



MODUL KIMIA DASAR ANORGANIK
NUT 252 (KJ101)

Materi Pertemuan 7
METODE GRAVIMETRY

Disusun Oleh:
Reza Fadhillah, S.TP., M.Si

UNIVERSITAS ESA UNGGUL
2019

Gravimetri

Analisis gravimetri merupakan analisis yang didasari dari proses isolasi dan pengukuran berat suatu unsur atau senyawa tertentu. Bagian terbesar dari penentuan secara analisis gravimetri meliputi transformasi unsur atau radikal ke senyawa murni yang stabil yang dapat ditimbang dengan teliti. Berat unsur dihitung berdasarkan rumus senyawa dan berat atom unsur-unsur penyusunnya, pemisahan unsur-unsur atau senyawa yang dikandung dapat dilakukan beberapa metoda: metoda pengendapan, metoda penguapan dan metoda elektrolisis. Pada prakteknya yang paling sering metoda pengendapan dan penguapan.

METODE PENGENDAPAN

Suatu sampel yang akan ditentukan searah gravimetri mula-mula ditimbang secara kuantitatif, dilarutkan dalam pelarut tertentu kemudian diendapkan kembali dengan reagen tertentu. Senyawa yang dihasilkan harus memenuhi syarat yaitu memiliki kelarutan sangat kecil sehingga bisa mengendap kembali dan dapat dianalisis dengan Cara menimbang. Endapan yang terbentuk harus berukuran lebih besar dari pada pori-pori alat penyaring (kertas saring), kemudian endapan tersebut dicuci dengan larutan elektrolit yang mengandung ion sejenis dengan ion endapan. Hal ini dilakukan untuk melarutkan pengotor yang terdapat dipermukaan endapan dan memaksimalkan endapan. Endapan yang terbentuk dikeringkan pada suhu 100-130 derajat celcius atau dipijarkan sampai suhu 800C tergantung suhu dekomposisi dari analit. Pengendapan kation misalnya, pengendapan sebagai garam sulfida, pengendapan Ni dengan DMG, pengendapan Ag dengan klorida atau logam hidroksida dengan mengatur pH larutan. Penambahan reagen dilakukan secara berlebihan untuk memperkecil kelarutan produk yang diinginkan. Proses pengendapan terjadi melalui dua proses yaitu proses pertama pembentukan inti, proses kedua inti tersebut tumbuh menjadi jarah yang besar dan mengendap dengan baik.

Agar mendapatkan pengendapan yang optimum yang sangat penting harus diperhatikan yakni kelewatjenuhan nisbi (R). Kelewatjenuhan (R) ini dirumuskan dengan persamaan sebagai berikut:

$$R = \frac{Q - S}{S}$$

Dimana R = kelewatjenuhan nisbi.

Q = kepekatan molar lerutan setelah dicampur, tapi belum timbul endapan.

S = Kelarutan molar endapan.

Jika endapan mempunyai hasil kali kelarutan yang rendah (S juga rendah) dan endapan itu terbentuk dari larutan yang agak pekat (Q tinggi), maka kelewatjenuhan nisbinya akan tinggi. Dalam hal seperti ini sejumlah besar inti akan terbentuk, yang mengelompok dengan cepat menjadi endapan hablur halus atau endapan tidak terbentuk. Sebaliknya jika kelewatjenuhan nisbinya rendah (Q rendah tapi S tinggi) maka jumlah inti yang terbentuk juga

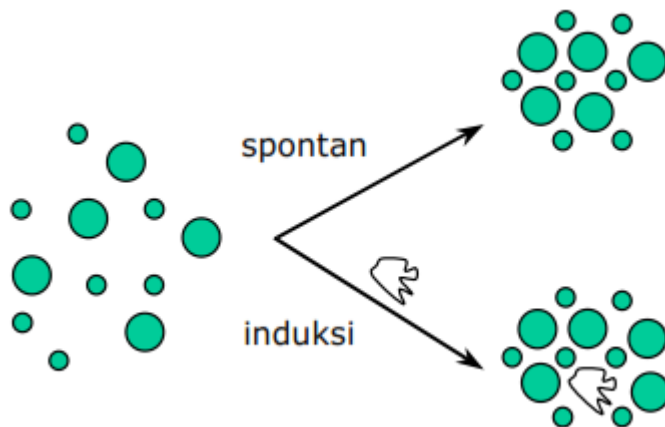
akan rendah. Kelewatjenuhan yang rendah ini memungkinkan terbentuknya endapan hablur kasar. Faktor-faktor untuk mendapatkan kelewatjenuhan nisbi agar didapatkan endapan hablur yang baik antara lain:

1. Pengendapan harus dilakukan pada larutan encer, yang bertujuan untuk memperkecil kesalahan akibat kopresipitasi.
2. Peraksi dicampur perlahan-lahan dan teratur dengan pengadukan tetap.
3. Pengendapan dilakukan pada larutan panas bila endapan yang terbentuk stabil pada temperatur tinggi.
4. Endapan kristal biasanya dibentuk dalam waktu yang lama dengan menggunakan pemanas uap untuk menghindari adanya kopresipitasi.
5. Endapan harus dicuci dengan larutan encer.
6. Untuk menghindari postpresipitasi atau kopresipitasi sebaiknya dilakukan pengendapan ulang.

MEKANISME PEMBENTUKAN ENDAPAN

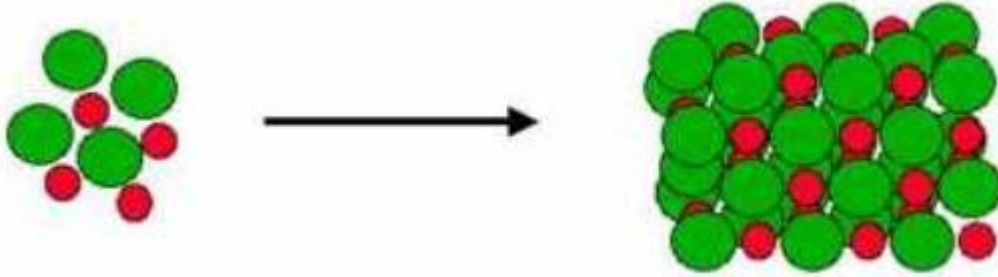
Terbentuknya endapan dimulai dari terbentuknya larutan lewat jenuh (super saturated solution).

Nukleasi, sejumlah partikel (ion, atom atau molekul) membentuk inti mikroskopik dari fasa padat, semakin tinggi derajat lewat jenuh, semakin besar laju nukleasi. Pembentukan nukleasi dapat secara langsung atau dengan induksi.



Proses pengendapan selanjutnya merupakan kompetisi antara nukleasi dan PARTICLE GROWTH

PARTICLE GROWTH: Begitu suatu situs nukleasi terbentuk, ion-ion lain tertarik sehingga membentuk partikel besar yang dapat disaring



Apabila nukleasi yang lebih dominan maka partikel kecil yang banyak, bila particle growth yang lebih dominan maka partikel besar yang dihasilkan. Jika pengendapan terbentuk pada RSS relatif besar maka nukleasi merupakan mekanisme utama sehingga endapan yang dihasilkan berupa partikel kecil

Metode analisis gravimetri adalah suatu metode analisis yang didasarkan pada pengukuran berat, yang melibatkan: pembentukan, isolasi dan pengukuran berat dari suatu endapan

Kinerja Metode Gravimetri

- Relatif lambat
- Memerlukan sedikit peralatan \Rightarrow Neraca dan oven
- Tidak memerlukan kalibrasi \Rightarrow Hasil didasarkan pada berat molekul
- Akurasi 1-2 bagian per seribu
- Sensitivitas: analit $> 1\%$
- Selektivitas: tidak terlalu spesifik

Soluble dan insoluble

Bila suatu zat terlarut larut sangat sedikit dalam pelarut (kurang dari 0,1 gram zat terlarut dalam 1000 g pelarut) maka zat itu disebut sukar larut (insoluble).

Solubility Rules

(untuk senyawa ionik dalam pelarut air pada suhu 25°C)

Semua senyawa logam alkali (grup 1A) *soluble*

Semua senyawa amonium (NH_4^+) *soluble*

Semua senyawa NO_3^- , ClO_3^- dan ClO_4^- *soluble*

Semua senyawa NO_2^- *soluble* kecuali Ag^+

Semua senyawa asetat *soluble* kecuali Ag^+ , Hg_2^{2+} , Bi^{3+}

Senyawa Cl^- , Br^- , I^- *soluble* kecuali: Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+}

Senyawa SO_4^{2-} *soluble* kecuali: Ca , Ag (*slight.sol*), Ba , Hg^{2+} , Pb (*insoluble*)

Senyawa OH^- *insoluble* kecuali: 1A, NH_4^+ , Ba (*soluble*) Ca (*slightly soluble*)

Senyawa oksida *insoluble* kecuali: 1A, Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+}

Senyawa CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , S^{2-} *insoluble* kecuali: 1A, NH_4^+

(logam 1A **adalah Na^+ , K^+**)

PROSEDUR GRAVIMETRI

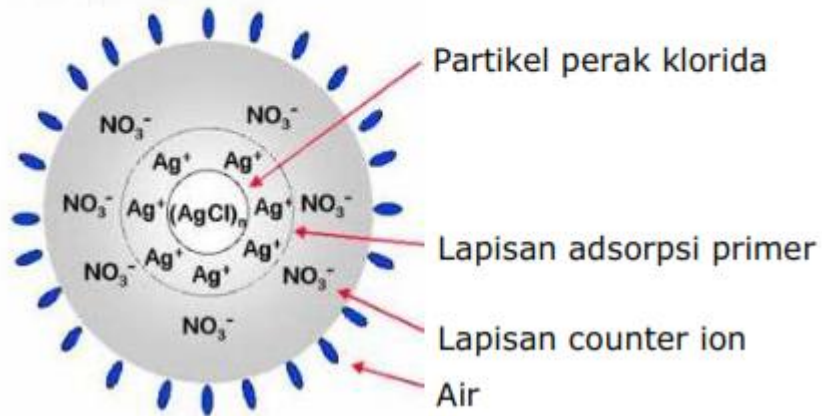
- Penyiapan larutan
- Pengendapan
- Pencernaan
- Penyaringan
- Pencucian
- Pengeringan / pemanggangan
- Penimbangan
- Perhitungan

ENDAPAN KOLOID

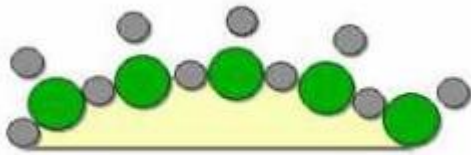
Contoh:

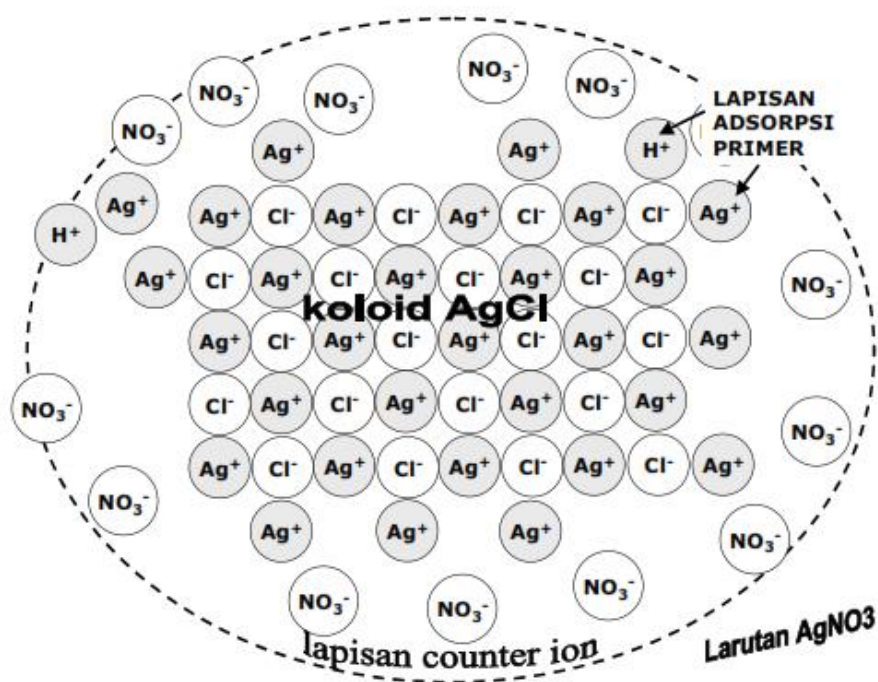


AgCl cenderung membentuk endapan koloid



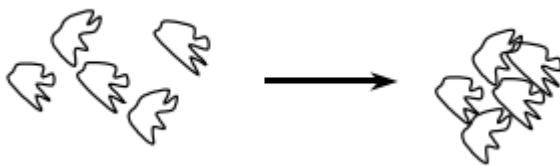
Pada awalnya hanya terdapat sangat sedikit Cl⁻ bebas di dalam larutan disebabkan Ag⁺ berlebih. Lapisan terluar dari endapan yang mengandung kedua ion cenderung untuk menarik Ag⁺ ke lapisan primer.





Ukuran koloid dapat ditingkatkan dg pemanasan, pengadukan dan penambahan elektrolit. Proses merubah koloid sehingga dapat disaring disebut koagulasi atau aglomerasi.

KOAGULASI



Beberapa koloid bila berkoagulasi, mengangkut turun sejumlah besar air menghasilkan endapan mirip selai / gel.

- Liofilik/hidrofilik/emulsoid: koloid yg mempunyai afinitas kuat terhadap pelarut/air contoh: $\text{Fe}(\text{OH})_3$
- liofobik/suspensoid: koloid yg mempunyai afinitas terhadap pelarut/air rendah, contoh: AgCl

Suspensi koloid stabil karena partikelnya bermuatan sama. Muatan tersebut dihasilkan dari kation atau anion yang terikat ke permukaan partikel proses yg dinamakan adsorpsi.

Dua pendekatan yang biasa dipakai agar koloid berkoagulasi:

1. Pemanasan disertai pengadukan secara nyata menurunkan jumlah ion yang teradsorb per partikel mengurangi ukuran lapisan counter ion, sehingga memudahkan partikel untuk berdekatan. Pemanasan mengakibatkan berkurangnya jumlah ion yang teradsorpsi mengurangi double layer
2. Meningkatkan konsentrasi elektrolit larutan senyawa ionik yang tidak mengganggu dapat ditambahkan ke dalam larutan. Hal ini dapat menetralkan partikel. **PENAMBAHAN ELEKTROLIT YANG SESUAI AKAN MENGURANGI DOUBLE LAYER**

PEPTISASI KOLOID

Proses dimana koloid yang terkoagulasi kembali ke keadaan semula terjadi pada saat pencucian, elektrolit menghilang, lapisan counter ion membesar (ini merupakan suatu dilema)

Untuk menghindarinya:

- Menggunakan elektrolit volatil
- Pencernaan (digestion)
- Penuaan (aging)

Garam volatil dapat digunakan semasa pencucian. Hal ini untuk menggantikan counter ion berlebih. Elektrolit akan hilang bersama dengan pengeringan endapan. Sebagai contoh endapan AgCl dapat dicuci dengan larutan HCl atau asam nitrat. Pengeringan pada suhu 110 °C akan menghilangkan HCl.

Pencernaan : pemanasan larutan ± 1 jam setelah pembentukan endapan. Hal ini membantu untuk menghilangkan air yang terikat pada endapan. Penuaan: penyimpanan larutan tanpa pemanasan, selama semalam. Hal ini memberi kesempatan pengotor untuk keluar dari endapan

B. SYARAT – SYARAT ENDAPAN GRAVITASI

1. Kesempurnaan pengendapan: Pada pembuatan endapan harus diusahakan kesempurnaan pengendapan tersebut dimana kelarutan endapan dibuat sekecil mungkin.
2. Kemurnian endapan (kopresipitasi): Endapan murni adalah endapan yang bersih, tidak mengandung molekul-molekul lain (zat-zat lain biasanya pengotor atau kontaminan)
3. Endapan yang kasar: Yaitu endapan yang butir-butirnya tidak kecil, halus melainkan Endapan yang bulky: Endapan dengan volume atau berat besar, tetapi berasal dari analit yang hanya sedikit.
4. Endapan yang spesifik: Pereaksi yang digunakan hanya dapat mengendapkan komponen yang dianalisa.

Pengotor Endapan. Dalam proses pengendapan sering terjadi pengotor endapan yang disebabkan oleh terbentunya zat lain yang juga membentuk endapan dengan pereaksi yang digunakan, sehingga diperoleh hasil yang lebih besar dari yang sebenarnya. Kesalahan ini kadang dimbangi dengan kelarutan zat dalam pelarut yang digunakan. Zat pengotor tersebut dapat dibedakan menjadi 2, yaitu:

1. Pengotoran karena pengendapan sesungguhnya adalah: Pengendapan bersama (simultaneous precipitation). Kotoran mengendap bersama waktu dengan endapan analit. Contoh: $\text{Al}(\text{OH})_3$ sebagai pengotor $\text{Fe}(\text{OH})_3$
2. Pengotoran karena terbawa (Co-precipitation)
3. Pengotoran ini tidak mengendap melainkan hanya terbawa oleh endapan analit. Kotoran isomorf dan dapat campur dengan inang ini dapat terjadi bila bahan pengotoran dan endapan mempunyai kesamaan tipe rumus molekul maupun bentuk molekul.
4. Kotoran larut dalam inang dimana zat sendiri larut dalam zat padat lalu ikut terbawa sebagai kotoran. Contohnya $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ dan KNO_3 yang larut dalam BaSO_4 pada kedua jenis pengotoran diatas kotoran tersebar diseluruh kristal.
5. Kotoran teradsorpsi pada permukaan endapan. Terjadi karena gaya tarik menarik antara ion yang teradsorpsi dan ion-ion lawannya pada permukaan endapan
6. Kotoran teroklusi oleh inang (terkurung). Dapat terjadi apabila kristal tumbuh terlalu cepat dari butiran kecil menjadi besar dalam hal ini ion tidak sempat dilepaskan, tetapi sudah tertutup dalam kristal. Usaha yang dapat dilakukan untuk mengurangi zat pengotor tersebut adalah :
 - a. Sebelum membentuk endapan dengan jalan menyingkirkan bahan-bahan yang akan mengotori
 - b. Selama membentuk endapan. Endapan hanya terbentuk bila larutan yang bersangkutan lewat jenuh terhadap endapan tersebut yaitu larutan mengandung zat itu melebihi konsentrasi larutan jenuh, dengan tahap-tahap sebagai berikut:

C. PENGENDAPAN DARI LARUTAN HOMOGEN.

Beberapa contoh dari larutan homogen, pada umumnya dalam metoda gravimetri yang diinginkan adalah suatu zat yang dapat mengendap dengan kerapatan tinggi dan dapat disaring, Beberapa contoh pengendapan dari larutan homogen diantaranya:

1. Sulpat : Dimetilsulpat menghasilkan radikal sulpat dengan reaksi:
 $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4 + 2 \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 2 \text{CH}_3\text{OH} + 2 \text{H}^+ + \text{SO}_4^{2-}$.
2. Hidroksida: pH dikendalikan secara perlahan-lahan, NH_3 dihasilkan dari urea dengan reaksi berikut:
 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2 + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 2 \text{NH}_3 + \text{CO}_2$ pada suhu 90- 1000C., sedangkan untuk Al diendapkan oleh urea sebagai $\text{Al}(\text{OH})_3$ dalam media asam suksinat, atau Ba sebagai BaCrO_4 pada ammonium asetat atau Ni dengan glioksin.
3. Oksalat: kalsium dendapkan sebagai CaC_2O_4 , torium juga diendapkan sebagai $\text{Th}(\text{C}_2\text{O}_4)_2$.
4. Fosfat: fosfat berkelarutan rendah dapat diendapkan dengan membuat turunan dari trimetil atau trietil fosfat secara bertahap dengan cara hidrolisis. Zr diendapkan sebagai $\text{Zr}_3(\text{PO}_4)_4$.

D. PEMISAHAN ENDAPAN.

Dalam gravimetri, endapan biasanya dikumpulkan dipisahkan dengan cara penyaringan dengan menggunakan kertas saring atau alat penyaring kakanasir, kertas saring yang digunakan harus kertas saring bebas abu karena apabila diabukan tidak meninggalkan abu dari kertas saring. Selain dengan penyaringan endapan dapat pula dipisahkan dengan mengenaip tuangkan cairan.

E. MENCUCI ENDAPAN

Mencuci endapan adalah menghilangkan kontaminan pada permukaan. Komposisi larutan pencuci tergantung pada kecenderungan terjadinya pepitasi. Untuk pencucian digunakan larutan elektrolit kuat, dan dia harus mengandung ion sejenis dengan endapan untuk mengurangi kelarutan endapan. Selain itu larutan juga harus mudah menguap agar mudah untuk ditimbang endapannya. Larutan pencuci dibagi menjadi 3 kelompok:

1. Larutan yang mencegah terbentuknya koloid yang mengakibatkan dapat lolos dari saringan misalnya ammonium nitrat untuk mencuci endapan ferrihidroksida.
2. Larutan yang mengurangi kelarutan dari endapan misalnya alkohol.
3. Larutan yang dapat mencegah hidrolisis garam dari asam lemah atau basa lemah.

Mencuci berulang-ulang lebih efektif dibandingkan dengan sekali pencucian dengan volume total yang sama.

$$X_n = X_o \left[\frac{\mu}{\mu + V} \right]^n$$

Dimana: X_n = Konsentrasi pengotor sesudah dicuci.

X_o = Konsentrasi pengotor sebelum dicuci.

n = jumlah pencucian.

μ = volume cairan yang sisa dalam endapan.

V = volume larutan yang digunakan untuk mencuci, ini berarti, agar cairan mempunyai μ sekecil mungkin dengan menggunakan V yang sedikit mungkin, maka n harus besar.

F. PENGERINGAN DAN PEMIJARAN ENDAPAN.

Setelah dipisahkan, endapan diubah bentuknya menjadi bentuk yang mudah ditimbang dengan cara pengeringan atau pemijaran. Pengeringan dilakukan untuk memisahkan air, elektrolit yang terjerap dan kotoran-kotoran yang mudah menguap lainnya. Sedangkan pemijaran dilakukan untuk memperoleh bentuk timbang yang sesuai. Misalnya endapan $\text{NH}_4\text{MgPO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ diubah bentuknya menjadi $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ dengan pemijaran dan $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ diubah bentuknya menjadi CaCO_3 .

Pengeringan adalah proses pemanasan endapan pada suhu 100-150°C dan tujuannya mengubah endapan basah menjadi kering yang dapat ditimbang, beberapa contoh endapan yang diubah menjadi bentuk timbang dengan cara pengeringan adalah: AgCl , $\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3$ dan Nikel dimetil glioksin.

Pemijaran adalah proses pemanasan endapan bersama-sama dengan kertas saring pada mula-mula pada suhu rendah kemudian dipijarkan di dalam tanur pada suhu 600-1100°C. Pada proses pemijaran biasanya terjadi perubahan susunan misalnya endapan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ dipijarkan pada suhu 1000-1100°C maka akan berubah menjadi Fe_2O_3 .

G. CARA PERHITUNGAN DALAM GRAVIMETRI

Seperti telah disebutkan diatas, ion yang akan ditentukan diendapkan dalam bentuk senyawa yang sukar larut dan kemudian ditimbang sebagai senyawa yang mempunyai susunan yang tepat berdasarkan pada faktor stoikiometri dan bobot rumusnya, Jumlah zat yang diinginkan dapat dihitung dengan mudah.

1. Dalam analisis gravimetric endapan yang dihasilkan ditimbang, dan dari nilai ini berat analit dalam sampel dihitung.
2. Untuk menghitung berat analit dari berat endapan sering digunakan factor gravimetric atau factor kimia.
3. Faktor gravimetric didefinisikan sebagai jumlah gram analit dalam 1 gram (atau ekuivalen 1 gr) endapan.
4. Banyaknya molekul atau atom pada pembilang dan penyebut dalam factor gravimetric harus ekuivalen.

5. Beberapa contoh factor gravimetric dapat dilihat pada tabel.
6. Perkalian berat endapan dengan factor gravimetric memberikan banyaknya gram analit.

Perhitungan dalam Analisis Gravimetri

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

$$\text{Faktor gravimetri} = \frac{A, \text{ atau } M, \text{ yang dicari}}{M, \text{ endapan yang ditimbang}}$$

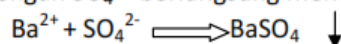
Berat A = berat P x faktor gravimetri
Maka :

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

A = analit
P = endapan

Contoh 1

Ba^{2+} dengan SO_4^{2-} berlangsung menurut persamaan reaksi sebagai berikut:



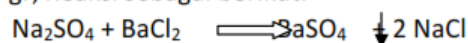
Persamaan diatas tidak hanya memperlihatkan bahwa satu ion barium bereaksi dengan satu ion sulfat dan membentuk satu molekul barium sulfat tetapi juga menunjukkan bahwa satu mol Ba^{2+} (137,34 gr) bereaksi dengan satu mol SO_4^{2-} (96,06 gr) menghasilkan satu mol BaSO_4 (233,40 gr). Maka dengan demikian 1 gr BaSO_4 bersesuaian dengan $1 \times \frac{137,34}{233,40} = 0,$

5884 gr Ba^{2+} dan bersesuaian dengan $1 \times \frac{96,06}{233,40} = 0,4116$ gr SO_4^{2-} . Angka-angka 0,5884 dan

0,4116 itu adalah faktor perubahan atau faktor gravimetri. Yang dapat juga dinyatakan sebagai persentase.

Contoh.2.

Hitung jumlah natrium sulfat dalam suatu sampel, apabila sampel tersebut sulfatnya diendapkan dengan barium klorida dan mengendap sebagai barium sulfat, sebanyak -, 0,4506 gr, Reaksi sebagai berikut:



Dari persamaan reaksi diatas terlihat bahwa 1 mol BaSO_4 sebanding dengan 1 mol Na_2SO_4 . Karena itu 0,4506 gr BaSO_4 sebanding dengan x gr Na_2SO_4 . Harga X dapat dicari dengan cara sebagai berikut:

$$X = \frac{\text{Na}_2\text{SO}_4}{\text{BaSO}_4} \times 0,4506 \text{ gr} = \frac{142,04}{233,40} \times 0,4506 \text{ gr} = 0,2741 \text{ gr}$$

Untuk menghitung persentase unsur dalam sampel, bobotnya dikalikan dengan 100% dan dibagi dengan bobot sampel.

Contoh. Hitung persentase besi dalam sampel garam mohr $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4) \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$, bila bobot sampel yang diambil 1,4026 gr dan bobot endapan Fe_2O_3 yang diperoleh 0,1948 gr, Faktor gravimetri $F = 0,6994$.

Kemudian, persentase besi dalam sample dihitung sebagai berikut:

$$\text{Fe} = \frac{0,6994 \times 0,1948 \times 100 \%}{1,4206} = 9,89 \%$$

Contoh 3

Didalam sampel mineral seberat 0,4150 gr diperoleh campuran natrium klorida dan kalium klorida sebanyak 0,0715 gr. Pada pemeriksaan kalium dengan kalium heksakloro platinat ditimbang endapan sebanyak 0,1548 gr hitung persen Na_2O dan K_2O dalam sampel mineral tersebut.

Penyelesaian.

Misalkan berat $\text{NaCl} = X$: Berat $\text{KCl} = (0,0715 - X)$, karena dalam reaksi $2 \text{KCl} = \text{K}_2\text{PtCl}_6$, sehingga $(0,0715 - X) \text{ gr KCl} = 0,1548 \text{ gr K}_2\text{PtCl}_6$,

Kemudian substitusikan nilai berat molekul :

$$(0,0715 - X) \times \frac{485,95}{2 \times 74,56} = 0,1548$$

Diperoleh $X = 0,0240 \text{ gr}$

Faktor konversi $2 \text{NaCl} = \text{Na}_2\text{O}$, $2 \text{KCl} = \text{K}_2\text{O}$

$$\% \text{Na}_2\text{O dalam mineral} = \frac{0,240 \times \text{Na}_2\text{O}}{2 \text{NaCl} \times 0,4150} \times 100\% = 3,07 \%$$

$$\% \text{K}_2\text{O dalam mineral} = \frac{(0,0715 - 0,024) \times \text{K}_2\text{O}}{2 \text{KCl} \times 0,4150} \times 100\%$$

$$\text{K}_2\text{O dalam mineral} = \frac{0,0475 \times 84,2 \times 100}{2 \times 74,56 \times 0,4150} = 55,44\%$$

Soal 4.

Suatu sampel mengandung campuran NaCl dan KCl seberat 0,8870 g dilarutkan dalam air kemudian ditambah larutan AgNO₃ berlebih sehingga semua Cl mengendap sebagai AgCl. Jika berat AgCl adalah 1,913 g, hitunglah berat NaCl dalam campuran tersebut



Cl pada sebelum dan setelah pengendapan adalah sama NaCl = x gr dan KCl = y gr

$$x + y = 0,8870 \text{ g}$$

$$\text{berat Cl dalam NaCl} = \frac{35,5}{23 + 35,5} x \text{ gr} = 0,61 x \text{ gr}$$

$$\text{berat Cl dalam KCl} = \frac{35,5}{39 + 35,5} y \text{ gr} = 0,48 y \text{ gr}$$

$$\text{berat Cl dalam AgCl} = \frac{35,5}{107,9 + 35,5} x 1,913 \text{ gr} = 0,473 \text{ gr}$$

$$x \text{ gr} + y \text{ gr} = 0,8870 \text{ gr}$$

$$0,61x \text{ gr} + 0,48 y \text{ gr} = 0,473 \text{ gr}$$

$$y = 0,526 \text{ gr dan } x = 0,361 \text{ gr ini merupakan berat NaCl}$$

H. PENERAPAN GRAVIMETRI.

Gravimetri dapat digunakan untuk menentukan hampir semua anion, dan kation anorganik, serta zat-zat lain seperti kadar air, SO, karbon dioksida dan iodium, selain berbagai jenis senyawa oraganik contoh kadar salisilat dalam sediaan obat, kadar lemak dari makanan dsb.

Tabel 6.5
faktor Gravimetri untuk penentuan beberapa senyawa

Senyawa yang ditentukan	Bentuk timbang	Faktor Gravimetri
K	KClO ₄	$\frac{K}{KClO_4} = 0,28200$
K ₂ O	KClO ₄	$\frac{K}{2KClO_4} = 0,340$
Fe	Fe ₂ O ₃	$\frac{2Fe}{Fe_2O_3} = 0,6994.$
Fe ₃ O ₄	Fe ₂ O ₃	$\frac{2Fe_2O_3}{3Fe_2O_3} = 0,966$
KAlSi ₃ O ₈	SiO ₂	$\frac{KAISi_3O_8}{3SiO_2} = 1,544$

Tabel 6.6
beberapa zat pengendap

Zat pengendap	Zat yang diendapkan	Bentuk timbang
NH ₄ OH	Be, Al, Cr, Fe, Ga, Zr, Sn	BeO, Al ₂ O ₃ , Cr ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ Ga ₂ O ₃ , ZrO ₂ , SnO ₂
H ₂ S	Cu, Zn, As, Mo, Sn, Bi.	CuO, ZnO atau ZnSO ₄ , As ₂ O ₃ atau As ₂ O ₅ , MoO ₃ , SnO ₂ , Bi ₂ O ₃ .
(NH ₄) ₂ S	Hg, Co	HgS, Co ₃ O ₄ .
(NH ₄) ₂ HPO ₄	Mg, Al, Mn, Zn	Mg ₂ P ₂ O ₇ , AlPO ₄ , Mn ₂ P ₂ O ₇ Zn ₂ P ₂ O ₇
H ₂ C ₂ O ₄	Ca, Sr, Th	CaO, SrO, ThO ₂
AgNO ₃	Cl, Br, I	AgCl, AgBr, AgI

Zat pengendap	Zat yang diendapkan	Bentuk timbang
BaCl ₂	SO ₄ ²⁻ ,	BaSO ₄
MgCl ₂ , NH ₄ Cl	PO ₄ ³⁻	Mg ₂ P ₂ O ₇
Dimetil glioksin	Ni	Nikel glioksin

I. METODE PENGUAPAN

Digunakan untuk menetapkan komponen-komponen dari suatu senyawa yang relatif mudah menguap. Yaitu dengan cara: Pemanasan dalam udara atau gas tertentu. Penambahan pereaksi sehingga mudah menguap. Zat-zat yang relatif mudah menguap bisa diabsorpsi dengan suatu absorben yang sesuai dan telah diketahui berat tetapnya. Untuk penentuan kadar air suatu kristal dalam senyawa hidrat, dapat dilakukan dengan memanaskan senyawa pada suhu 110°C- 130°C.

Berkurangnya berat sebelum pemanasan dan sesudah pemanasan merupakan berat air kristalnya. Asal senyawa tidak terurai oleh pemanasan. Atau bisa juga menggunakan zat pengering seperti CaCl₂ dan Mg(ClO₄)₂.

Contoh dari metode penguapan ini adalah: Penentuan CO₂ dalam senyawa karbonat dapat dilakukan dengan penambahan HCl berlebih, kemudian dipanaskan, gas CO₂ yang sudah terjadi dialirkan dalam larutan alkali yaitu KOH (25-30%) atau larutan CaOH₂ yang telah diketahui beratnya.

J. METODA ELEKTROLISIS

Ini dapat diberlakukan pada sampel yang diduga mengandung kadar logam terlarut cukup besar seperti air limbah. Suatu analisis gravimetri dilakukan apabila kadar analit yang terdapat dalam sampel relatif besar sehingga dapat diendapkan dan ditimbang. Apabila kadar analit dalam sampel hanya berupa unsur pelarut, maka metode gravimetri tidak mendapat hasil yang teliti. Sampel yang dapat dianalisis dengan metode gravimetri dapat berupa sampel padat maupun sampel cair prinsipnya senyawa ion yang akan diendapkan dipisahkan secara elektrolisis pada elektrode-elektrode yang sesuai. Sehingga jika elektrolisisnya cermat dapat terhindar dari peristiwa kopresipitasi dan post-presipitasi.

1. Hukum Dasar dalam Elektrolisis Hukum dasar yang digunakan dalam metode ini adalah: Hukum Faraday dan Hukum Ohm. Hukum Faraday I Menyatakan hubungan antara banyaknya zat yang terendap atau terbebas pada elektroda dengan banyaknya listrik yang diperlukan pada proses tersebut. $W =$
 $W =$ Jumlah zat terendap/terbebaskan (gr)
 $Q =$ Jumlah listrik yang dibutuhkan (Colloumb)
 $e =$ berat ekuivalen Elektrokimia

Berat Ekuivalen elektrokimia adalah bilangan yang menyatakan banyaknya zat yang terendap atau oleh listrik sebanyak 1 colloumb. Contoh: arus 0,2 colloumb dialirkan pada dua keping tembaga (Cu) yang telah ditentukan massa tetapnya. Dan dicelupkan dalam garam Kuprisulfat (CuSO_4) selama t detik. Kemudian dicuci dan dikeringkan serta ditimbang, ternyata beratnya lebih berat dari pada sebelum dielektrolisis. Karena adanya logam Cu yang terendapkan pada elektroda. Dimana banyaknya logam Cu yang terendapkan bertambah setiap penambahan arus maupun waktu. Adapun listrik yang dibutuhkan adalah : $Q = i \times t$ dengan $i =$ arus, $t =$ waktu dan $Q =$ listrik yang dibutuhkan.

Hukum Faraday II

Menyatakan Hubungan antara banyaknya zat terendap atau terbebaskan pada elektrolisis bertahap dalam seri larutan. Bunyi hukumnya : "banyaknya zat terendap atau terpisahkan dari masing-masing elektroda yang disebabkan oleh listrik yang sama banyaknya dan mengalir dalam seri larutan adalah sebanding dengan berat ekuivalen kimianya". Tegangan peruraian adalah besarnya tegangan luar minimum yang harus diberikan agar terjadi proses elektrolisis yang kontinyu.

Jika Arus diputus, tegangan pada voltmeter tidak berubah, tetapi semakin lama arus makin lemah dan pada akhirnya nol. Pada saat itu sel E berfungsi sebagai sumber arus dan tegangannya disebut tegangan Polarisasi. Dilihat dari besarnya tegangan peruraian larutan asam dan basa dapat disimpulkan bahwa pada proses elektrolisis larutan asam dan basa relatif sama, yaitu terjadinya proses pembebasan gas. Misalnya tegangan 0,5 Volt digunakan pada 2 buah elektroda platina halus yang masing-masing dicelupkan dalam larutan H_2SO_4 1M, maka amperemeter akan menunjukkan adanya arus yang mengalir pada larutan. Jika tegangan diperbesar maka

aruspun bertambah. Sehingga pada tegangan tertentu arus akan naik secara cepat. Pada saat ini timbul gelembung-gelembung pada elektroda.

Ringkasan

1. Analisis gravimetri merupakan salah satu bentuk analisis kuantitatif yang dilakukan dengan proses penimbangan.
2. Dalam analisis Gravimetri terdapat tiga metode yang digunakan yaitu: metode pengendapan, metode penguapan, dan metode elektrolisis
3. Untuk metode pengendapan prinsip kerjanya yaitu senyawa yang akan dianalisis diendapkan dengan menambahkan pereaksi yang sesuai dan selanjutnya dipisahkan endapannya dengan cara ditapis, disaring, pengeringan atau pemijaran dan penimbangan.
4. Untuk metode Penguapan prinsipnya yaitu zat yang mudah menguap diuapkan di dalam oven atau eksikator untuk zat yang terurai oleh panas diadsorpsi dengan adsorben yang sesuai, dimana sebelumnya bisa ditambahkan pereaksi untuk membuat suatu zat menjadi lebih mudah menguap atau lebih sulit menguap.
5. Untuk metode Elektrolisis prinsipnya senyawa ion yang akan diendapkan dipisahkan secara elektrolisis pada elektrode-elektrode yang sesuai. Sehingga jika elektrolisisnya cermat dapat terhindar dari peristiwa kopresipitasi dan post-presipitasi.
6. Kopresipitasi Fenomena dimana senyawa soluble ikut mengendap bersama dengan analit (senyawa tersebut bukanlah merupakan material yang seharusnya mengendap. Contoh: H_2SO_4 ditambahkan pada $BaCl_2$ yang mengandung sedikit nitrat, ternyata endapan $BaSO_4$ mengandung $Ba(NO_3)_2$ (nitrat itu dikopresipitasikan bersama dengan sulfatnya).
7. Peptisasi koloid: Proses dimana koloid yg terkoagulasi kembali ke keadaan semula terjadi pada saat pencucian, elektrolit menghilang, lapisan counter ion membesar.
8. Surface adsorption Terjadi apabila ion-ion yang teradsorpsi ditarik ke bawah bersama-sama endapan selama proses koagulasi sehingga permukaan endapan mengandung ion-ion yang teradsorpsi. Keadaan ini sering terjadi pada koloid terkoagulasi (memiliki luas permukaan yang luas yang terbuka kepada pelarut). Contohnya pada endapan $AgCl$, akan mengandung sedikit nitrat. Pada penentuan Cl^- terbentuk endapan $AgCl$ (koloid terkoagulasi) terkontaminasi dengan ion Ag^+ bersama dengan NO_3^- atau ion lain yang terdapat pada lapisan counter-ion sehingga $AgNO_3$ ikut mengendap.

