

Penentuan Kadar Garam Halogenida pada Larutan Dua Garamnya dengan Metode Gravimetri

Determination of Halogenide Salt Content in Solutions of Two Salts Using the Gravimetric Method

Petrus Darmawan^{1*}, Dewi Astuti Herawati², Soebiyanto³, dan D. Andang Arif Wibawa³

¹ Program Studi D3 Analis Kimia, Fakultas Teknik

² Program Studi S1 Teknik Kimia, Fakultas Teknik

³ Program Studi D4 Analis Kesehatan, Fakultas Ilmu Kesehatan

Universitas Setia Budi, Surakarta

Jln. Letjen Sutoyo-Mojosongo Surakarta-57127 Telp. 0271-852578

*Corresponding Author: ptrs.darmawan@setiabudi.ac.id

ABSTRAK

Analisis gravimetri selama ini selalu dilakukan untuk menganalisis suatu zat tertentu dalam bentuk zat tunggal. Metode ini sangat jarang digunakan untuk menganalisis zat dalam bentuk campuran dan pada proses pembelajaran di laboratorium. Tujuan penelitian ini adalah untuk menetapkan kadar garam halogenida pada larutan dua garamnya dengan metode gravimetri. Garis besar penelitian ini adalah larutan campuran dua garam halogenida diberikan reaktan pengendap kemudian dilakukan analisis gravimetri, dimana endapan yang terbentuk ditimbang sampai diperoleh bobot konstan. Hasil penelitian analisis penetapan kadar garam halogenida KBr dan KCl menggunakan volume sampel 20 ml diperoleh bobot endapan rata-rata 0,4001 g dan pada volume sampel 10 ml didapatkan bobot endapan rata-rata 0,2101 g. Kadar KCl rata-rata sebesar 67,80% dan kadar KBr sebesar 32,68% pada volume sampel 20 mL, sedangkan pada volume sampel 10mL diperoleh kadar KCl 71,49% dan Kadar KBr 28,56%. Bobot rata-rata dari perhitungan stoikiometri pada volume sampel 20 mL KCl 7,43 g dan bobot KBr 3,5854 g, demikian juga pada volume sampel 10 mL bobot rata-rata KCl 7,847g dan KBr 3,133 g. Berdasarkan analisis uji statistik menggunakan *independent sample t test* menunjukkan bahwa tidak ada beda nyata pada pengambilan 2 volume sampel yang berbeda.

Kata kunci : endapan; garam halogenida; gravimetri

ABSTRACT

So far, gravimetric analysis has always been carried out to analyze a particular substance in the form of a single substance. This method is very rarely used to analyze substances in mixture form and in the learning process in the laboratory. The aim of this research is to determine the levels of halogenide salts in solutions of two salts using the gravimetric method. The outline of this research is that a mixture of two halogenide salts is given a precipitating reactant and then gravimetric analysis is carried out, where the precipitate formed is weighed until a constant weight is obtained. The results of research analysis to determine the content of halogenide salts KBr and KCl using a sample volume of 20 ml obtained an average precipitate weight of 0.4001 g and a sample volume of 10 ml obtained an average precipitate weight of 0.2101 g. The average KCl content was 67.80% and the KBr content was 32.68% in a sample volume of 20 mL, while in a sample volume of 10 mL the KCl content was 71.49% and the KBr content was 28.56%. The average weight from stoichiometric calculations on a sample volume of 20 mL KCl is 7.43 g and KBr weighs 3.5854 g, likewise on a sample volume of 10 mL the average weight of KCl is 7.847 g and KBr is 3.133 g. Based on statistical test analysis using the independent sample t test, it shows that there is no real difference in taking 2 different sample volumes.

Keywords : gravimetry; halogenide salts; precipitate

1. PENDAHULUAN

Dalam analisis kimia, salah satu metode konvensional yang biasanya digunakan adalah metode gravimetri. Metode gravimetri merupakan metode dengan analisis kuantitatif yang berdasar pada penimbangan hasil reaksi setelah bahan diisolasi (Amir dkk, 2022). Dalam analisis ini, unsur atau senyawa yang dianalisis dipisahkan dari sejumlah bahan yang dianalisis. Proses pemisahan hendaknya cukup sempurna sehingga kuantitas analit yang tak terendapkan secara analitis tidak dapat terdeteksi (biasanya 0,1 mg atau kurang, dalam menetapkan penyusun utama dari suatu makro) (Day dan Underwood, 2002).

Bagian terbesar dari analisis gravimetri menyangkut perubahan unsur atau gugus dari senyawa yang dianalisis menjadi senyawa lain yang murni dan stabil, sehingga dapat diketahui bobot konstan (Marpaung dan Romelan, 2018). Gravimetri memerlukan waktu yang relatif lama dan hanya dapat digunakan untuk kadar komponen yang cukup besar. Kelebihan gravimetri antara lain adalah tidak membutuhkan zat pembanding dan alat yang terkalibrasi hanya neraca analitik. Analisis gravimetri merupakan cara analisis yang paling sederhana jika dibandingkan dengan cara analisis lainnya, hal ini disebabkan karena kandungan zat hanya ditentukan dengan menimbang langsung massa zat tersebut yang telah dipisahkan dari zat lainnya (Pangestuti dan Darmawan, 2021). Analisis gravimetri

dapat berhasil dengan baik jika memenuhi persyaratan, yaitu proses pemisahan yang cukup sempurna serta zat yang ditimbang hendaknya mempunyai susunan yang pasti dan hendaknya murni atau sangat hampir murni (Day dan Underwood, 2002).

Gravimetri masih dipergunakan untuk keperluan analisis, karena waktu pengerjaannya yang tidak perlu terus-menerus dimana setiap tahapan pengerjaan memakan waktu yang cukup lama. Selain itu, ketepatan analisis gravimetri untuk bahan tunggal dengan kadar lebih dari 1% jarang menggunakan metode lain (Haryadi, 1993). Analisis gravimetri selama ini selalu digunakan untuk menganalisis suatu zat tertentu dalam bentuk zat tunggal. Analisis gravimetri sangat jarang digunakan untuk menganalisis zat dalam bentuk campuran dan hal ini juga sangat jarang dilakukan pada proses pembelajaran di laboratorium pendidikan, yang mengakibatkan adanya permasalahan apakah analisis gravimetri dapat digunakan untuk analisis campuran larutan yang mengandung dua garam. Penelitian ini bertujuan untuk menetapkan kadar garam halogenida pada larutan dua garamnya dengan metode gravimetri serta menghitung bobot masing-masing garam halogenida secara stoikiometri.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah kertas

saring Whatman no. 40, oven, neraca analitis, dan peralatan gelas.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel KCl, KBr, AgNO₃ dan air suling.

2.2 Prosedur

Mengambil 7,4 gram KCl dan 3,57 gram KBr dan memasukkannya ke dalam beaker glass, kemudian ditambah air suling sampai volume 1 liter. Mengambil 20 ml dan 10 ml dari larutan tersebut, kemudian ditambahkan larutan AgNO₃ 0,1 N tetes demi tetes sampai tidak terbentuk endapan lagi (mengendap sempurna). Endapan yang terjadi, disaring menggunakan kertas saring Whatman no. 40 kemudian dikering anginkan. Setelah agak kering, dimasukkan oven pada suhu 130 °C selama 60 menit kemudian ditimbang. Endapan dioven lagi pada suhu yang sama selama 30 menit kemudian ditimbang. Langkah tersebut diulang sampai didapatkan bobot konstan.

2.3 Analisis Data

2.3.1. Perhitungan kadar dua garam halogenida

Hasil perhitungan pada penentuan kadar dua garam halogenida menggunakan perhitungan stoikiometri.

2.3.2. Analisis data pengujian kadar menggunakan uji statistik

Data yang diperoleh dari hasil penelitian kemudian dianalisis menggunakan uji statistik *independent sample t test*.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan penetapan kadar dua garam yaitu KCl dan KBr, dimana dilakukan pengambilan sampel campuran dengan 2 variasi sampel yaitu 20 ml dan 10 ml, kemudian dilakukan penetapan kadar menggunakan metode gravimetri.

3.1.1. Perhitungan stoikiometri sampel campuran dua garam sebanyak 20 mL.

Perhitungan bobot KCl dan KBr secara stoikiometri

Data percobaan penetapan kadar campuran dua garam secara gravimetri sebagai berikut terdapat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data Penetapan kadar pada volume sampel 20 mL

Sampel	Bobot kertas saring (g)	Volume sampel	Volume titran AgNO ₃ 0,1 N (mL)	Bobot kertas saring + endapan (g)	Bobot Endapan (g)
20A	0,8492	20	26,00	1,2497	0,4005
20B	0,8499	20	26,00	1,2495	0,3996
20C	0,8496	20	26,10	1,2499	0,4004

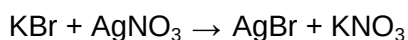
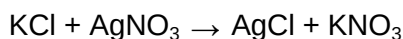
Hasil perhitungan secara stoikiometri berdasarkan data hasil pada Tabel 1 sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \text{Banyaknya mgrek (KCl + KBr)} &= \\ \text{banyaknya mgrek AgNO}_3 &= 26,00 \times 0,1 \\ &= 2,6 \end{aligned}$$

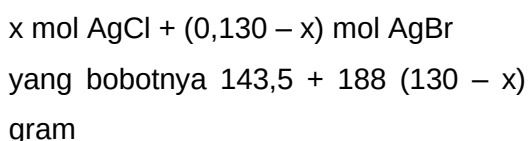
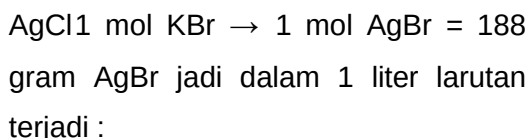
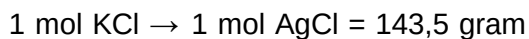
$$\begin{aligned} \text{Jadi dalam 1 liter terdapat } &\frac{1000}{20} \times 2,6 = 130 \\ \text{mgrek (KCl + KBr)} &= 0,130 \text{ grek} = 0,130 \\ \text{mol (KCl + KBr)} & \end{aligned}$$

Misalnya x mol KCl dan (0,130 – x) mol KBr

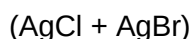
Persamaan-persamaan reaksi yang terjadi (Vogel, 1991):



Dari persamaan reaksi :



Dari 20 ml larutan terjadi : 0,4005 gram



Jadi dari 1 liter terjadi : $\frac{1000}{20} \times 0,4005 = 20,025 \text{ gram}$

Sehingga :

$$143,5 x + (188 \times 0,130) - 188x = 20,025$$

$$x = 0,099$$

Dalam 1 liter terdapat :

$$0,10 \text{ mol KCl} = 0,10 \times 74,5 =$$

$$7,45 \text{ gram KCl}$$

$$(0,13 - 0,10) \text{ mol KBr} = 0,03 \times 119 = 3,57 \text{ gram KBr}$$

Hasil perhitungan ini menunjukkan bahwa bobot sampel awal KCl dan KBr yang digunakan sama dengan bobot KCl dan KBr yang diperoleh dari hasil perhitungan secara stoikiometri. Sampel 20B dan sampel 20C dengan cara perhitungan yang sama diperoleh hasil bobot KCl dan KBr sebagai berikut pada Tabel 2.

Tabel 2 . Hasil perhitungan stoikiometri bobot KBr dan KCl berdasarkan data hasil praktikum

No Sampel	Volume sampel 20 ml	
	Bobot KCl (gram)	Bobot KBr (gram)
20A	7,4500	3,5700
20B	7,4649	3,5462
20C	7,4050	3,6400

Perhitungan kadar campuran dua garam halogenida

Bobot sampel campuran KCl dan KBr (awal) = 7,40 g + 3,57 g = 10,97 gram

maka :

$$\text{kadar KCl} = (7,40/10,97) \times 100\% = 67,46\%$$

$$\text{kadar KBr} = (3,57/10,97) \times 100\% = 32,54\%$$

Sampel 20 A hasil perhitungan secara stoikiometri diperoleh:

Bobot KCl = 7,45 gram dan bobot KBr = 3,57 gram

maka :

$$\text{kadar KCl} = (7,45/10,97) \times 100\% = 67,91\%$$

$$\text{kadar KBr} = (3,57/10,97) \times 100\% = 32,54\%$$

Sampel 20B dan 20C dengan cara perhitungan yang sama diperoleh kadar KCl dan KBr dalam Tabel 3 sebagai berikut.

Tabel 3. Perhitungan kadar KCl dan KBr berdasarkan stoikiometri

No Sampel	Kadar KCl (% b/b)	Kadar KBr (% b/b)
20A	67,91	32,54
20B	68,00	32,32
20C	67,50	33,18

3.1.2. Perhitungan stoikiometri sampel campuran dua garam sebanyak 10 mL.

Perhitungan bobot KCl dan KBr secara stoikiometri

Data percobaan penetapan kadar campuran dua garam secara gravimetri sebagai berikut terdapat pada Tabel 4.

Tabel 4. Data Penetapan kadar pada volume sampel 10 mL

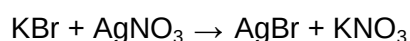
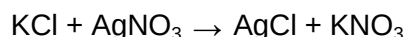
Sampel	Bobot kertas saring (g)	Volume sampel	Volume titran AgNO ₃ 0,1 N (mL)	Bobot kertas saring + endapan (g)	Bobot Endapan (g)
10A	0,8496	10	13,10	1,0493	0,1997
10B	0,8496	10	13,30	1,0498	0,2302
10C	0,8493	10	13,10	1,0498	0,2005

Hasil perhitungan secara stoikiometri berdasarkan data hasil pada Tabel 4 sebagai berikut:

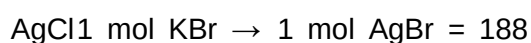
Banyaknya mgrek (KCl + KBr) =
banyaknya mgrek AgNO₃ = 13,10 x 0,1
= 1,31

Jadi dalam 1 liter terdapat $\frac{1000}{10} \times 1,31 = 131$
mgrek (KCl + KBr) = 0,131 grek = 0,131
mol (KCl + KBr)

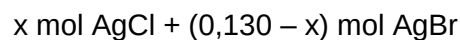
Misalnya x mol KCl dan (0,131 – x) mol KBr
Persamaan-persamaan reaksi yang terjadi
(Vogel, 1991)



Dari persamaan reaksi :



gram AgBr jadi dalam 1 liter larutan
terjadi :



yang bobotnya 143,5 + 188 (131 – x)
gram

Dari 10 ml larutan terjadi : 0,1997 gram

(AgCl + AgBr)

Jadi, 1 liter terjadi : $\frac{1000}{10} \times 0,1997 = 19,97 \text{ g}$

Sehingga :

$$143,5 x + (188 \times 0,131) - 188x = 19,97$$

$$x = 0,104$$

Dalam 1 liter terdapat :

$$0,104 \text{ mol KCl} = 0,104 \times 74,5 =$$

$$7,748 \text{ gram KCl}$$

$$(0,131 - 0,104) \text{ mol KBr} = 0,027 \times 119 =$$

$$3,213 \text{ gram KBr}$$

Sampel 10B dan sampel 10C dihitung
secara stoikiometri dengan cara
perhitungan yang sama.

Hasil perhitungan secara stoikiometri
menunjukkan bahwa bobot sampel KCl
dan KBr yang digunakan sama tertera
pada Tabel 5 .

Tabel 5 . Hasil perhitungan stoikiometri bobot KBr dan KCl berdasarkan data hasil praktikum

No Sampel	Volume sampel 20 ml	
	Bobot KCl (gram)	Bobot KBr (gram)
10A	7,748	3,213
10B	8,195	2,737
10C	7,599	3,451

Perhitungan kadar campuran dua garam
halogenida

Bobot sampel campuran KCl dan KBr
(awal) = 7,40 g + 3,57 g = 10,97 gram
maka :

kadar KCl = $(7,40/10,97) \times 100\% = 67,46\%$
 kadar KBr = $(3,57/10,97) \times 100\% = 32,54\%$
 Sampel 10 A hasil perhitungan secara stoikiometri diperoleh:

Bobot KCl = 7,748 gram dan bobot KBr = 3,213 gram

maka :

kadar KCl = $(7,748/10,97) \times 100\% = 67,91\%$

kadar KBr = $(3,213/10,97) \times 100\% = 29,29\%$

Sampel 10B dan 10C dengan cara perhitungan yang sama diperoleh kadar KCl dan KBr dalam Tabel 6 sebagai berikut.

Tabel 6. Perhitungan kadar KCl dan KBr berdasarkan stoikiometri

No Sampel	Kadar KCl (% b/b)	Kadar KBr (% b/b)
10A	70,60	29,29
10B	74,70	24,94
10C	69,27	31,46

Pada langkah perlakuan pertama adalah mengambil 20 ml sampel dari larutan induk, kemudian direaksikan dengan argentum nitrat tetes demi tetes seperti pada titrasi. Ini dilakukan sampai tidak terbentuk endapan lagi pada larutan sampel yang ada dalam Erlenmeyer. Endapan yang terbentuk adalah merupakan massa endapan dari AgBr dan AgCl. Untuk mengetahui apakah pembentukan endapan sudah maksimal atau belum, terkadang agak kesulitan. Hal ini lebih tergantung pada ketepatan mata kita untuk mengamatinya. Setelah terbentuk endapan yang maksimal,

kemudian endapan dianginkan dan dioven sekian waktu tertentu, dilakukan pengovenan lalu ditimbang demikian seterusnya sampai bobot konstan. Bobot konstan yang sudah didapatkan, digunakan untuk menghitung berapa bobot semula dari masing masing garam halogenida tersebut. Pada langkah perlakuan yang kedua adalah mengambil 10 ml sampel dari larutan induk, kemudian dilakukan langkah langkah seperti diatas, sampai pada perhitungan stoikiometri.

Dari hasil percobaan yang telah dilakukan, baik pada pengambilan sampel 20 ml serta 10 ml, telah dilakukan perhitungan secara stoikiometri dan setelah dianalisis menggunakan statistik dengan uji T test apakah ada beda nyata antara perlakuan pengambilan sampel untuk yang 20 ml serta 10 ml, dari hasil analisisnya dengan tingkat kepercayaan 0,95, didapatkan hasil tidak ada beda nyata antar keduanya, dalam arti pengambilan volume jumlah sampel, tidak akan memberikan hasil yang berbeda.

Hasil perhitungan secara stoikiometri didapatkan bobot KCl dan KBr diperoleh hasil yang sama dengan bobot awal sampel KCl dan KBr yang digunakan. Berdasarkan perhitungan kadar KCl dan KBr pada Tabel 3 dan Tabel 6 terdapat selisih besarnya kadar, selisih ini disebabkan karena kemungkinan adanya ketidaktepatan penimbangan, ketidakakuratan instrumen yang digunakan, serta dapat pula dari kesalahan peneliti (*human error*).

KESIMPULAN

Kadar KCl rata-rata sebesar 67,80 % dan kadar KBr 32,68 % pada volume sampel 20 mL, sedangkan pada volume sampel 10mL diperoleh kadar KCl 71,49 % dan kadar KBr 28,56 %. Bobot rata-rata dari perhitungan stoikiometri pada volume sampel 20 mL KCl 7,43 g dan bobot KBr 3,5854 g, demikian juga pada volume sampel 10 mL bobot KCl 7,847 g dan KBr 3,133 g. Berdasarkan analisis uji statistik menggunakan *independent sample t test* menunjukkan bahwa tidak ada beda nyata pada pengambilan dua volume sampel yang berbeda.

Vogel, A.I. (1991). *Vogel's Textbook of Quantitative Inorganic Analysis Including Elementary Instrumental Analysis*, 4th ed Longman, UK Limited, London

DAFTAR PUSTAKA

- Amir, A.A., M. Said L., Ayusari W., dan Rahmaniah. (2022). Analisis Kandungan Kalsium Karbonat (CaCO_3) Batu Gamping Di Kelurahan Bontoa Kecamatan Minasate'ne Kabupaten Pangkajene Dan Kepulauan. *JFT: Jurnal Fisika dan Terapannya*, Vol. 9 (2), 120-126.
- Day, R.A. Jr. dan Underwood, A.L. (2002). Analisis Kimia Kuantitatif, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Hariyadi, W. (1993). *Ilmu Kimia Analitik Dasar*, PT Gramedia, Jakarta
- Marpaung, M.P. dan Romelan. (2018). Analisis Jenis Dan Kadar Saponin Ekstrak Metanol Daun Kemangi (*Ocimum Basilicum*, L.) dengan Menggunakan Metode Gravimetri. *JFL, Jurnal Farmasi Lampung*, Vol. 07, No. 2, 81-86
- Pangestuti, E.K. dan Darmawan, P. (2021). Analisis Kadar Abu dalam Tepung Terigu dengan Metode Gravimetri. *Jurnal Kimia dan Rekayasa*, Vol. 2, No. 1, 16-21