektrolit.



**Pada pencucian ditambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  
sehingga reaksi akan bergerak ke kiri.**

# **Pengotoran Endapan :**

## **a. Kopresipitasi**

### **Oklusi**

**Pengotor yang terkurung diantara butir-butir endapan yang menggumpal menjadi satu.**

**Jika proses pertumbuhan kristal lambat, zat pengotor akan larut lagi dan partikel akan tumbuh menjadi partikel besar dan murni.**

**Sebaliknya jika pertumbuhan cepat maka zat pengotor masuk ke dalam kisi-kisi kristal.**

**Pencegahan :**

**Penambahan pereaksi sedikit-sedikit, dan dipanaskan sambil diaduk perlahan-lahan.**

**Adsorpsi permukaan :**

**Terjadi pada permukaan lapisan induk. Jumlah zat yang diadsorpsi akan lebih banyak dengan bertambah besarnya nukleus.**

## ✓ **Pospresipitasi**

**Terjadinya endapan ke-2 setelah pengendapan ke-1. Ini disebabkan karena ada garam yang sukar larut.**

**Contoh :**

**$\text{Cu}^{2+}$  diendapkan sebagai  $\text{CuS}$  dengan adanya  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{ZnS}$  juga akan mengendap.**

# Penyaringan endapan

Penyaringan endapan dapat dilakukan dengan :

## 1. Kertas saring

yang digunakan adalah kertas saring yang sangat rendah kadar abunya (**Kertas Saring Bebas Abu**).

Ada tiga tekstur kertas saring, yaitu :

a. untuk endapan halus

b. untuk endapan sedang (medium)

c. untuk endapan mirip gelatin dan endapan kasar.

## Karakteristik kertas saring Whatman

Kertas Saring	Pertikel kasar	Pertikel sedang	Pertikel halus
Nomor	541	540	542
Abu	0,08	0,08	0,09

**2. Penyaring asbes (cawan Gooch)**

**3. Penyaring lempeng berpori, terbuat dari kaca**

**Pyrex (penyaring kaca masir), silika (penyaring vitreosil)**

## Mencuci endapan

Cairan pencuci harus memenuhi syarat sebagai berikut ;

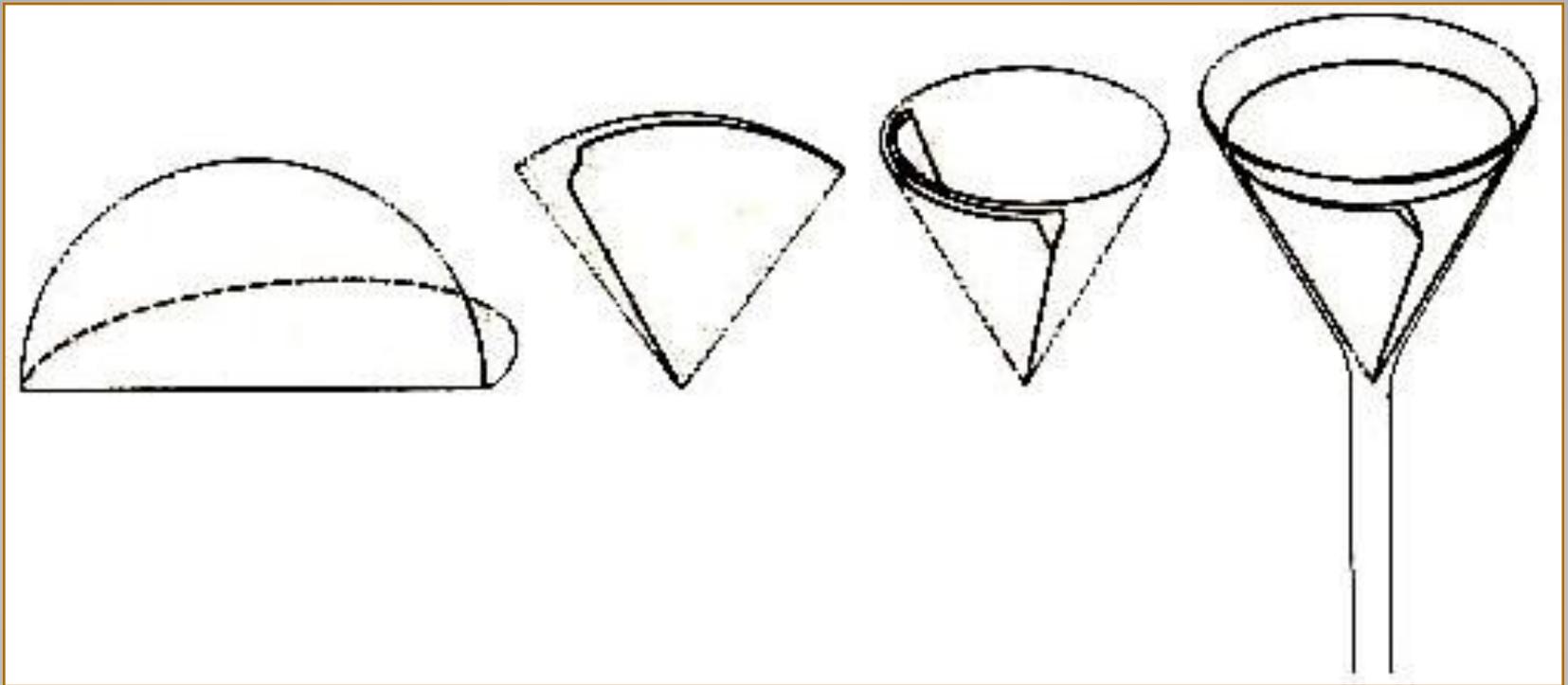
- Tidak melarutkan endapan
- Tidak mendispersikan endapan
- Tidak membentuk hasil yang atsiri ataupun tak dapat larut dengan endapan
- Mudah menguap pada temperatur pengeringan
- Tidak mengandung zat yang mengganggu untuk penetapan berikutnya terhadap filtrat.

Pencucian efektif : ?

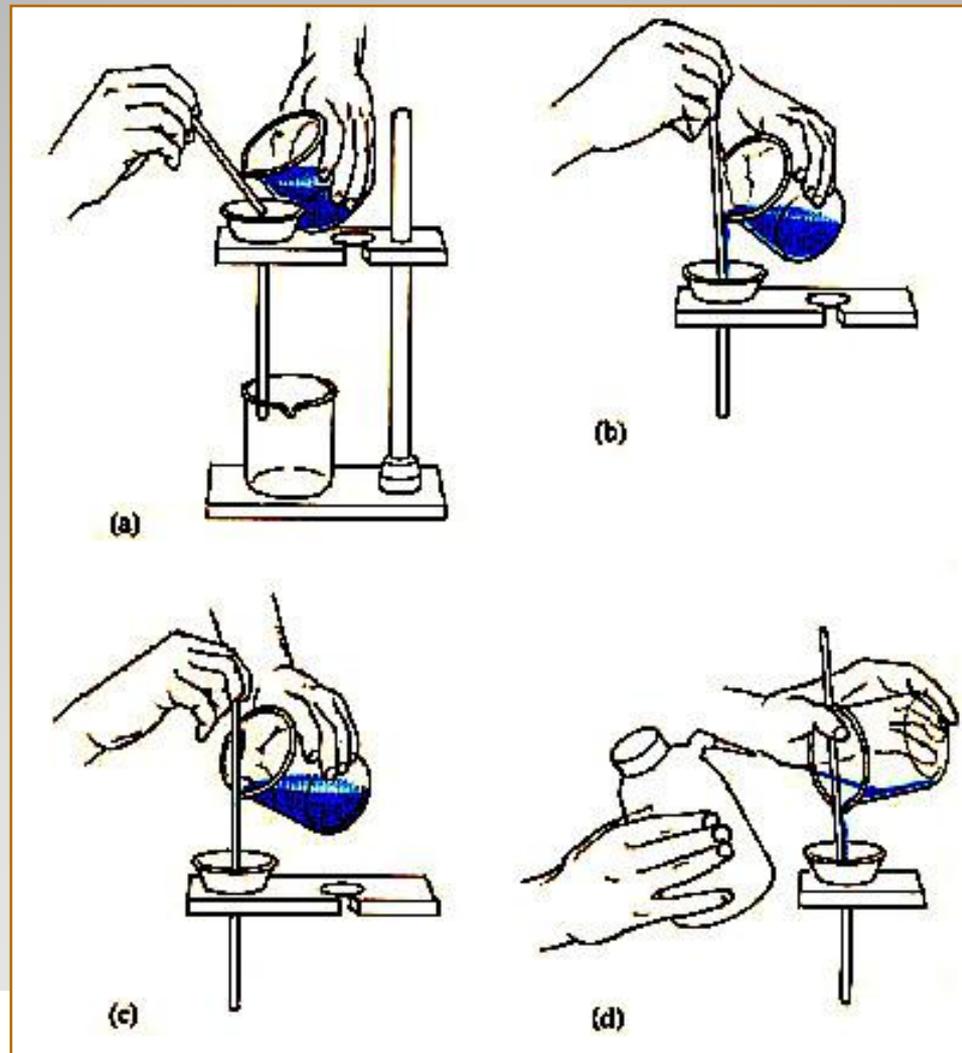
## Contoh pencucian/penyaringan

- Pencucian endapan  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  menggunakan larutan elektrolit asam-nitrat, harus bebas ion  $\text{Cl}^-$ , dipijarkan pada suhu  $600\text{ }^\circ\text{C}$
- Pencucian endapan  $\text{BaSO}_4$  harus bebas ion sulfat, tidak dipijarkan untuk menghindari reduksi endapan oleh karbon menjadi  $\text{BaS}$
- Pencucian endapan  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  harus bebas ion sulfat
- Endapan Ni-DMG disaring dalam kaca masir, tidak dipijarkan karena mengandung zat organik

## Cara melipat kertas saring



## Cara melipat kertas saring



## Pengeringan dan pemijaran

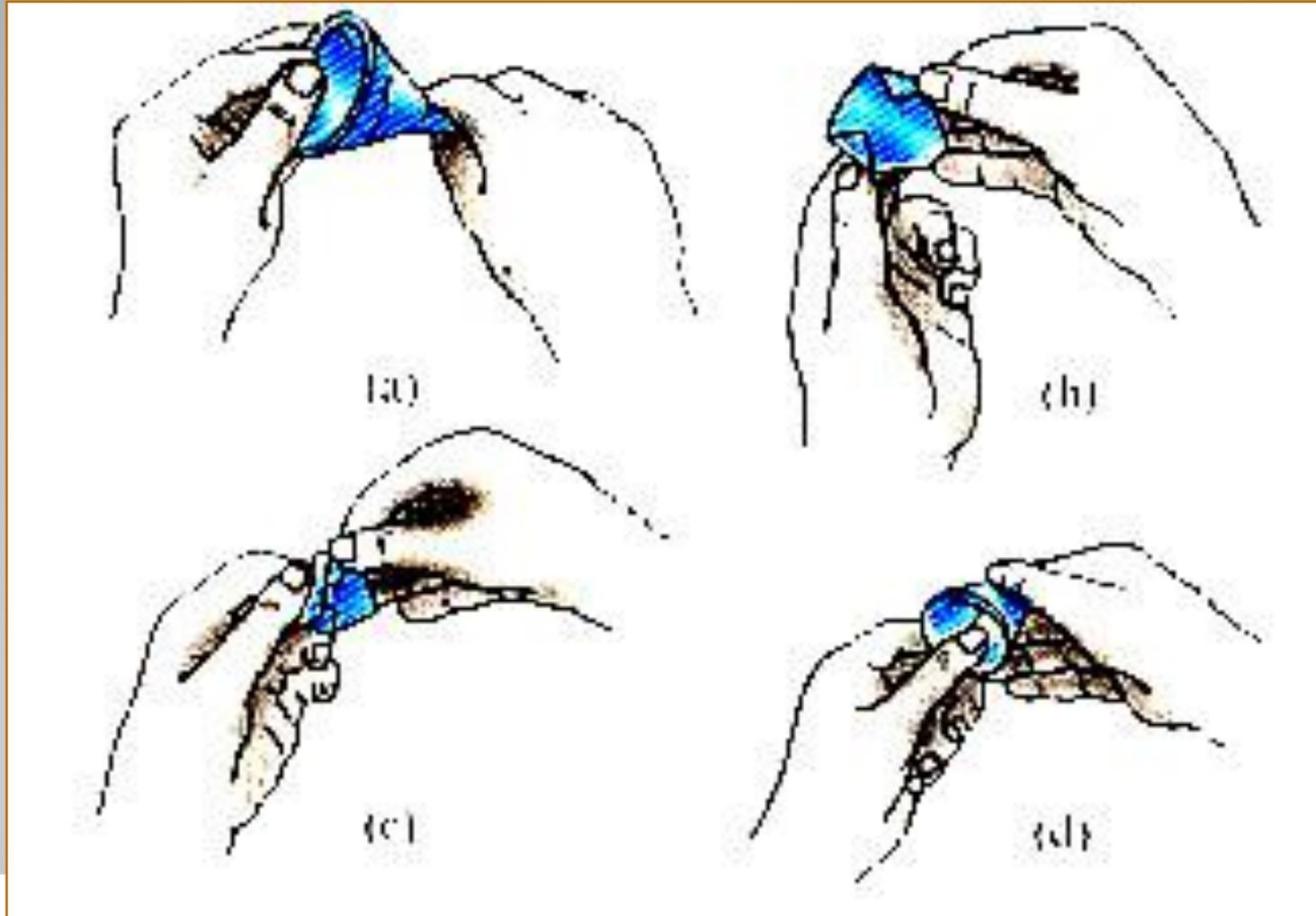
Endapan yang telah dicuci, dikeringkan, diabukan, dan dipijarkan sampai beratnya konstan

- Tujuan pengeringan : menghilangkan air dan zat yang mudah menguap
- Tujuan pemijaran : merubah endapan itu ke dalam suatu senyawa kimia yang rumusnya diketahui dengan pasti

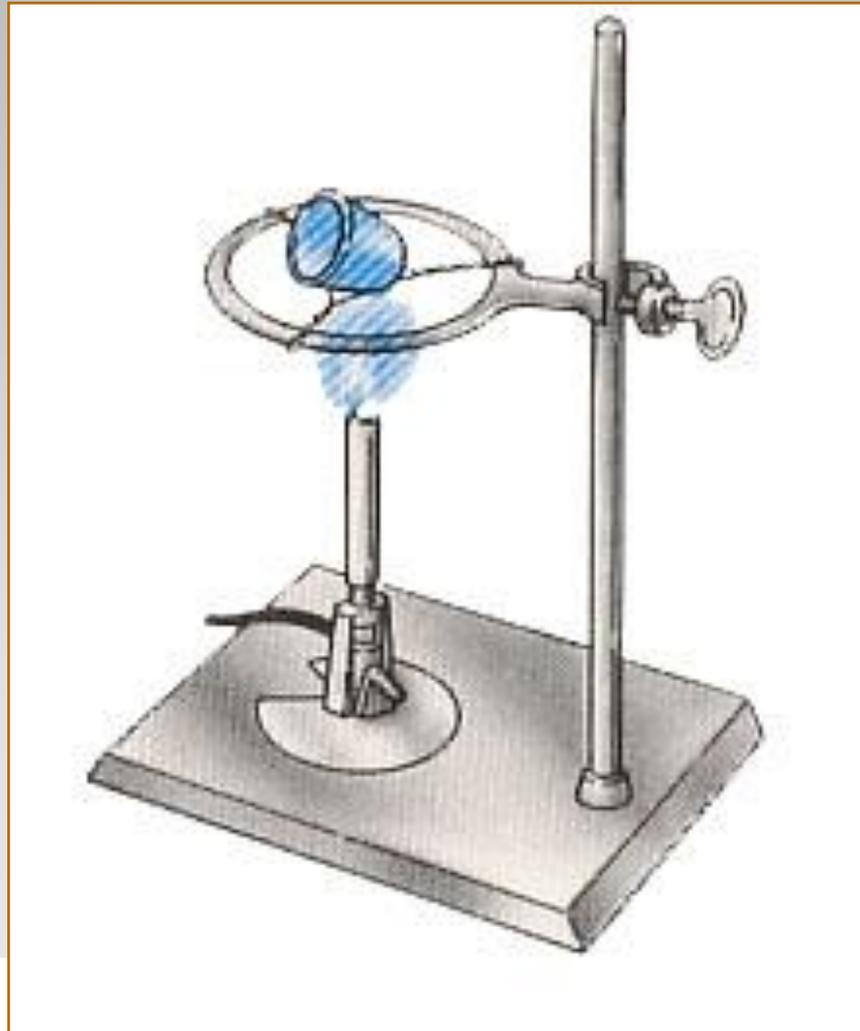
## Contoh :



## Cara memindahkan dan melipat kertas saring



## Cara memijarkan endapan



## Perhitungan dalam Analisis Gravimetri

Dari berat endapan yang ditimbang, maka presentase analit A adalah:

$$\% A = \frac{\text{berat A}}{\text{berat sampel}} \times 100 \%$$

Dengan faktor gravimetri :

$$\text{Faktor gravimetri} = \frac{A_r \text{ atau } M_r \text{ yang dicari}}{M_r \text{ endapan yang ditimbang}}$$

Perkalian berat endapan P dengan faktor gravimetri memberikan banyaknya gram analit dalam sampel.

$$\text{Berat A} = \text{berat P} \times \text{faktor gravimetri}$$

**Maka,**

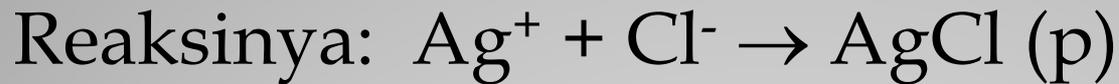
$$\% A = \frac{\text{berat P x faktor gravimetri}}{\text{berat sampel}} \times 100 \%$$

Keterangan : A = analit; P = endapan

### Contoh soal 1:

0,6025 gram sampel garam klorida dilarutkan dalam air dan kloridanya diendapkan dengan menambahkan perak nitrat berlebih. Endapan perak klorida disaring, dicuci, dikeringkan dan ditimbang. Ternyata beratnya 0,7134 gram. Hitunglah persentase klorida dalam sampel. (Ar Cl = 35,5; Ar Ag = 108)

## Jawaban :



$$\frac{A_r \text{Cl}}{M_r \text{AgCl}} = \frac{35,5}{(107,9 + 35,5)} = \frac{35,5}{143,4} = 0,25$$

$$\begin{aligned} \% \text{Cl} &= \frac{\text{berat Cl x faktor gravimetri}}{\text{berat sampel}} \times 100 \% \\ &= \frac{0,7134 \text{ gram} \times 0,25}{0,6025 \text{ gram}} \times 100 \% \\ &= 29,60 \% \end{aligned}$$

## Contoh soal 2 :

Dalam suatu sampel batuan fosfat seberat 0,5428 gram, fosfor diendapkan sebagai  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan dipanggang menjadi  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ . Jika berat endapan pangangan adalah 0,2234 gram, hitunglah persentase  $\text{P}_2\text{O}_5$  dalam sampel.

## Jawaban :

$$\% P_2O_5 = \frac{\text{berat endapan} \times \text{faktor gravimetri}}{\text{berat sampel}} \times 100$$

$$= \frac{0,2234 \text{ gram} \times \left( \frac{P_2O_5}{Mg_2P_2O_7} \right)}{0,5428 \text{ gram}} \times 100$$

$$= \frac{0,2234 \times \frac{142}{222,6}}{9,5428} \times 100 = 26,25$$

# APLIKASI ANALISIS GRAVIMETRI

Analisis gravimetri dapat diterapkan hampir pada setiap unsur.

Zat yang dianalisis	Endapan	Zat yang ditimbang	Contoh pengganggu
Fe	$\text{Fe}(\text{OH})_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	Al, Ti, Cr
Al	$\text{Al}(\text{OH})_3$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	Fe, Ti, Cr
	$\text{Al}(\text{OX})_3$ OX = 8-hidroksikuinolin	$\text{Al}(\text{OX})_3$	Banyak, kecuali Mg dalam larutan asam
Ba	$\text{BaCrO}_4$	$\text{BaCrO}_4$	Pb
$\text{SO}_4^{2-}$	$\text{BaSO}_4$	$\text{BaSO}_4$	$\text{NO}_3^-$ , $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{ClO}_3^-$
$\text{Cl}^-$	$\text{AgCl}$	$\text{AgCl}$	$\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{SCN}^-$ , $\text{CN}^-$
Ag	$\text{AgCl}$	$\text{AgCl}$	Hg(I)
$\text{PO}_4^{3-}$	$\text{MgNH}_4\text{PO}_4$	$\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{K}^+$
Ni	$\text{Ni}(\text{dmg})_2$ Dmg = dimetilglioksin	$\text{Ni}(\text{dmg})_2$	Pd

## Penentuan Kadar Besi

Besi diendapkan sebagai besi (III) hidroksida, kemudian di pijarkan pada suhu tinggi menjadi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

Contoh untuk analisis batuan dimana besi dipisahkan dahulu dari unsur-unsur yang mengganggu.

Bijih besi biasanya dilarutkan dalam asam klorida, dan asam nitrat digunakan untuk mengoksidasi besi ke keadaan oksidasi +3.

Ladi larutan yang mengandung besi (III) ditambahkan larutan amonia yang sedikit berlebih untuk mengendapkan  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  (sebenarnya disebut oksida berair,  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ).



Endapan mirip gelatin yang sangat tidak larut dalam air. Endapan dicuci dengan air yang mengandung sedikit amonium nitrat untuk mencegah peptisasi.

Penyaringan dilakukan dengan menggunakan kertas saring, kemudian kertas dan endapan dibakar pada suhu yang cukup tinggi.

## Prosedur kerja:

1. Panaskan cawan krus sampai pijar, kemudian dinginkan dalam desikator selanjutnya timbang. Ulangi pekerjaan ini sampai diperoleh berat cawan krus yang konstan (selisih penimbangan tidak lebih dari  $3,10^{-4}$  gram)
2. Timbang dengan teliti kira-kira 0,8 gram amonium besi (II) sulfat pro analisis;  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ke dalam gelas kimia 400 mL.

3. Larutkan zat dalam 50 mL air dan 10 mL HCl encer (1:1)
4. Tambahkan 1-2 mL asam nitrat pekat dan didihkan perlahan-lahan sampai warnanya kuning jernih, selanjutnya ujilah larutan untuk mengetahui apakah oksidasi besi telah sempurna atau belum dengan larutan kalium heksasianoferrat (II)
5. Encerkan larutan menjadi 200 mL, panaskan sampai mendidih kemudian tambahkan larutan amonia (1:1) sedikit demi sedikit sampai semua besi mengendap.

6. Didihkan campuran selama 1 menit lalu saring.
7. Cuci endapan dengan amonium nitrat 1% sampai bebas klorida
8. Pijarkan, dinginkan dalam desikator kemudian timbang. Pekerjaan no 8 ini diulangi sampai beratnya konstan.
9. Hitung kadar besi dalam cuplikan

**SEKIAN !**

**KITA TERUSKAN DENGAN**  
**MATERI SELANJUTNYA**