



BUKU PEGANGAN TITRASI

TEORI DAN PRAKTEK TITRASI

SI Analytics

a xylem brand



Dr. Robert Reining
Managing Director

Selamat Datang di Xylem Analytics Jerman!

Xylem Analytics Germany mendistribusikan sejumlah besar analyzer dan sensor berkualitas tinggi melalui berbagai merek yang terkenal. Merek utama kami, SI Analytics dari Mainz, muncul dari sejarah SCHOTT® AG dan kini memiliki pengalaman lebih dari 80 tahun dalam teknologi kaca dan pengembangan analyzer dan sensor. Produk kami diproduksi dengan standar inovasi dan kualitas yang tinggi di Mainz, Jerman. Elektroda, titrator, dan viskometer kapiler akan terus diandalkan di mana saja keakuratan dan kualitas teknologi pengukuran analitik dibutuhkan. Sejak tahun 2011, SI Analytics menjadi bagian dari perusahaan publik Xylem Inc., yang berpusat di Rye Brook, N.Y., Amerika Serikat. Xylem adalah pemimpin dunia dalam menyelesaikan masalah terkait air. Pada tahun 2016, perusahaan-perusahaan Jerman akhirnya digabungkan menjadi Xylem Analytics Germany dan terus mewakili merek-merek terkenal di lokasi-lokasi yang sudah dikenal.

Kami dengan ini menyajikan buku panduan titrasi kami kepada Anda.

Fokus kami adalah menghubungkan informasi aplikasi dengan temuan laboratorium kami dan membuatnya mudah diakses dalam format praktis bagi Anda.

Jika Anda memiliki pertanyaan tentang bidang yang sangat luas dalam titrasi, kami dengan senang hati akan membantu Anda dengan sepenuh hati.

Kami di Xylem Analytics Jerman di Mainz akan senang untuk terus bekerja sama dengan Anda secara sukses di masa depan.

Xylem Analytics Jerman

Hormat kami,
Robert Reining

ISI

Pendahuluan Dan Definisi

BAGIAN 1

Dasar dasar

1.1 Definisi dan dasar-dasar	13
1.2 Reaksi titrasi	15
Titrasi asam-basa.....	15
Titrasi presipitasi, titrasi kompleksometri.....	16
Titrasi redoks, titrasi transfer muatan, kimia, visual.....	17
Potensiometri.....	18
Biamperometri.....	20
Fotometri, konduktometri, termometri.....	22
1.3 Jenis-jenis titrasi.....	23
Titrasi langsung, titrasi mundur.....	23
Titrasi tidak langsung, titrasi pengganti, titrasi transfer fase....	24
1.4 Gambaran umum metode yang digunakan.....	24

BAGIAN 2

Perangkat pengukur volume, titrasi manual dan otomatis

2.1 Perangkat pengukur volume dan standar.....	28
2.2 Perangkat pengukur volume di laboratorium.....	30
Pipet dan pipet bertingkat.....	30
Pipet piston-stroke.....	33
Labu ukur, silinder ukur, buret.....	34
Buret piston.....	36
2.3 Verifikasi volume yang benar.....	38
2.4 Pembersihan dan perawatan.....	40
2.5 Titrasi manual.....	43
2.6 Perbandingan titrasi manual dan otomatis.....	47

BAGIAN 3

Sampel Penanganan

Dasar-dasar.....	50
Volume langsung.....	52
Sampel langsung ditimbang.....	53
Aliquoting.....	53
Menimbang jumlah kecil bahan padat.....	54

BAGIAN 4

Sensor Dan Reagen

4.1 Gambaran umum tentang sensor.....	56
4.2 Larutan elektrolit.....	61
4.3 Kalibrasi elektroda.....	61
4.4 Reagen.....	64
Natrium hidroksida, asam klorid	64
Na ₂ EDTA, AgNO ₃ , Na ₂ S ₂ O ₃ , Ce(SO ₄) ₂ , (NH ₄) ₂ Fe ₂ (SO ₄) ₂ , KOH dalam etanol atau isopropanol, HClO ₄ dalam asam asetat murni	65
4.5 Penentuan titer.....	66
Penentuan titer basa.....	68
Penentuan titer asam.....	70
Penentuan titer perak nitrat	72
Penentuan titer asam perklorat	74
Penentuan titer tiosulfat	76
Penentuan titer iodin	78

BAGIAN 5

Parameter Dan Perhitungan Titrasi

5.1	Gambaran Umum.....	81
5.2	Pengendalian dosis.....	82
	Titrasi linier.....	82
	Titrasi dinamis.....	86
5.3	Respons elektroda dan kecepatan titrasi.....	90
5.4	Definisi akhir titrasi.....	94
	Penghentian titrasi pada volume maksimum.....	95
	Penghentian titrasi pada nilai tertentu.....	95
	Penghentian titrasi saat mengenali EQ.....	95
5.5	Evaluasi titrasi.....	97

BAGIAN 6

Aplikasi

6.1	Titrasi asam-basa.....	102
	Titrasi asam sitrat dalam minuman.....	102
	Titrasi asam kuat.....	104
	Titrasi asam fosfat.....	106
	Titrasi Alk. _{8.2} dan Alk. _{4.3}	108
	Titrasi natrium karbonat.....	110
	Penentuan basis farmasi sebagai hidroklorida dengan NaOH..	112
	Penentuan basis farmasi dengan asam perklorat dalam asam asetat glasial.....	114
	Penentuan asam lemak bebas dalam minyak nabati (FFA).....	116
	Penentuan asam dalam minyak (TAN, ASTM 664).....	118
	Penentuan basis dalam minyak (TBN, ISO 3771).....	121

6.2	Titration Argentometric.....	123
	Titration salt in mentega	124
	Titration chloride in drinking water	125
6.3	Titration Redox Potentiometric.....	127
	Iodine number for characterizing fat and oil	127
	Determination of vitamin C content with DCPIP	130
6.4	Titration Stopped Endpoint.....	133
	Determination of iodometric direct vitamin C	134
	Determination of SO ₂ content in raisins	135
6.5	Titration Complexometric.....	137
	Calcium and magnesium in drinking water	138
	Total hardness in drinking water	140
6.6	Determination of Molecular Weight through Titration.....	142
6.7	Determination of pKs.....	143
6.8	Titration pH-Stat.....	146
6.9	Titration Gran.....	148

BAGIAN 7

Titration Photometric

7.1	The OptiLine 6.....	153
7.2	Principle of Measurement.....	154
7.3	Source of Error.....	155
	Air bubbles	155
	Ambient light	155
7.4	Applicator.....	155
	Determination of alkalinity Alk. ^{4.3}	155
	Determination of photometric acid in oil (TAN)	158
	Determination of the number of carboxyl groups on PET	162

BAGIAN 8

Titration Karl Fischer

8.1 Reaction Karl Fischer and Reagent.....	165
8.2 Detection titration KF and titration curve.....	169
8.3 Sample handling.....	170
8.4 Coulometry.....	172

BAGIAN 9

Verification Titration

9.1 General Overview.....	175
9.2 Qualification	176
9.3 Validation	178
9.4 Verification and accuracy titration.....	179
9.5. Verification and accuracy titration.....	184

Bibliography

PENULIS

Dr.-Ing. Jens Hillerich

Dr. rer. nat. Jürgen Peter

Panduan Titrasi

Pendahuluan dan Definisi

Titration adalah salah satu metode tertua untuk penentuan kandungan dalam kimia.

Berdasarkan perbedaan dengan gravimetri, pada titrasi tidak ada senyawa yang sulit larut yang dikeringkan dan ditimbang, melainkan reagen dengan konsentrasi yang diketahui ditambahkan ke dalam sampel yang telah larut hingga konversi kimianya selesai. Terdapat beberapa rumusan yang telah berubah dari waktu ke waktu dalam mendefinisikan titrasi. Menurut IUPC (Compendium of chemical Technology), titrasi didefinisikan sebagai:"

Titrimetri adalah metode analisis kuantitatif di mana sampel dengan komposisi yang diketahui tetapi kandungannya yang tidak diketahui diubah dengan reagen konsentrasi yang diketahui (juga disebut sebagai larutan standar) dalam suatu reaksi kimia yang stoikiometrinya diketahui.

Dari volume reagen yang ditambahkan dengan sangat presisi, kandungan yang tidak diketahui dalam sampel dapat dihitung berdasarkan faktor perhitungan.

Titration digunakan secara luas dalam analisis kimia. Di satu sisi, titrasi dapat dilakukan dengan sangat mudah dan cepat, di sisi lain, titrasi memberikan hasil pengukuran yang sangat akurat setelah hanya beberapa menit - dalam kondisi yang optimal. Standar deviasi relatif di bawah satu persen adalah normal. Tidak tanpa alasan banyak standar yang menentukan titrasi sebagai metode.

Meskipun merupakan metode analisis yang umum dan terbukti, tetap diperlukan dukungan. Panduan ini didasarkan pada prinsip dasar titrasi dan ditujukan untuk pengguna titrasi potensiometri. Oleh karena itu, dasar-dasar potensiometri dibahas dengan persamaan Nernst. "Titrasi manual" hampir sepenuhnya diabaikan. Gambaran umum tentang titrasi dapat ditemukan dalam karya standar klasik tentang titrasi, yaitu Jander / Jahr [1]

Panduan ini memerlukan pengetahuan kimia, misalnya membaca persamaan reaksi, pengetahuan tentang istilah teknis peg, pengetahuan dasar tentang bekerja di laboratorium kimia, serta penanganan perangkat seperti timbangan, buret, pipet, elektroda, dan peraturan keselamatan di laboratorium.

Titrimetri juga disebut volumetri. Bahkan ketika bekerja dengan elektroda pH, satuan pengukuran titrasi tetaplah volume bukan nilai pH. Keakuratan volume sangat penting untuk setiap titrasi. Coulometri adalah pengecualian, yang merupakan metode titrasi, tetapi tidak dilakukan secara volumetrik.

Pada langkah pertama, panduan ini membahas tentang volume dan kebenarannya. Selanjutnya, fokusnya adalah pada sampel dan penanganannya. Kemudian, bahan reagen yang digunakan, elektroda, dan parameter titrasi dibahas secara detail

Selain itu, area aplikasi disebutkan dan berbagai metode titrasi disajikan. Perhitungan individual selalu menimbulkan pertanyaan dan oleh karena itu dijelaskan dan diringkas dengan rumus-rumus penting. Titrasi-titrasi khas dengan kurva titrasi dan perhitungannya disajikan dengan contoh.

Evaluasi dan kualitas lebih dan lebih banyak lagi di latar depan. Oleh karena itu, bab terakhir adalah dikhususkan untuk kualifikasi perangkat, verifikasi dan validasi hasil, serta ketidakpastian pengukuran.

BAGIAN 1

DASAR-DASAR

1.1 Definisi dan Yayasan

Definisi titrasi masih berlaku tanpa perubahan inti: kita memerlukan reaksi stoikiometri, reagen yang dapat diukur secara presisi dan stabil, serta deteksi titik akhir reaksi atau kurva yang menunjukkan jalannya reaksi.

Karya standar untuk Analisis Volumetri [1] juga mengacu pada karakteristik ini dan mendefinisikan:

- *Reaksi kimia yang menjadi dasar titrasi harus berlangsung dengan cepat, kuantitatif, dan jelas sesuai dengan persamaan reaksi.*
- *Harus memungkinkan untuk menyiapkan larutan reagen dengan konsentrasi yang ditentukan atau menentukan konsentrasi larutan dengan cara yang sesuai.*
- *Titik akhir titrasi harus jelas terlihat. Titik akhir harus sama dengan titik ekuivalen di mana jumlah reagen setara dengan jumlah substansi yang dicari ditambahkan atau setidaknya sangat dekat dengan titik ekuivalen.*

Definisi ini harus diperluas atau dibatasi saat ini: ada banyak reaksi yang tidak terjadi secara stoikiometri. Dalam reaksi Karl Fischer, ini telah diperdebatkan selama beberapa dekade (1: 1 atau 2: 1). Dengan beberapa reaksi, tidak jelas bagaimana sebenarnya terjadi. Yang pasti, mereka berjalan sama di bawah kondisi yang sama (misalnya, penentuan sulfat kondroitin). Validasi kemudian dilakukan dengan tes linearitas dengan standar, yang memungkinkan kuantifikasi sampel. Ada juga banyak aplikasi yang melampaui penentuan kandungan yang sederhana. Ini termasuk studi stabilitas, ekstraksi jangka panjang dan pemantauan kristalisasi (terkadang selama bulan), penentuan nilai pKs, nilai pKb, dan metode lainnya dengan pernyataan yang sangat spesifik.

Ketika memvalidasi metode titrasi, aspek-aspek berikut harus diperhatikan:

- reaksi kimia
- reagen yang terukur akurat
- dan sensor untuk deteksi.

Reaksi kimia harus cepat, jelas, dan kuantitatif. Indikasi apakah suatu reaksi cocok untuk titrasi diberikan oleh hukum tindakan massa :



dengan konstanta kesetimbangan K

$$K = \frac{[C]^c \cdot [D]^d}{[A]^a \cdot [B]^b}$$

Untuk titrasi, kesetimbangan reaksi seharusnya berada di sisi kanan persamaan reaksi, sehingga $K \gg 1$.

Takaran reagen yang tepat merupakan aspek penting dalam titrasi, dan titrator modern dirancang untuk menjalankan fungsi ini dengan akurasi tinggi. Standar ISO 8655 memberikan panduan tentang persyaratan dosis yang akurat dan metode untuk memeriksa akurasi dosis. Laboratorium harus memberi perhatian khusus untuk memastikan bahwa reagen diberi dosis yang tepat dan bahwa reagen diberi dosis yang tepat dan sensor yang digunakan untuk deteksi sesuai dengan reaksi yang sedang dipelajari.

Deteksi dapat dilakukan dengan indikator warna atau dengan metode elektrokimia, yang akan dibahas secara ringkas di sini.

Metode yang dominan adalah potensiometri yang menggunakan sensor pH dan redoks dengan elektroda indikator dan referensi, yang dapat mendeteksi potensial sesuai dengan seri elektrokimia.

Persamaan Nernst adalah dasar potensiometri. Ini menggambarkan potensi elektrokimia pada elektroda sebagai fungsi dari aktivitas ion dalam larutan.

$$E = E^0 + \frac{RT}{z_e F} \ln \frac{a_{ox}}{a_{red}}$$

E Potensial elektroda

E^0 Potensial elektroda standar

R Konstanta gas universal atau molar,

$R = 8,31447 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$

T Suhu absolut dalam Kelvin

z_e Jumlah elektron yang ditransfer (juga disebut jumlah setara)

F Konstanta Faraday,

$F = 96.485,34 \text{ C mol}^{-1}$

a Aktivitas mitra redoks yang sesuai

Sebagian besar kasus menggunakan elektroda pH. Untuk memastikan keterbandingan dengan hasil sebelumnya yang diperoleh secara manual oleh indikator warna, mungkin dilakukan titrasi ke nilai pH tetap yang sesuai dengan perubahan warna. Untuk titrasi akhir ke nilai pH tetap (EP = titik akhir), kalibrasi elektroda diperlukan.

Titrasi hingga mencapai titik ekuivalen (EQ = Titik Ekuivalen) dilakukan dalam kasus-kasus lain di mana hanya tergantung pada perubahan potensial atau nilai pH. Dalam kasus ini, kalibrasi elektroda pH hanya digunakan untuk tujuan pemantauan kualitas.

Nilai yang diukur dari titrasi adalah volume. Keakuratan volume harus diverifikasi untuk setiap konsumsi. Konsumsi pada titik EQ, EP, atau perubahan warna menunjukkan kesetaraan zat sampel dan reagen yang ditambahkan.

1.2 Reaksi Titrasi Titrasi Asam-Basa

Dalam titrasi asam-basa atau netralisasi, asam dititrasi dengan basa (atau sebaliknya). Deteksi titik ekuivalen dapat dilakukan dengan indikator warna atau secara potensiometri dengan kaca. Reaksi yang terjadi sama untuk semua titrasi asam/basa, yaitu terbentuk air dari proton dan ion hidroksida.



Jika beberapa asam dengan nilai pK yang berbeda terkandung dalam larutan, mereka akan menunjukkan beberapa titik ekuivalen dalam titrasi potensiometri dan dapat ditentukan secara bersamaan jika nilai alkalinitas dibedakan sedikit ya 2 - 3 pangkat sepuluh.



dengan

$$K_5 = \frac{c(H_3O^+) * c(X^-)}{c(HX)}$$

Pengendapan Titrasi

Titration precipitation is based on the formation of salts that are difficult to dissolve from the sample and reagent. The solubility of salts can be explained with the product of solubility K.L. For the dissociation of salt M_mX_x in solution, the following equation applies:



with

$$K_L = c(M^{x+})^m \cdot c(X^{m-})^x$$

If there are several ions in the solution that form products that are almost insoluble with products of solubility that are different from the reactants, then there are several equivalence points in titration potentiometry and can be determined simultaneously if the value of KL is different by at least 2 - 3 orders of magnitude.

One classic application of precipitation titration is the determination of halides (Cl^- , Br^- , and I^-) in solution with $AgNO_3$ or the determination of calcium with solution $NaCl$.

Titration Complexometry

In complexometric titration, the metal ion is titrated with a complexing agent. The equivalence point is detected with a color indicator (also a complexing agent) or with an electrode sensitive to the ion. For the formation of complexes from divalent metal ions and the complexing agent EDTA, the following equation applies:



With

$$K = \frac{c([MEDTA]^{2-})}{c(M^{2+}) + c(EDTA^{4-})}$$

Divalent metal ions are often determined during complexometric titration. The stability of the complex depends on the pH (a buffer must be added to the sample if needed). One important application of complexometric titration is the determination of water hardness in drinking water.

Titration redox

In redox titration, the component is oxidized with an oxidizing agent, or vice versa. The oxidation state of the reactant and the redox potential of the sample change. The detection of the equivalence point can be done by color change (color indicator or sample solution), potentiometric with redox electrodes (usually Pt electrode), or amperometric with platinum electrodes.



An important application of redox titration is the determination of vitamin C in fruit juice or Karl Fischer titration.

Titration charge transfer

In charge transfer titration, the negative charge is titrated with a positive charge (or vice versa) until the neutral charge transfer point is reached. An important application of this is the characterization of suspensions with titration of electrolytes in paper.

Chemical/visual

Classification of titration is often done according to the type of detection of the equivalence point. The type of determination of the equivalence point is chemical / visual. The detection of the end point or equivalence point is done by color change of the sample solution (or precipitate in precipitation titration). This usually requires the addition of a color indicator, but there are also reactions in which the sample or titrant changes color at the EQ. The determination of EQ is often used in manual titration.

Potensiometri

Pada titrasi potensiometri, penentuan titik akhir atau kesetaraan dilakukan melalui potensial kimia yang terbentuk pada elektroda yang sesuai.

Potensial ini tergantung pada konsentrasi ion yang merespon terhadap elektroda. Jika elektroda "iner", yaitu tidak peka terhadap ion yang terkandung dalam larutan, potensial redoks dari larutan dapat ditentukan.

Potensial elektroda mengikuti persamaan Nernst:

$$U = U_N * \lg a_1/a_2$$

Potensial yang terbentuk pada setiap elektroda tidak dapat diukur secara langsung. yang dapat diukur hanyalah tegangan U sebagai perbedaan antara dua potensial elektroda dalam rangkaian tertutup.

Pada contoh (Gambar 1), dua elektroda yang terbuat dari logam yang sama direndam dalam larutan salah satu garamnya.

Ketergantungan tegangan ini pada konsentrasi c_1 dan c_2 atau aktivitas ion a_1 dan a_2 dalam setiap sel-setengah dapat dirumuskan sesuai dengan persamaan Nernst:

$$a = f_c * c$$

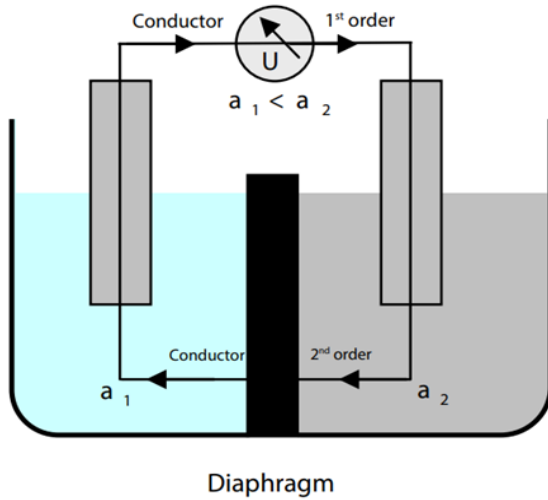
a = aktivitas

f_c = koefisien aktivitas (tergantung pada konsentrasi)

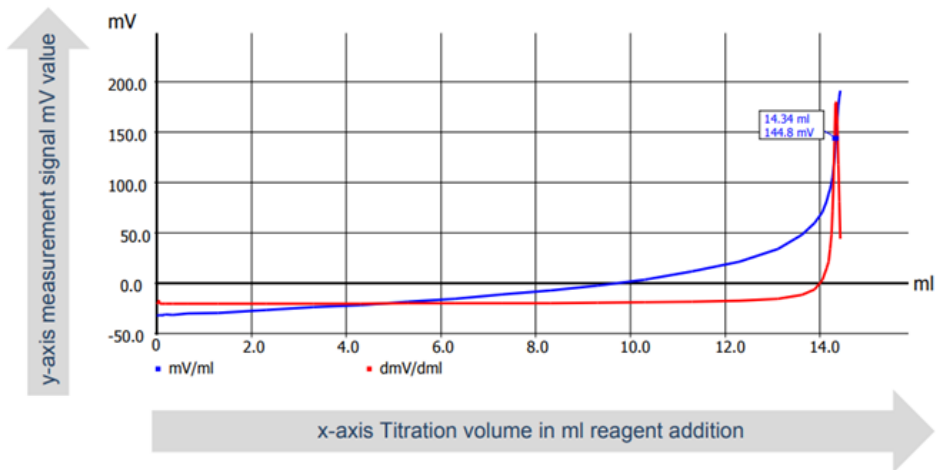
c = konsentrasi

Dengan mengukur potensial elektroda, maka tidak mungkin menentukan konsentrasi secara langsung dengan persamaan Nernst, tetapi hanya aktivitas ion.

Pada konsentrasi yang sangat rendah, koefisien aktivitas sekitar 1 dan oleh karena itu aktivitas hampir sama dengan konsentrasi. Gambar 2 menunjukkan grafik titrasi yang tipikal.



Gambar. 1 Sirkuit dalam sel pengukuran elektrokimia [5]



Gambar 2 Kurva titrasi mV dari titrasi klorida

Biamperometrik

Titration Biamperometric atau Dead Stop dapat dilakukan jika sistem redoks reversibel terbentuk atau dikonsumsi selama reaksi. Dalam jenis deteksi ini, digunakan elektroda platinum ganda yang dipolarisasi pada tegangan rendah. Jika pasangan redoks reversibel hadir, arus mengalir antara elektroda. Selama pasangan redoks reversibel tidak hadir, tidak ada arus yang mengalir antara kedua elektroda. Contoh penting untuk ini adalah titration Karl Fischer dan titration iodometri. Sistem redoks reversibel, yang digunakan untuk mendeteksi titik akhir, adalah sebagai berikut:

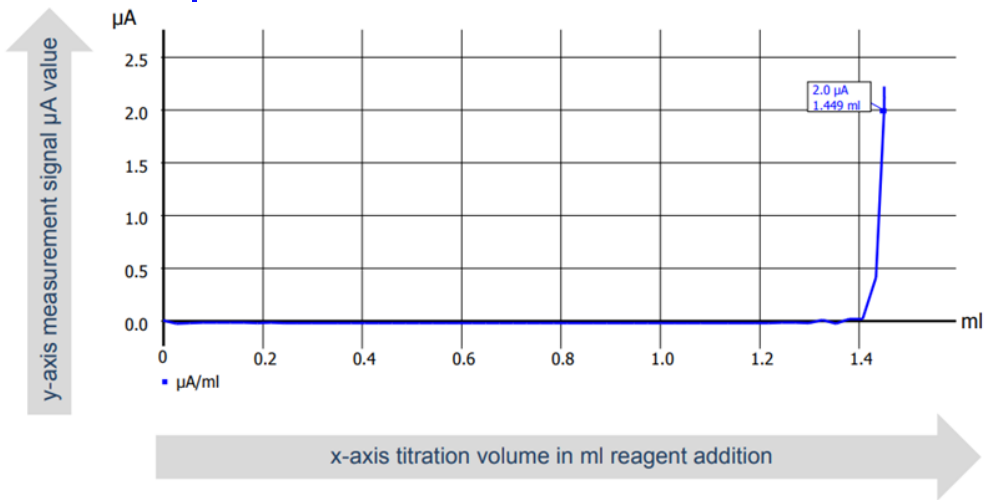


Iodida dioksidasi menjadi iodin pada anoda, sedangkan iodin secara simultan direduksi menjadi iodida pada katoda.

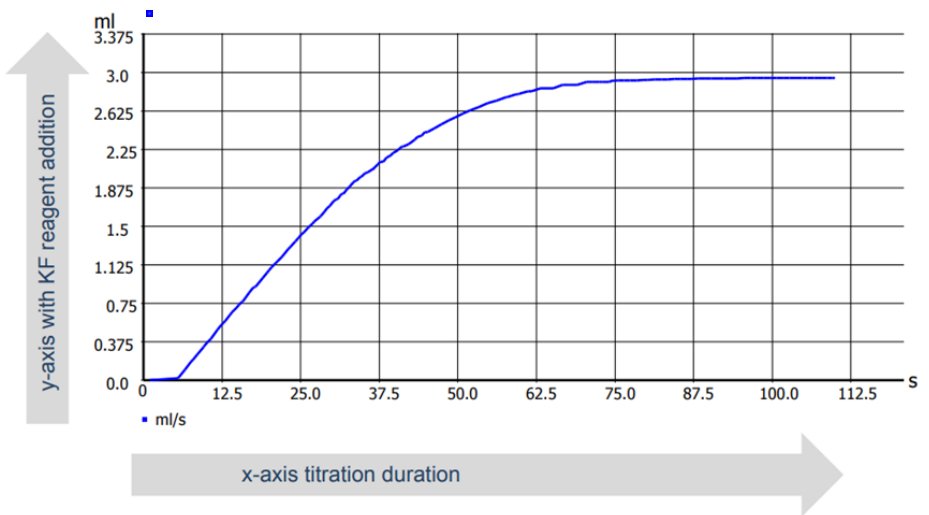
Gambar 3 menunjukkan kurva titration tipikal dari titration iodometri dengan Metode Berhenti Mendadak (Dead Stop).

Selama agen pereduksi masih ada di dalam sampel, iodin yang ditambahkan segera dikonsumsi, sehingga hanya iodida yang hadir di dalam larutan, tidak ada arus yang mengalir. Ketika semua komponen pereduksi telah dikonsumsi, iodin dan iodida hadir berdampingan sebagai pasangan redoks yang reversibel, arus mengalir antara elektroda.

Berbeda dengan iodometri, arus tidak digambarkan berdasarkan volume titration dengan titration Karl Fischer, melainkan volume titration versus waktu. Informasi lebih lanjut tentang jalannya reaksi, seperti reaksi sekunder, dapat diperoleh (lihat Gambar 4).



Gambar 3 kurva titrasi Dead Stop



Gambar 4 kurva titrasi Karl Fischer

fotometrik

Pada titrasi fotometrik, perubahan warna indikator dideteksi dengan sensor optik (misalnya, OptiLine 6). Dasar dari ini adalah hukum Lambert Beer, yang menggambarkan hubungan antara konsentrasi, sifat sampel, dan absorpsi:

$$\lg \frac{I_0}{I_1} = \epsilon * c * l$$

I_0 : Intensitas sinar cahaya yang jatuh pada sampel

I_1 : Intensitas sinar cahaya yang dihasilkan oleh sampel

ϵ : koefisien ekstingsi molar (tergantung pada panjang gelombang)

c : Konsentrasi

l : Jalur sinar cahaya melalui sampel

Pada titik setara, indikator warna bereaksi dengan penetrasi; warna dan koefisien ekstensinya pada larutan titrasi berubah. Intensitas cahaya yang sampai ke sensor berubah.

Konduktometri

Pada titrasi konduktometri, penentuan titik setara dilakukan melalui perubahan konduktivitas larutan sampel selama titrasi. Konduktivitas K dari larutan sampel tergantung pada mobilitas ion u_i , konsentrasi c_i , dan muatan ion z_i :

$$k = Const * \sum u_i z_i c_i$$

Termometri

Semua secara sukarela menjalankan kimia reaksi melepaskan energi yang mengarah pada peningkatan suhu. Suhu ini larutan reaksi dieksploitasi di titrasi termometri untuk penentuan EQ. Itu ditentukan dengan sensitif sensor temperatur. Khas, suhu meningkat hingga EQ, untuk jatuh setelahnya dengan penambahan lebih lanjut (dingin) larutan titran.

1.2 Tipe Titrasi

Titration dapat dilakukan dengan berbagai cara[1].

Titration langsung

Yang paling terkenal adalah titration langsung, di mana sampel dititrasi langsung dengan larutan standar yang cocok. Jumlah reagen yang dikonsumsi hingga titik ekuivalen (atau titik akhir) adalah jumlah zat yang akan ditentukan.

Titration langsung juga termasuk titration terbalik, di mana larutan reagen disajikan dan dititrasi dengan sampel. Alasan untuk titration terbalik misalnya adalah untuk mendapatkan pengenalan titik ekuivalen yang lebih baik, kestabilan reaktan, atau kecepatan reaksi yang lebih besar

Titration balik

Pada titration balik, sampel dicampur dengan jumlah reagen A yang telah ditentukan. Reagen A harus ada dalam jumlah yang lebih banyak. Setelah waktu reaksi, kelebihan reagen A dititrasi dengan larutan reagen B lainnya. Selisih antara larutan reagen A yang ditambahkan dan reagen A yang masih ada setelah reaksi sesuai dengan jumlah zat yang akan ditentukan. Kedua reagen A dan reagen B harus ditimbang dengan tepat. Titration balik digunakan misalnya ketika kecepatan reaksi antara sampel dan reagen A lambat, tidak ada sensor yang cocok tersedia, atau titik ekuivalen hanya dapat ditentukan dengan sulit.

Titrasi tidak langsung

Pada titrasi tidak langsung, zat yang akan ditentukan yang terkandung dalam sampel dalam bentuk yang tidak bisa dititrasi, diubah menjadi senyawa yang bisa dititrasi melalui reaksi kimia. Contoh yang dikenal dari titrasi tidak langsung adalah penentuan kadar nitrogen menurut Kjeldahl; senyawa nitrogen yang tidak bisa dititrasi diubah menjadi borat amonium yang dapat dititrasi dengan mudah.

Titrasi substitusi

Dalam titrasi substitusi, komponen yang mudah dititrasi dilepaskan dari zat yang ingin ditentukan dengan menambahkan zat lain yang sesuai dalam jumlah yang berlebihan, sehingga bisa dititrasi secara langsung.

Fase transfer titrasi

Dalam fase transfer titrasi, deteksi titik setara terjadi dalam fase yang berbeda dari reaksi itu sendiri. Salah satu aplikasinya adalah titrasi surfaktan menurut Epton.

11.4 Gambaran Umum Metode yang Digunakan

Selama 200 tahun terakhir, telah cukup waktu untuk pengembangan metode titrasi baru. Saat ini terdapat beberapa ribu metode atau modifikasi. Beberapa bidang di mana titrasi dilakukan adalah:

- Analisis air dan lingkungan
- Industri makanan
- Industri kimia
- Industri farmasi
- Pelapisan dan pengolahan logam, elektroplating
- Industri minyak

Dalam analisis makanan, beberapa produk atau kandungan dalam produk tersebut dihitung dengan menggunakan titrasi sesuai dengan §64 LFGB (kode persyaratan makanan dan pakan). Metode-metodenya termasuk penentuan asam dalam minuman dan makanan lainnya, penentuan kandungan garam, kandungan protein dan fungsi nitrogen, basa, komponen oksidasi atau perlindungan oksidasi, dan banyak lagi.

Salah satu area penting adalah penentuan kelembaban atau kandungan air dalam makanan. Titrasi Karl Fischer adalah metode yang dipilih di sini, karena selain tingkat akurasi yang tinggi, metode ini juga relatif selektif. Kandungan air mempengaruhi banyak sifat, seperti daya tahan, keolahragaan, rasa, dan lain sebagainya.

Dalam bidang lingkungan, analisis air sangat penting. Titrasi untuk air limbah, air permukaan, dan air laut termasuk dalam metode analisis air minum [1], [10].

Dalam industri kimia, berbagai metode digunakan, yang terutama bertujuan untuk menentukan angka kunci untuk bahan baku produksi atau produk jadi. Air limbah juga harus diperiksa. Banyak metode yang dicatat dalam standar. Standar ISO dan juga peraturan ASTM digunakan di seluruh dunia.

Farmasi menggunakan metode yang ketat diatur, yang didefinisikan dalam farmakope. Metode ini seringkali merupakan penentuan kandungan zat aktif farmasi. Kandungan kelembaban juga ditentukan dengan titrasi Karl Fischer.

Sampel dalam elektroplating sangat menantang. Mereka sering mengandung konsentrasi asam kuat yang tinggi dan logam yang berbeda. Titrasi adalah metode yang paling penting di sini dan sering digunakan langsung di area produksi.

Minyak juga dapat dititrasi. Hal ini dilakukan dalam pelarut yang sesuai. Seringkali, asam ditentukan dalam minyak untuk memberikan ukuran penuaan minyak oleh oksidasi dan realisasi dengan udara. Angka dasar dan kandungan air juga biasanya dititrasi.

Beberapa metode terpenting disajikan di bawah ini.

Titration asam-basa digunakan secara luas. Ini adalah titration titik akhir pada nilai pH tertentu. Titik akhir ini sering kali pH 7,0, pH 8,1, atau pH 8,2. Hal ini tergantung pada jenis asam dan nilai-nilai perbandingan yang ditentukan pada masa lalu dengan indikator warna. Elektroda kaca digunakan untuk pengukuran pH, yang harus dikalibrasi. Untuk ini, disarankan menggunakan buffer pH 4,01 dan 6,87 pH. Karena masalah yang mungkin terjadi dengan buffer alkali (penyerapan CO₂, durabilitas rendah), kalibrasi dua titik yang tepat tanpa buffer alkali sering kali lebih akurat daripada kalibrasi tiga titik yang lebih rumit.

Informasi lebih lanjut tentang kalibrasi elektroda pH dapat ditemukan di panduan pH kami.

Metode khusus adalah penentuan alkali dalam air laut. Beberapa kali lipat CO₂ dari atmosfer terlarut dalam air laut. Nilai pH laut turun, suhu naik, dan karena itu kurang CO₂ yang bisa terlarut dalam air laut.

Kandungan CO₂ yang akurat ditentukan dengan metode Gran titration, metode yang dapat dengan mudah diotomatisasi dengan pengubah sampel.

Dengan penentuan klorida atau "garam" yang sering dilakukan, kalibrasi elektroda tidak perlu. Titrannya adalah perak nitrat dan elektroda perak atau perak klorida digunakan. Namun, potensial dapat bervariasi tergantung pada keadaan elektroda, konsentrasi, dan matriks sampel. Oleh karena itu, titration dilakukan sampai titik setimbang terdeteksi. Ini tidak bergantung pada potensial itu sendiri, tetapi pada perubahan potensial.

Jenis titration yang umum lainnya adalah iodometri. Di sini, sampel biasanya dicampur dengan kelebihan iodin. Iodin mengoksidasi sebagian sampel. Iodin yang tidak terkonversi kemudian dititrasi dengan tiosulfat. Ini adalah titration balik, karena kedua reagen iodin (atau campuran iodat dengan iodida) harus diukur atau ditimbang dengan presisi, serta titration balik harus dilakukan dengan konsentrasi yang terdefinisi dengan baik.

Untuk air minum dan air mineral, kekerasan air adalah parameter penting. Kalsium dan magnesium relevan dalam kaitannya dengan kesehatan dan dititrasi dengan EDTA (Ethylene-Diamine-Tetra-Acetic Acid). Untuk deteksinya, digunakan elektroda sensitif ion kalsium (ISE) untuk penentuan kedua parameter atau elektroda tembaga untuk penentuan kekerasan total. Alih-alih elektroda kombinasi biasa, rantai pengukuran terpisah (ISE elektroda indikator dengan elektroda referensi terpisah) sering digunakan, yang sedikit lebih kokoh. Elektroda kalsium dapat langsung mendeteksi sinyal Ca dan Mg, sedangkan elektroda tembaga diperlukan untuk indikasi Cu-EDTA untuk mendeteksi kekerasan total.

Dalam elektroplating, banyak logam dalam sampel juga ditentukan secara kompleksometri. Seringkali dititrasi dengan EDTA sebagai titran dan Cu-ISE sebagai elektroda. Deteksi dilakukan sebagai reaksi penggantian kompleks dengan penambahan Cu-EDTA.

Di bidang farmasi, banyak basis kompleks dititrasi. Metode yang paling penting adalah titrasi dengan asam perklorat dalam asam asetat glasial, di mana fungsi nitrogen ditentukan. Karena banyak basis hadir sebagai hidroklorida, penentuan tidak langsung juga dimungkinkan. Asam hidroklorida bebas ditambahkan dan HCl bebas terlebih dahulu dititrasi dengan larutan natrium hidroksida, kemudian HCl yang terikat pada nitrogen. Dua titik ekuivalen menghasilkan perbedaan yang sesuai dengan jumlah gugus amina.

Dengan elektroda kaca, titrasi asam-basa mungkin dilakukan bahkan dalam minyak hitam. Parameter titrasi yang paling penting dalam minyak adalah, selain titrasi Karl Fischer untuk penentuan kadar air, penentuan TAN (Total Acid Number) dan TBN (Total Base Number). TAN dititrasi dalam toluena/isopropanol dengan KOH dalam isopropanol. Elektroda kaca dan elektroda referensi dengan diafragma sambungan tanah, sering kali sebagai elektroda kombinasi, digunakan sebagai elektroda.

Contoh-contoh tersebut seharusnya secara singkat menunjukkan rentang sejauh mana metode titrasi digunakan untuk kuantifikasi. Sejumlah spesifikasi aplikasi yang selesai dapat ditemukan di situs web kami

BAGIAN 2

ALAT UKUR VOLUME, TITRASI MANUAL DAN OTOMATIS

2.1 Pengukuran volume perangkat dan standar

Volume memiliki kepentingan khusus dalam titrasi. Ini adalah nilai yang diukur dari titrasi dan sebagian besar sampel diukur secara volumetrik dengan pipet.

Skala analisis terus menjadi alat dasar. Volume dikaitkan dengan berat. Semua alat ukur volume memiliki volume nominal pada 20°C (perhatian: elektrokimia berkaitan dengan 25°C). Pada suhu yang berbeda, koreksi volume harus diterapkan. Namun, perlu diingat bahwa densitas untuk solusi yang berbeda dengan suhu yang berbeda tidak selalu berperilaku sama.

$$Volume = \frac{\text{weight}}{\text{density}} \text{ with the units } [ml] = \frac{[g]}{\frac{[g]}{[ml]}}$$

Sebagai aturan, wadah volu diperiksa dengan air. Jumlah air yang sesuai dengan volume tersebut ditimbang dan dibagi dengan densitas. Buret (motor piston) diuji menurut [ISO 8655 bagian 6](#) (Uji gravimetri dengan air) [2]. Faktor Z digunakan di sini, yaitu kebalikan dari densitas, yang dikoreksi oleh faktor-faktor berikut:

- Suhu
- Koreksi daya apung (berat timbangan, berat sampel yang ditimbang)
- Koreksi koefisien ekspansi kubik kaca
- Kelembaban udara

Volume yang benar adalah berat air yang dikalikan dengan faktor Z (Gambar 5).

Suhu in °C	Tekanan udara dalam kPa (nilai Z dalam ml/g)					
	80.0	85.3	90.7	96.0	101.3	106.7
15.0	1.0018	1.0018	1.0019	1.0019	1.0020	1.0020
15.5	1.0018	1.0018	1.0019	1.0020	1.0020	1.0021
16.0	1.0019	1.0020	1.0020	1.0021	1.0021	1.0022
16.5	1.0020	1.0020	1.0021	1.0022	1.0022	1.0023
17.0	1.0021	1.0021	1.0022	1.0022	1.0023	1.0023
17.5	1.0022	1.0022	1.0023	1.0023	1.0024	1.0024
18.0	1.0022	1.0023	1.0024	1.0024	1.0025	1.0025
18.5	1.0023	1.0024	1.0025	1.0025	1.0026	1.0026
19.0	1.0024	1.0025	1.0025	1.0026	1.0027	1.0027
19.5	1.0025	1.0026	1.0026	1.0027	1.0028	1.0028
20.0	1.0026	1.0027	1.0027	1.0028	1.0029	1.0029
20.5	1.0027	1.0028	1.0028	1.0029	1.0030	1.0030
21.0	1.0028	1.0029	1.0030	1.0030	1.0031	1.0031
21.5	1.0030	1.0030	1.0031	1.0031	1.0032	1.0032
22.0	1.0031	1.0031	1.0032	1.0032	1.0033	1.0033
22.5	1.0032	1.0032	1.0033	1.0033	1.0034	1.0035
23.0	1.0033	1.0033	1.0034	1.0035	1.0035	1.0036
23.5	1.0034	1.0035	1.0035	1.0036	1.0036	1.0037
24.0	1.0035	1.0036	1.0036	1.0037	1.0038	1.0038
24.5	1.0037	1.0037	1.0038	1.0038	1.0039	1.0039
25.0	1.0038	1.0038	1.0039	1.0039	1.0040	1.0041
25.5	1.0039	1.0040	1.0040	1.0041	1.0041	1.0042
26.0	1.0040	1.0041	1.0042	1.0042	1.0043	1.0043
26.5	1.0042	1.0042	1.0043	1.0043	1.0044	1.0045
27.0	1.0043	1.0044	1.0044	1.0045	1.0045	1.0046
27.5	1.0046	1.0046	1.0047	1.0048	1.0048	1.0049
28.0	1.0046	1.0046	1.0047	1.0048	1.0048	1.0049
28.5	1.0047	1.0048	1.0048	1.0049	1.0050	1.0050
29.0	1.0049	1.0049	1.0050	1.0050	1.0051	1.0052
29.5	1.0050	1.0051	1.0051	1.0052	1.0052	1.0053
30.0	1.0052	1.0052	1.0053	1.0053	1.0054	1.0055

Gambar .5 Faktor z Independen pada suhu dan Tekanan Udara

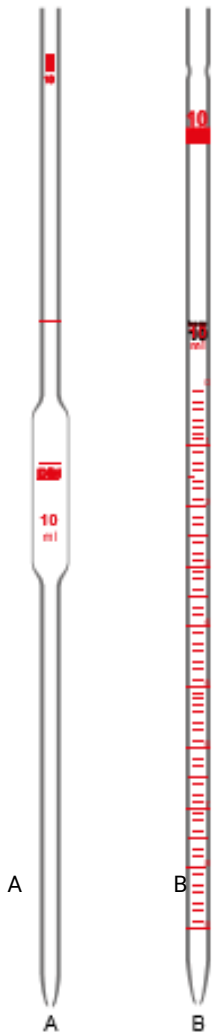
Dalam "Panduan untuk penentuan volume dalam prosedur pengukuran referensi di laboratorium referensi medis" dari DAkKS (badan akreditasi Jerman), standar dari setiap wadah pengukuran volume individu tercantum [3]:

- Labu ukur
(DIN EN ISO 1042, DIN 12664-1, DIN 12664-2)
- Pipet volumetrik
(DIN 12687, DIN 12688, DIN 12691, DIN 12690)
- Pipet bertingkat
(DIN 12689, DIN 12695, DIN 12696, DIN 12 697, DIN 12 699)
- Pipet langkah piston
(DIN EN ISO 8655-2, DIN EN ISO 8655-6)
- Buret piston
(DIN EN ISO 8655-3, DIN EN ISO 8655-6)
- Pengencer
(DIN EN ISO 8655-4, DIN EN ISO 8655-6)
- Dispenser
(DIN EN ISO 8655-5, DIN EN ISO 8655-6)

2.2 Perangkat pengukuran volume di laboratorium Pipet dan pipet bertingkat

Pipet digunakan untuk mengukur sampel. Ada dua jenis pipet yaitu pipet bertingkat dan pipet volumetrik (Gambar 6). Biasanya, pipet volumetrik dengan volume lebih dari 5 ml digunakan karena akurasi yang lebih tinggi dan penanganan yang lebih mudah. Untuk volume yang lebih kecil, pipet langkah piston lebih disukai. Ukuran lubang dan waktu keluarnya cairan dioptimalkan pada air dengan tegangan permukaannya. Jika digunakan pelarut organik, biasanya memiliki tegangan permukaan yang lebih rendah. Namun, ini juga mempengaruhi pelepasan yang lebih cepat selain tetesan yang lebih kecil. Jika satu tetesan lebih kecil dari lubang dan tegangan permukaan kecil, larutan akan mudah keluar dari pipet tanpa membuka bola Peleus.

Pipet diisi hingga tanda (menggunakan alat pipet seperti bola Peleus) dan dibaca pada meniskus bawah (Gambar 7).



Gambar. 6 Volumetrik (A) dan Pipet Ukur (B)



Gambar. 7 Meniskus

Panduan Titrasi

Pipet-pipet harus selalu dipegang secara vertikal. Cairan dihilangkan pada gelas yang diletakkan miring pada dinding samping. Waktu tindak lanjut harus diperhatikan. Gambar 8 memberikan gambaran tentang akurasi pengukuran dan pipet volumetrik.

Oleh karena itu, pipet bergradasi digunakan untuk mengukur cairan yang digunakan sebagai reagen tambahan dan sering memerlukan volume yang berbeda. Untuk pengukuran volumetrik yang akurat, yang langsung masuk ke dalam perhitungan, hanya pipet volumetrik yang cocok

pipet Gradasi

Isi ml	Batas kesalahan \pm ml	Divisi ml	Kode warna DIN 12 621	Waktu berlalu s
1	0.006	0.01	yellow	2-8
2	0.01	0.02	black	2-8
5	0.03	0.05	red	5-11
10	0.05	0.1	orange	5-11
25	0.1	0.1	white	9-15

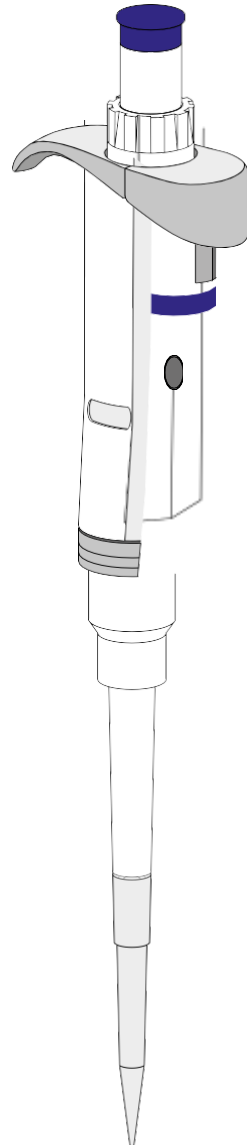
Isi ml	Batas kesalahan \pm ml	Kode warna DIN 12 621	Waktu berlalu s
1	0.007	blue	7-11
2	0.01	orange	7-11
5	0.015	white	9-13
10	0.02	red	11-15
20	0.03	yellow	12-16
25	0.03	blue	15-20
50	0.05	red	20-25
100	0.08	yellow	25-30

Gambar. 8 Akurasi Volumetrik dan Pipet ukur

Pipet dorongan piston

Pipet piston-stroke hingga volume sampel 10 ml, terutama dari 1 hingga 5 ml, sangat aman dan mudah dalam penggunaannya.

Pipet piston-stroke (Gambar 9) dapat dilengkapi dengan volume tetap atau variabel. Penanganannya biasanya lebih mudah daripada dengan pipet volumetrik. Pipet harus diperiksa secara teratur sesuai dengan **ISO 8655 bagian 6** (seperti halnya buret piston motor).



Gambar. 9 Pipet langkah Piston

Panduan Titrasi

Gelas ukur isi tetap

Gelas ukur isi tetap digunakan untuk menyiapkan larutan. Sejumlah tertentu di timbang dan ditransfer secara kuantitatif ke dalam gelas ukur isi tetap. Pada titrasi, langkah-langkah kerja berikut sering dilakukan dengan gelas ukur isi tetap:

- Persiapan larutan dan penambahan reagen. Sejumlah bahan ditimbang ke dalam perahu timbang dan ditransfer secara kuantitatif (misalnya dengan air suling) ke dalam gelas ukur isi tetap dengan menggunakan corong atau dibilas.

- Banyak sampel padat dilarutkan dan ditransfer ke dalam gelas ukur melalui corong. Unit sampel seperti ini kemudian dinyatakan dalam satuan berat/volume, misalnya mg/l atau g/l.

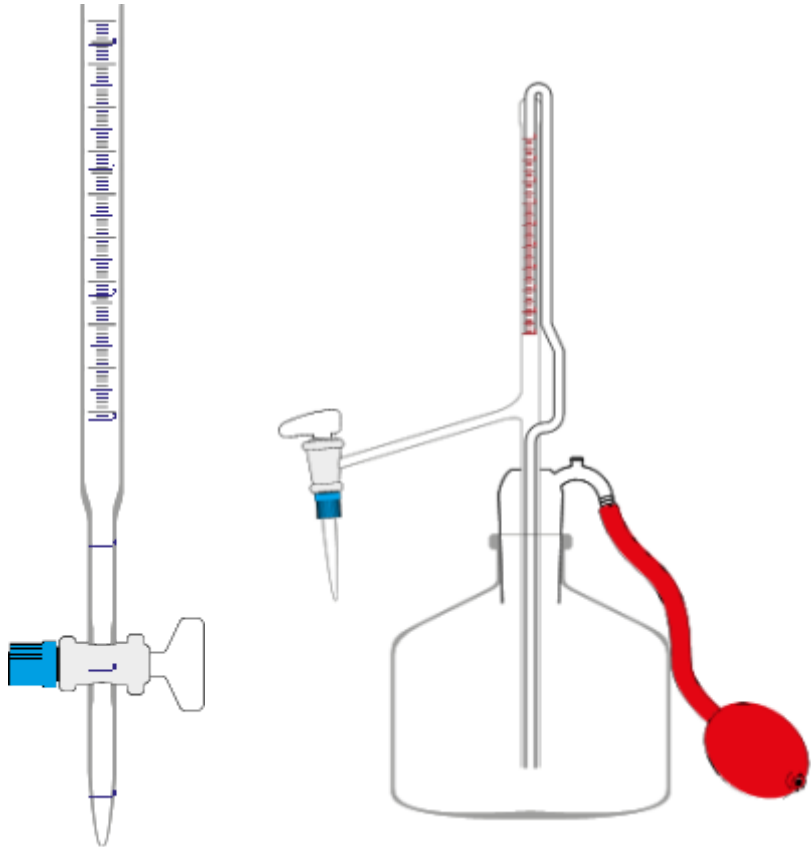
Isi gelas diisi hingga tanda cincin. Seperti pada pipet, tingkat pengisian tercapai ketika meniskus beristirahat pada tanda cincin.

Silinder Pengukur

Silinder pengukur digunakan untuk menambahkan jumlah reagen yang ditentukan dengan cepat dan akurat. Mereka tidak cocok untuk mengukur sampel. Dalam analisis air, sering digunakan volume sampel 100 ml. Namun juga untuk ini, pipet volumetrik dan bukan silinder pengukur yang direkomendasikan. Seperti pada pipet, tingkat pengisian tercapai ketika meniskus beristirahat pada tanda cincin.

Buret

Buret manual (Gambar 10) masih digunakan untuk titrasi manual. Berbeda dengan buret piston motor dan buret top-botol, buret manual tidak memiliki layar digital. Kesalahan pembacaan dapat dengan mudah menyebabkan hasil yang salah (Gambar 11). Reagen harus dilindungi lebih banyak terhadap gangguan yang mengganggu, seperti CO₂, yang dapat memalsukan kandungan pengatur titrasi basa. Beberapa titrasi, seperti titrasi Karl Fischer, hampir tidak mungkin dilakukan dengan buret kaca.



Gambar. 10 Buret Kaca dan Buret Pelet

Glass burette AS

Isi ml	Batas kesalahan \pm ml	Divisi ml	Waktu berlalu s
10	0.02	0.02	35-45
25	0.03	0.05	35-45
50	0.05	0.1	35-45

Gambar. 11 Keakuran Buret Kaca AS

Piston burettes

Piston burettes menawarkan cara yang paling akurat untuk dosis volume dari 1 hingga 100 ml. Hal ini dapat dilakukan dengan menggunakan buret top-botol (dengan atau tanpa motor) atau sebagai buret piston motor. Oleh karena itu, spesifikasi akurasi yang melampaui spesifikasi **ISO 8655** juga ada (Gambar 12). Buret piston motor TITRONIC® 500 (Gambar 13), misalnya, melebihi nilai standar yang diperlukan.

Kriteria untuk pemilihan buret piston motor bisa menjadi:

- Akurasi
- Pengisian otomatis
- Otomatisasi
- Antarmuka
- Unit yang dapat diganti
- Penanganan

Tabel 1 - Kesalahan maksimum yang diizinkan untuk buret piston berpenggerak motor

Volume nominal ml	Kesalahan sistematis maksimum yang diizinkan		Kesalahan acak maksimum yang diizinkan	
	± %	± µl ^a	± % ^b	µl ^c
≤ 1	0.6	6.0	0.1	1.0
2	0.5	10	0.1	2.0
5	0.3	15	0.1	5.0
10	0.2	20	0.07	7.0
20	0.2	40	0.07	14
25	0.2	50	0.07	17.5
50	0.2	100	0.05	25
100	0.2	200	0.03	30

^a Diungkapkan sebagai deviasi dari rata-rata pengukuran sepuluh kali dari volume nominal atau dari volume yang dipilih, (lihat ISO 8655-6:202, 8.4).

^b Diungkapkan sebagai koefisien variasi dari pengukuran (lihat ISO 8655-6:202, 8.5).

^c Diungkapkan sebagai standar deviasi pengulangan dari sepuluh kali pengukuran (lihat ISO 8655-6:202, 8.5).

Gambar. 12 Keakuratan Buret Piston Motor **ISO 8655 part 3** [2]



Gambar. 13 Buret Motor Piston TITRONIC® 500 Dengan Satuan Unit Yang dapat di tukar

Panduan Titrasi

2.3 Verifikasi volume yang benar

Verifikasi kebenaran volume biasanya dilakukan sesuai dengan ISO 8655 bagian 6 dan didokumentasikan dalam tabel pemeriksaan (Gambar 14).

Sepuluh dosis dilakukan pada masing-masing 10%, 50%, dan 100% dari volume silinder dengan menggunakan air (dengan kemurnian yang telah ditentukan) di atas timbangan analitik. Untuk 30 pengukuran tersebut, hasil penimbangan dikalikan dengan faktor numerik Z (lihat Gambar 5).

Perbedaan nilai rata-rata dibandingkan dengan volume yang ditampilkan. Kesalahan sistematis dihitung dari perbedaan tersebut. "Fluktuasi" dihitung sebagai standar deviasi relatif dan mewakili kesalahan acak

Rumus perhitungan adalah:

$$V_i = m_i \cdot Z$$

$$\bar{V} = \frac{1}{10} * \sum_{i=1}^n V_i$$

$$e_s = 100(\bar{V} - V_s) / V_0$$

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n-1}}$$

$$cv = 100 \frac{s_r}{\bar{V}} * \frac{V_s}{V_0}$$

V_i Volume individual yang diukur
 m_i Berat dalam gram dari volume individual tersebut

\bar{V} Nilai rata-rata dari 10 volume yang sama

e_s Kesalahan sistematis relatif dari pengukuran individual

s_r Kesalahan acak sebagai standar deviasi

cv Kesalahan acak relatif

V_s Volume target

V_0 Volume nominal silinder

No.	% Silinder (Ex)	Volume yang ditampilkan [ml]	Berat[g]	Volume terhitung [ml]	Selisih (target vol.- volume sebenarnya) [ml]	Penyimpangan pengukuran sistematis [%]	Koefisien variasi [%]
1	10	2.0000	1.9870	1.9940	0.0060	0.0368	0.0056
2			1.9850	1.9919	0.0081		
3			1.9950	2.0020	-0.0020		
4			1.9820	1.9889	0.0111		
5			1.9790	1.9859	0.0141		
6			1.9850	1.9919	0.0081		
7			1.9780	1.9849	0.0151		
8			1.9940	2.0010	-0.0010		
9			1.9900	1.9970	0.0030		
10			1.9820	1.9889	0.0111		

Gambar 14 Uji sesuai dengan ISO 8655 Teil 6: di sini diberikan 10 dosis pertama dari unit 20 ml.

Panduan Titrasi

2.4 Pembersihan dan Perawatan

Semua buret piston memerlukan perawatan kecil yang hati-hati. Hal ini akan dijelaskan secara rinci dengan menggunakan contoh buret piston motor (Gambar 15). Perawatan tentunya juga tergantung pada jenis dan frekuensi penggunaannya (Gambar 16). Elemen penting adalah segel antara piston dan dinding kaca silinder. Jika bibir segel bocor, piston dan/atau silinder harus diganti.

Paling lambat ketika ruang di antara dua bibir segel bawah (Gambar 17) terisi dengan cairan, penggantian mutlak diperlukan. Jika sistem dosis tidak digunakan selama lebih dari dua minggu, kami merekomendasikan bahwa bagian dosis dikosongkan dan dibersihkan. Hal ini berlaku terutama untuk kondisi operasi yang disebutkan di bawah ""Permintaan Tinggi"". Kegagalan untuk melakukannya dapat menyebabkan bocornya piston atau katup dan merusak titrator.

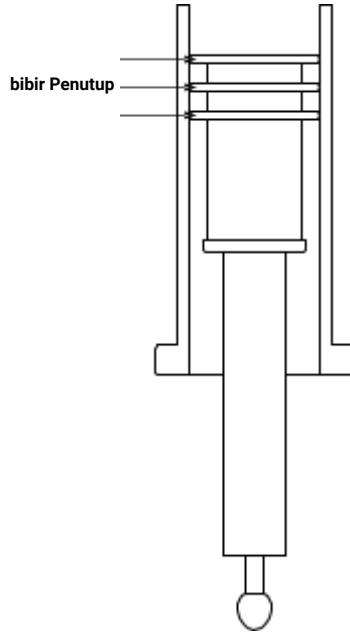
Kami merekomendasikan melakukan tes dan pekerjaan perawatan berikut:	Pemintaan Tinggi	Pemintaan Normal
Pembersihan sederhana: • Mengelap bagian luar dari cipratan bahan kimia.	Selalu selama penggunaan, jika diperlukan	Selalu selama penggunaan, jika diperlukan
Pemeriksaan visual: • Periksa kebocoran di area sistem dosis? • Apakah piston rapat? • Apakah katup rapat? • Ujung titrasi bebas?	Setiap minggu, dan saat memulai kembali	Setiap bulan, dan saat memulai kembali
Pembersihan dasar sistem dosis: • Bersihkan semua bagian dari sistem dosis secara individual.	Setiap tiga bulan	Jika diperlukan
Pemeriksaan teknis: • Periksa keberadaan gelembung udara di dalam sistem dosis. • Pemeriksaan visual • Periksa koneksi listrik.	Setiap enam bulan, dan saat memulai kembali	Setiap enam bulan, dan saat memulai kembali
Pengecekan volume sesuai dengan ISO 8655: • Lakukan pembersihan dasar • Periksa sesuai dengan ISO 8655 bagian 6 atau bagian 7	Setiap enam bulan	Setiap tahun

Gambar. 15 Pemeliharaan dan Pemeriksaan pabrik di Buret piston

<p>Pemintaan Tinggi: Penggunaan larutan pekat, reagen, dan bahan kimia (> 0,5 mol/l); bahan kimia yang mengikis kaca seperti fluorida, fosfat, larutan alkali, larutan yang cenderung mengkristal; larutan klorida FE(III); larutan pengoksidasi dan pengkorosif seperti iodin, kalium permanganat; titran Cerium(IV), Karl Fischer, HCl; larutan dengan viskositas > 5 mm²/s; digunakan secara sering, setiap hari.</p> <p>Pemintaan Normal: Penggunaan misalnya larutan yang tidak mengikis kaca, tidak mengkristal atau tidak mengkorosi, reagen, dan bahan kimia (< 0,5 mol/l).</p>

Gambar. 16 Penggunaan Burret

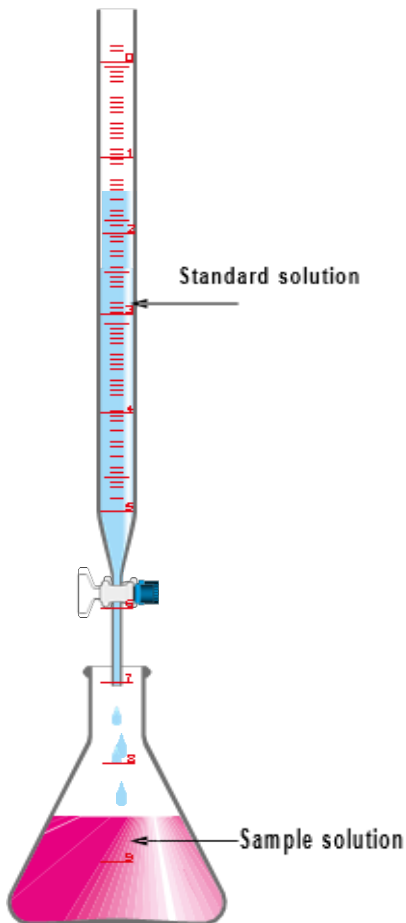
Panduan Titrasi



Gambar. 17 Mungkin Tidak ada Cairan di antara Bibir Penyegehan

2.5 Titrasi Manual

SOLUSI STANDAR



Titration manual dapat dilakukan dengan menggunakan buret kaca sederhana atau buret piston. Titrasi manual masih memiliki legitimasi ketika melakukan sedikit penentuan kandungan secara individu dengan usaha minimal.

Titration manual (Gambar 18) masih termasuk dalam banyak standar lama sebagai metode yang diwajibkan. Namun, metode otomatisasi lebih umum digunakan saat ini. Metode otomatisasi dapat diimplementasikan secara analog dengan metode "lama", mengoptimalkan dan mempercepat proses

Pada titration manual, biasanya digunakan indikator yang mengubah warnanya saat titik ekuivalen tercapai

Gambar 18 Titrasi manual dengan larutan sampel dalam labu Erlenmeyer dan reagen dalam buret kaca.

Panduan Titrasi

Indikator tersedia hampir untuk semua titrasi. Indikator asam-basa, oksidasi-reduksi, dan logam adalah yang paling umum (Gambar 19, tinjauan umum dalam [16]). Dalam titrasi asam dengan natrium hidroksida, sering digunakan fenolftalein, yang berubah dari tidak berwarna menjadi merah muda pada titik akhir (Gambar 20). Dalam beberapa titrasi, warna juga berubah oleh zat penitrasi itu sendiri, sehingga tidak perlu menambahkan

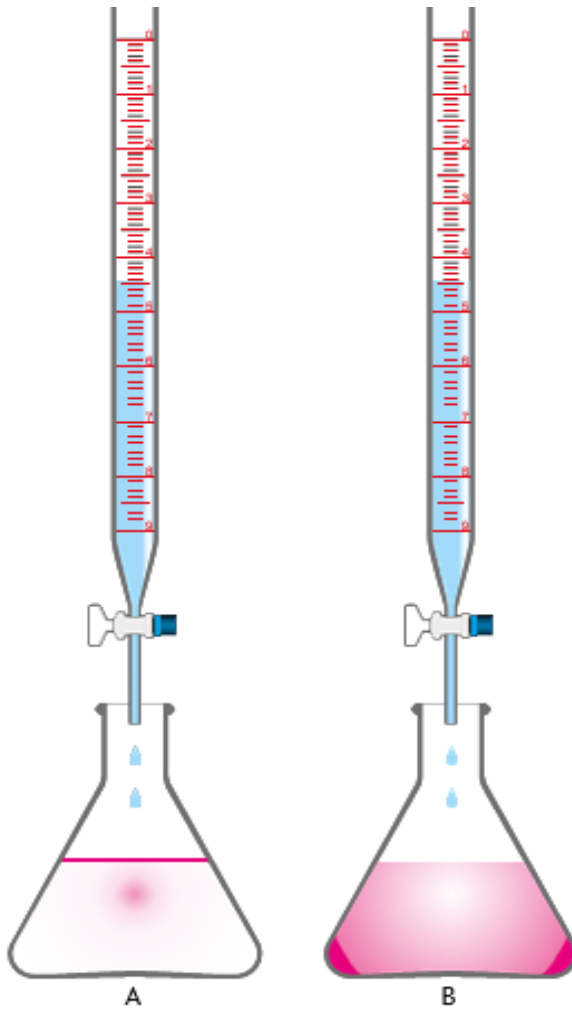
indikator, misalnya dengan kalium permanganat

Indikator warna memiliki beberapa kekurangan yang cukup signifikan:

- Mereka tidak cocok untuk sampel yang sangat berwarna
- Perubahan warna dipersepsikan secara subyektif
- Perubahan warna sering hanya bersifat sementara atau lamban
- Indikator mengubah warna dalam area transisi yang lebih besar dan berpartisipasi dalam reaksi

Indikator	Rentang indikator	Pergantian warna	Pembuatan
Biru bromofenol	3.0 – 4.6	Kuning-Ungu	0.1 g, etanol(20%)
Kongo merah	3.0 – 5.2	Biru-Merah	0.1 g, Air
Hijau Bromocresol	3.1 – 4.4	Merah-Kuning Oren	0.04 g, Air
Hijau Bromocresol	3.8 – 5.4	Kuning-Biru	0.1 g, etanol(20%)
2.5 Dinitrofenol	4.0 – 5.8	kuning tidak berwarna	0.05 – 1 g, etanol(20%)
Alizarin S	4.3 – 6.3	Kuning-Ungu	0.1 g, water
Metil merah	4.4 – 6.2	Merah-Kuning	0.1 g, etanol
Lakmus	5.0 – 8.0	Merah-Biru	0.2 g, etanol
Ungu Bromocresol	5.2 – 6.8	Kuning-Ungu	0.1 g, etanol(20%)
Merah Bromocresol	5.2 – 6.8	Kuning-Ungu	0.1 g, etanol(20%)
Biru Bromocresol	6.0 – 7.6	Kuning-Biru	0.1 g, etanol(20%)
Fenol Merah	6.4 – 8.2	Kuning-Merah	0.1 g, etanol(20%)
Merah Netral	6.8 – 8.0	Merah-Kuning	0.1 g, etanol(70%)
Fenolftalein	8.2 – 9.8	tanpa warna-Merah	0.1 g, etanol
Timolftalein	9.3 – 10.5	tanpa warna-Biru	0.04 – 0.1 g, etanol(50%)

Gambar. 19 Beberapa contoh indikator asam basa dengan rentang indikator pH, pergantian warna dan pembuatannya [16]



Gambar. 20 Titrasi asam dengan natrium hidroksida, dengan fenolftalein sebagai indikator; tutup sebelum EQ (A), di EQ (B)



Gbr.21 Titrator modern TitroLine® dengan pengubah sampel yang digunakan

2.6 Perbandingan Titrasi Manual dan Otomatis

Meskipun titrasi manual masih dilakukan hingga saat ini, banyak keuntungan yang mendukung penggunaan titrator otomatis (Gambar 21).

Pada Gambar 22, kedua bentuk aplikasi dibandingkan. Titrasi manual seringkali lebih cepat. Durasi titrasi terdiri dari durasi reaksi dan pengaturan potensial sensor.

Dengan titrasi manual, sensor dan pengaruhnya pada waktu titrasi keseluruhan dihilangkan. Pada reaksi yang lambat, titrasi manual yang terlalu cepat dapat menyebabkan temuan yang berlebihan atau kurang. Oleh karena itu, beberapa reaksi redoks begitu lambat sehingga berjalan pada suhu yang lebih tinggi atau katalis harus ditambahkan. Ada risiko bahwa titrasi pada penentuan manual terlalu cepat dan konversi kimia tidak dapat diikuti.

Titration Manual	Titration Automatic
<input checked="" type="checkbox"/> Sangat Cepat	<input checked="" type="checkbox"/> Cepat
<input checked="" type="checkbox"/> akurat	<input checked="" type="checkbox"/> Sangat Akurat
<input checked="" type="checkbox"/> Sederhana	<input checked="" type="checkbox"/> Sederhana setelah implementasi
<input checked="" type="checkbox"/> versatile	<input checked="" type="checkbox"/> versatile
<input checked="" type="checkbox"/> Banyak standar dan pengaturan	<input checked="" type="checkbox"/> Banyak standar dan pengaturan
<input checked="" type="checkbox"/> Reproductifitas	<input checked="" type="checkbox"/> Reproductifitas Dokumentasi
<input checked="" type="checkbox"/> Komparabilitas	<input checked="" type="checkbox"/> Keakuratan dan Komparabilitas
<input checked="" type="checkbox"/> Kapasitas otomatis	<input checked="" type="checkbox"/> Kapasitas otomatis

Gbr. 22 Perbandingan titrasi manual dan otomatis

Panduan Titrasi

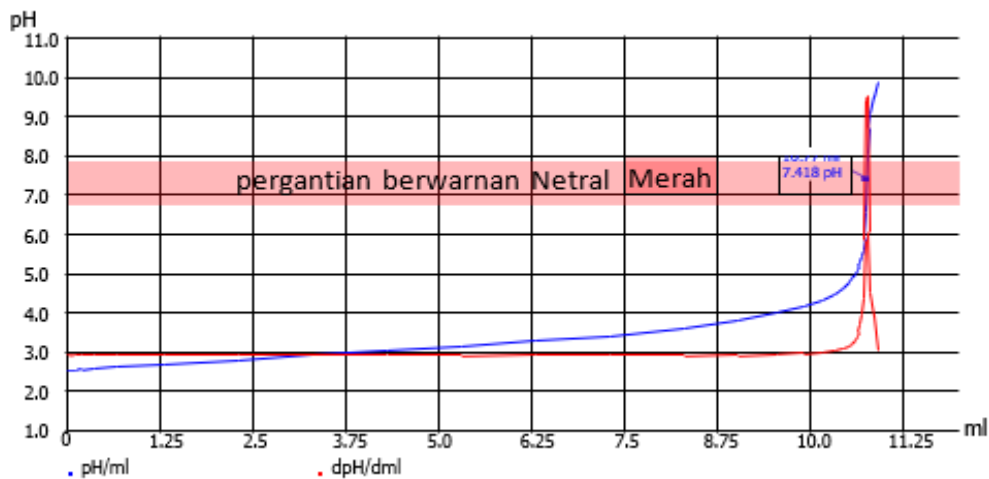
Titration potentiometric automatic works controlled drift, that is the progress of the reaction can be monitored with a sensor. In manual titration with an indicator, someone titrates until a color change occurs. In volume calculation, only one point from the entire titration is used for evaluation. Because of this, there is no possibility of obtaining information about:

- Reaction process
- Signal ratio/noise
- Behavior before and after the endpoint
- Characteristics for weighing uncertainty
- Are there any endpoints?

In potentiometric titration, the entire titration curve is available and because of this there are also evaluation criteria for point-by-point above. In addition, several points of measurement in the endpoint region are used for endpoint calculation.

In the final titration point, someone also titrates to one point. Implementation of potentiometric titration directly from manual titration is endpoint titration until the indicator changes color. Different from manual titration, the titration curve is also available here for evaluation.

In Fig. 23, the equivalence point is at pH 7.42. The color change starts at pH 6.80, the titration ends at pH 7.00. However, because the titration curve is very sharp, differences in consumption, which are in units of measurement from titration, are very low. For a flat titration curve, on the other hand, differences that are significant can occur. Three detection methods (manual optical, titration EP and Titration EQ) are used because they must be considered as (slightly) different methods.



Gambar 23 Area changeover dan titik ekuivalen dengan indikator yang sesuai

BAGIAN 3

PENANGANAN SAMPEL

3.1 Dasar-Dasar

Pengambilan sampel dan homogenisasi adalah prasyarat penting untuk mendapatkan hasil yang "benar".

Ketika mengangkut sampel, tidak selalu dapat dipastikan bahwa sampel akan tetap tidak berubah pada saat tiba di tempat tujuan. Contohnya adalah sampel yang dapat menyerap atau melepaskan kelembaban. Hanya ada beberapa kemasan yang benar-benar tidak tembus air. Banyak botol plastik tembus air sedikit. Fluktuasi suhu dan pengaruh lainnya dari pengangkutan juga harus dipertimbangkan. Untuk alasan ini, perlu diambil tindakan ketika mengambil sampel untuk melihat bagaimana sampel tersebut dapat diangkut tanpa mengalami perubahan.

Dalam hal apapun, sampel harus pertama-tama dibawa ke dalam bentuk homogen dan terlarut untuk dapat dititrasi. Hal ini terjadi sesuai dengan skema pada Gambar 24. Untuk itu, penting untuk mengambil jumlah sampel yang cukup dari bahan, karena tidak selalu dipastikan bahwa isi sampel terdistribusi secara homogen dalam sebuah bahan. Hal-hal berikut harus diperhatikan:

- Apakah ada endapan untuk sampel cair?
- Apakah ada perbedaan konsentrasi karena perbedaan suhu di dalam wadah?
- Apakah sampel alami, yang misalnya memiliki cangkang dan bagian dalam?
- Apakah sampel memiliki lapisan?
- Apakah permukaannya menyerap kelembapan?

Salah satu masalah lain dalam pengukuran suatu parameter adalah pembebasan parameter yang akan diukur. Sebagai contoh, kandungan klorida dalam keju merupakan indikator penting untuk umur simpan dan rasa. Jika kandungan klorida dalam keju tidak mencukupi, maka keju akan rusak. Namun jika terlalu banyak garam dalam keju, maka rasa keju tidak enak. Untuk menentukan kandungan klorida, sepotong keju seberat 0,5 hingga 1 gram dapat ditempatkan dalam sebuah labu dan diisi dengan air. Namun hampir tidak ada yang terjadi. Keju mengapung di atas air dan garam tetap di dalam keju. Hanya dengan suhu yang lebih tinggi dan homogenizer, pelepasan garam berhasil dilakukan dengan sangat baik.

Homogenizer dapat digunakan secara menguntungkan dalam persiapan sampel banyak sampel. Alat ini dapat menghancurkan sampel makanan dengan lebih cepat dan menjamin distribusi yang baik. Komponen analisis yang akan ditentukan dilepaskan dari sampel air atau pelarut dan didistribusikan dengan baik pada saat yang sama.

Sampel padat	<ul style="list-style-type: none"> • penghancuran • homogenisasi • Pengeceran
Sampel Cair	<ul style="list-style-type: none"> • pengeceran • homogenisasi
Sampel Gas	<ul style="list-style-type: none"> • Penyerapan dalam pelarut

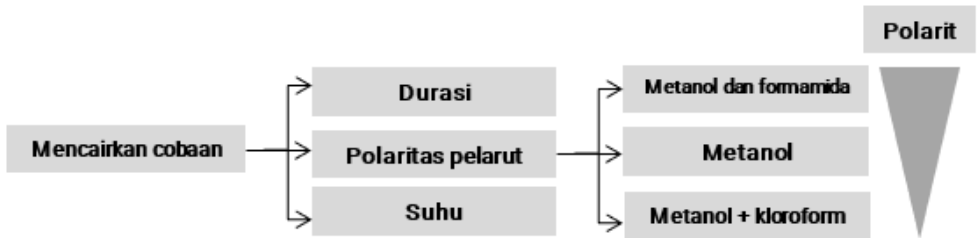
Gambar.24 Proses untuk Sampel

Panduan Titrasi

Dalam titrasi khusus, strategi harus dikembangkan sebelumnya untuk memastikan bahwa jumlah yang akan ditentukan juga diperoleh secara kuantitatif. Gambar 25 menunjukkan prosedur tersebut. Pada kasus penentuan air, misalnya menurut Karl Fischer, upaya dilakukan untuk melarutkan sampel sepenuhnya. Jika ini tidak mungkin, air dalam sampel harus diuapkan dalam oven atau hanya air yang melekat yang ditentukan. Upaya dilakukan untuk mengubah durasi proses penghancuran dan polaritas pelarut, atau meningkatkan suhu. Untuk mengubah polaritas, dilakukan dengan pelarut atau campuran yang berbeda

3.2 Volume Langsung

Dalam kebanyakan kasus titrasi umum, volume tertentu dari sampel disiapkan langsung dalam alat titrasi. Untuk volume hingga 5 ml, penghisap pipet piston telah terbukti efektif. Untuk volume di atas 5 ml hingga 100 ml, buret volumetrik adalah alat pilihan. Biasanya, angkir 50 hingga 150 ml digunakan sebagai wadah titrasi. Kemudian sampel diisi dengan pelarut, biasanya air, hingga ujung titrasi dan elektrode tenggelam dalam larutan. Pada elektroda, diafragma harus tertutup dengan



Gbr. 25 Persiapan sampel untuk titrasi KF

3.3 Sampel Langsung di Timbang

Sampel yang larut ditimbang langsung ke dalam wadah titrasi. Sampel langsung yang ditimbang harus lebih dari 100 mg. Jika tidak, metode seperti yang dijelaskan di bagian 3.4 direkomendasikan. Sampel padat juga diisi dengan pelarut seperti yang dijelaskan dengan larutan."

3.4 Pengalihan

Tidak selalu mungkin menggunakan sampel sebagai sampel padat atau cair langsung untuk titrasi. Dengan demikian, kandungan yang tinggi dalam sampel dapat memerlukan titrasi dengan konsentrasi yang tinggi dari titrant atau mengonsumsi efek yang tinggi. Ini dapat menyebabkan biaya yang tinggi (misalnya dengan perak nitrat), waktu titrasi yang lama atau penanganan yang tidak menguntungkan (misalnya karena volume besar). Ukuran wadah sampel sering ditentukan oleh tingkat otomatisasi dan oleh karena itu jumlah sampel juga terbatas. Selain itu, akurasi tinggi dari buret piston motor tidak lagi memerlukan konsumsi yang tinggi untuk mendapatkan hasil yang aman.

Oleh karena itu, sampel dengan kandungan yang tinggi seringkali diisi dalam labu takar sampai sejumlah tertentu untuk digunakan sebagai pengalihan khusus untuk titrasi.

Contoh:

5 ml sampel yang sangat terkonsentrasi diisi hingga 100 ml dalam labu takar. Dari jumlah ini, 20 ml diambil dengan pipet takar untuk penentuan.

Rumus perhitungan untuk hasil dalam [mol/l] tanpa langkah pengenceran adalah:"

Hasil [mol/l] = konsumsi [ml] x konsentrasi titrant [mol/l] / volume sampel [ml]"

Karena sampel 5 ml diencerkan menjadi 100 ml, setiap ml pengenceran ini berisi 0,05 ml sampel asli, sehingga 1,00 ml sampel asli untuk 20 ml pengenceran:

Hasil [mol/l] = konsumsi [ml] x konsentrasi titrant [mol/l] / (volume pengalihan [ml] x 5/100)"

3.5 Timbang benda padat dalam jumlah kecil

Sampel padat sering kali ditimbang langsung ke dalam gelas kimia, dilarutkan atau dihomogenisasi, dan dititrasi. Neraca analitik 4 digit adalah instrumen yang tepat untuk ini. Namun demikian, penanganan sampel yang ditimbang kurang dari 100 mg sulit dilakukan dan sering kali melibatkan kesalahan yang besar. Hal ini mungkin disebabkan oleh timbangan atau penanganan sampel, tetapi juga karena kondisi pemasangan timbangan di tempatnya.

Dengan banyak sampel padat, akurasi dapat ditingkatkan satu kali lipat apabila beroperasi dengan prosedur yang ditunjukkan pada (Gbr. 26).

Sejumlah besar sampel (misalnya, 5,8443 g NaCl) ditimbang, ditambah air dalam jumlah yang lebih besar (misalnya, 95.000 g). Sebagian dari larutan ini dibuang dan ditimbang lagi (misalnya 1,0000 g). Bagian NaCl dapat dihitung menurut rumus berikut

$$\text{sample part [g]} = \frac{T * E}{E + W}$$

Contoh natrium klorida (garam)

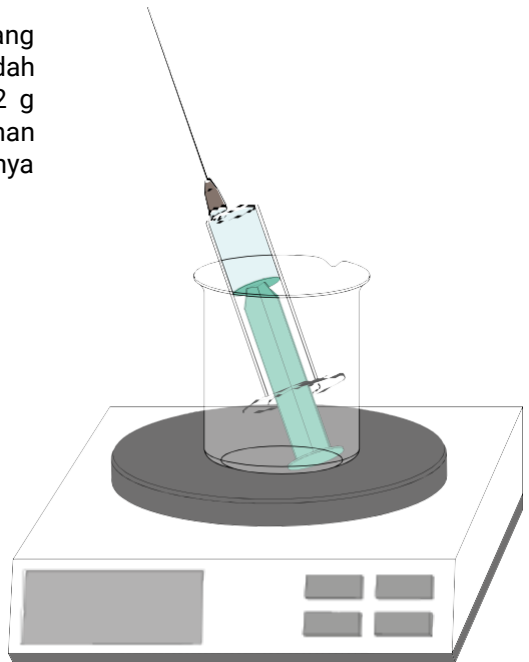
Simbol.	Deskripsi	Contoh nilai	Unit
(E)	Sampel garam yang telah ditimbang	5.8443	[g]
(W)	Air ditimbang	95.000	[g]
(G)	(G = E + W) berat total	100.844(3)	[g]
(T)	(T) timbang jumlah parsial untuk titrasi	1.0000	[g]
PA	Jumlah parsial mengandung natrium kloridae bagian sampel = $T * E / (E + W)$	= 5.8443 * 1.0000 / 100.8443 = 0.057953	[g]

Gambar 26 Perhitungan jumlah parsial (PA) dengan pembuatan larutan secara gravimetri

Dalam praktiknya, prosedur berikut telah terbukti berhasil:

Larutan diambil dengan suntikan, ditempatkan pada timbangan analitik dan ditimbang (Gambar 27). Sejumlah parsial ditambahkan ke dalam wadah titrasi dari suntikan dan suntikan ditimbang kembali.

Sampel NaCl yang ditimbang langsung sebesar 0,0580 g sudah memiliki ketidakpastian $\pm 0,0002$ g melalui timbangan. Kesalahan penanganan dan pengaruh lainnya belum termasuk.



Gbr. 27 Jarum suntik dengan sampel pada timbangan analitik

BAGIAN 4

Sensor dan reagen

4.1 Gambaran Umum Sensor

Elektroda berikut ini adalah bagian dari peralatan standar laboratorium titrasi:

- elektroda kombinasi pH dengan diafragma platina (untuk semua titrasi asam-basa berair)



- Elektroda kombinasi perak (untuk penentuan, misalnya klorida...)



- Elektroda kombinasi platinum (untuk semua reaksi redoks)



- Elektroda ganda platinum (untuk reaksi redoks yang dapat dibalik dengan deteksi penghentian mati)



- elektroda kombinasi pH dengan diafragma sambungan arde (dengan larutan elektrolit organik untuk titrasi dalam larutan organik)



- Elektroda peka ion (ISE), seperti elektroda Ca, elektroda Cu, elektroda fluorida sebagai elektroda kombinasi atau dengan elektroda referensi terpisah (tergantung pada tugas dan jenis sampel)

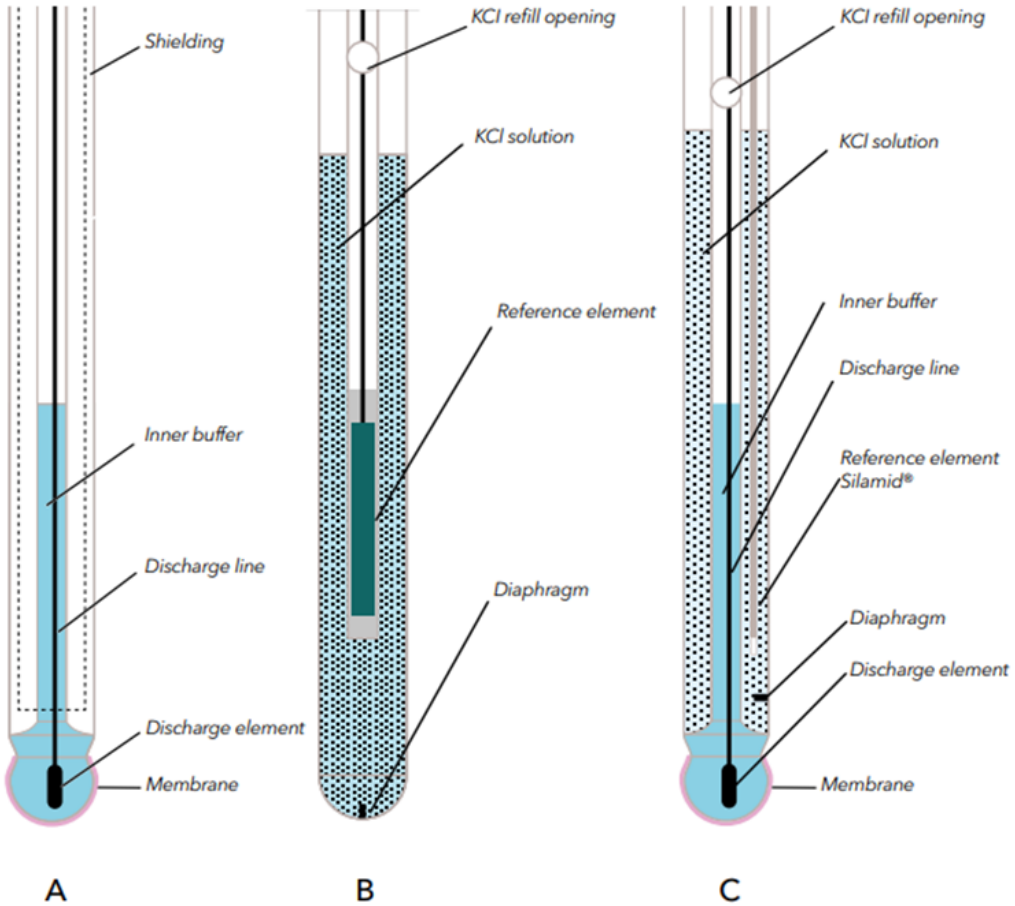


Panduan Titrasi

Potensi elektroda individu tidak dapat diukur secara langsung, tetapi hanya perbedaan antara dua potensial elektroda. Oleh karena itu, kombinasi indikator dan elektroda referensi harus selalu digunakan. Potensi elektroda referensi tidak boleh berubah selama titrasi. Rantai pengukur gabungan atau indikator terpisah dan elektroda referensi dapat digunakan (lihat Gambar 28).

Detail mengenai rantai pengukuran disajikan secara detail dalam panduan pH kami [\[5\]](#).

Elektroda kombinasi, yaitu elektroda gabungan yang mengandung elektroda indikator dan referensi, biasanya digunakan saat ini. Dalam kasus khusus, elektroda indikator digunakan bersama dengan elektroda referensi yang terpisah. Rantai pengukuran terpisah sering digunakan dengan elektroda ISE, karena daya tahannya - tergantung pada aplikasinya - elektroda indikator dan referensi berbeda.




Gbr. 28 elektroda indikator pH (A) elektroda referensi (B) dan rantai pengukur gabungan (C) [5]

Panduan Titrasi

Koneksi konduktif dari elektroda referensi dilakukan melalui diafragma. Pada elektroda dengan elektrolit cair, sejumlah kecil elektrolit referensi harus selalu mengalir keluar di sini. Diafragma yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 29.

Untuk titrasi, elektroda dengan diafragma platinum biasanya digunakan. Untuk aplikasi dalam pelarut organik, disarankan untuk menggunakan elektroda dengan diafragma sambungan tanah, karena mereka lebih sedikit rentan terhadap penyumbatan karena debit yang lebih tinggi."

Ketika menggunakan elektroda kaca sebagai elektroda referensi, harus diperhatikan bahwa elektroda kaca harus dihubungkan ke masukan pengukuran impedansi tinggi karena resistensinya yang tinggi, dan bukan ke masukan pengukuran untuk elektroda referensi. Kurva titrasi akan mengubah arahnya.

	Jenis	Tahanan	Aliran	Aplikasi/Properti
	Keramik	1 kΩ	0,2 ml/d	+ aplikasi umum. kuat, - secara universal, waktu respons yang singkat, tidak peka terhadap kotoran dan reaksi kimia, cenderung polusi / penyumbatan
	Platinum	0,5 kΩ	1 ml/d	+universal, pengaturan cepat, tahan kontaminasi konstan, saluran pembuangan yang jelas dan bersih, tegangan diferensiasi yang lebih rendah - hanya membersihkan secara kimiawi, bukan mekanis
	Sambungan tanah	0,2 kΩ	3 ml/d	+ Emulsi, pasta, air murni, mudah dibersihkan, - penyimpangan debit karena penempatan sambungan arde yang berbeda; pelonggaran sambungan arde sulit dilakukan dengan tekanan berlebih internal, kerawang
	Melingkar kesenjangan	0,1 kΩ	elektrolit padat	+ Celah annular simetris, penanganan mudah, tahan terhadap kontaminasi - sampel dapat mencapai sistem referensi, pembersihan sistem referensi tidak memungkinkan
	Seratv	1 kΩ	elektrolit padat	+ fast setting, easy handling, - sample can reach the reference system, cleaning of the reference system not possible

Gbr. 29 Jenis diafragma [5]

4.2 Larutan elektrolit

Elektroda referensi dapat menyediakan ion-ionnya dengan cara yang berbeda-beda:

- Elektrolit padat
- Elektrolit cair yang dikentalkan
- Elektrolit cair dengan konsentrasi berbeda

KCl 3 mol/l sering digunakan sebagai elektrolit. KNO₃ 2 mol/l dengan KCl 0,001 mol/l dimasukkan ke dalam elektroda kombinasi perak, karena sesedikit mungkin klorida yang mungkin lolos. Dalam beberapa titrasi surfaktan, natrium klorida direkomendasikan, dalam pelarut organik LiCl dalam etanol atau asam asetat glasial digunakan, tergantung pada pelarutnya.

4.3 Kalibrasi elektroda

Hanya elektroda pH dalam larutan air yang dikalibrasi. Sesuai dengan DIN 19268, buffer menyumbangkan faktor ketidakpastian tertinggi pada kalibrasi. Buffer yang paling stabil misalnya buffer 4,00 pH, 4,01 pH, 6,87 pH, 7,00 pH. Buffer alkali dapat menyerap CO₂, memiliki ketergantungan suhu yang lebih besar dan, tergantung pada komposisinya, lebih terpengaruh oleh pertumbuhan jamur dan serangan bakteri. Karena elektroda berperilaku sangat linier, maka tidak perlu mengkalibrasi dengan lebih dari 2 buffer, meskipun diukur di luar kisaran pH 4 hingga 7. Kalibrasi hanya diperlukan jika titrasi titik akhir dilakukan pada pH tetap. Dalam titrasi dengan evaluasi EQ, ini hanya bergantung pada perubahan nilai yang diukur, dan bukan pada nilai itu sendiri. Nilai maksimum dari turunan pertama dikonsultasikan untuk perhitungan EQ. Namun demikian, nilai kalibrasi merupakan kriteria kualitas untuk elektroda

Panduan Titrasi

Slope dan titik nol dihitung. Batas-batasnya bergantung pada persyaratan ketidakpastian pengukuran sendiri. Batas-batas berikut sering digunakan, di dalamnya sebuah elektroda masih dianggap dapat dipercaya:

- Slope > 95 % hingga 102 %
- Titik nol pH 6,5 hingga pH 7,2

Slope dari elektroda dan waktu respon seringkali terkait satu sama lain. Elektroda yang lambat juga memiliki slope yang rendah. Perilaku response

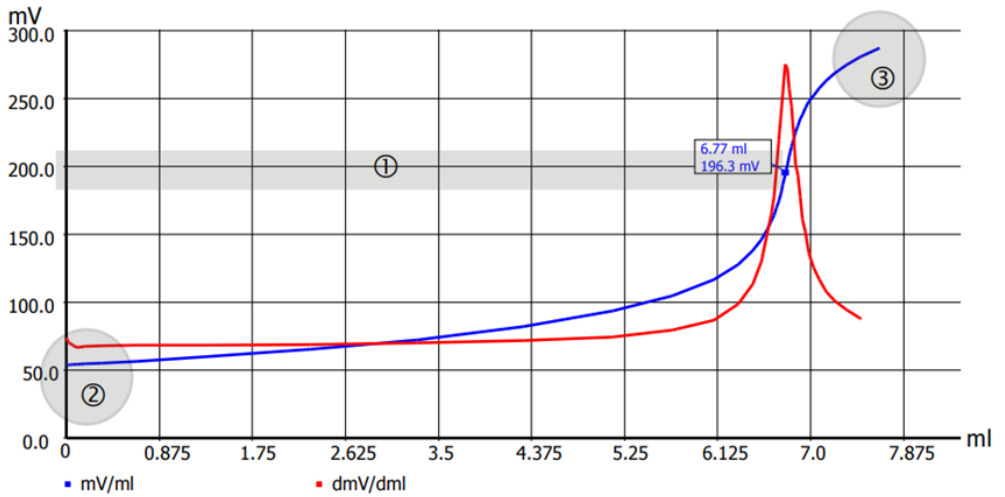
sangat penting untuk titrasi. Kami merekomendasikan untuk mengganti elektroda jika slope-nya dibawah 95%. Elektroda yang terlalu lambat dapat menyebabkan kesalahan: Jika titrasi dilakukan dengan elektroda yang terlalu lambat, seringkali ditemukan nilai yang terlalu tinggi.

Semua elektroda lain diperiksa melalui titrasi standar dan evaluasi kurva titrasi.

Kriteria yang digunakan adalah:

- (1) Apakah isi elektroda ditemukan kembali?
- (2) Apakah EQ berada dalam rentang potensial yang diharapkan (Gambar 30 1)?
- (3) Apakah titrasi memakan waktu lebih lama dari yang normal?
- (4) Apakah potensial awal dan akhir berada dalam rentang yang diharapkan (Gambar 30 ,danf)?
- (5) Apakah turunan pertama memiliki ketinggian atau nilai maksimum yang biasa?
- (6) Apakah titrasi bebas dari noise?

Jika satu atau bahkan lebih dari satu kriteria tidak terpenuhi, maka elektroda harus diganti setelah dilakukan analisis kesalahan yang mendalam.



Gbr. 30 Kriteria untuk mengevaluasi kualitas elektroda

Panduan Titrasi

4.4 Reagen

Reagen yang paling sering digunakan adalah (diurutkan berdasarkan frekuensi penggunaannya):

- NaOH, natrium hidroksida (untuk penentuan asam dalam sistem air)
- HCl, asam klorida (untuk penentuan basa, karbonat, dan bikarbonat dalam sistem berair)
- Na₂EDTA (untuk penentuan kompleksometri)
- HClO₄, asam perklorat dalam asam asetat glasial (penentuan basa dalam pelarut organik)

Saat menggunakan reagen, selain peraturan keselamatan, beberapa hal harus diperhatikan:

Natrium hidroksida

Natrium hidroksida digunakan dalam konsentrasi 0,01 mol/l hingga 1 mol/l. Larutan yang sangat encer dapat menyerap CO₂ dari atmosfer dan dengan demikian mengubah kandungannya. Larutan ini digunakan untuk titrasi yang sangat akurat dalam gas inert. Botol reagen dengan reagen alkali ditutup dengan tabung penyerapan CO₂. Tabung-tabung ini mengandung soda kapur, campuran NaOH padat dan Ca(OH)₂. Ini harus ditukar secara teratur. Indikator dalam soda kapur menunjukkan bahwa pertukaran sudah terlambat. Konsentrasi yang lebih tinggi dari 0,1 mol/l dapat menyerang kaca silinder. Oleh karena itu, kekencangan piston harus diperhatikan secara khusus.

Asam Klorida

Asam klorida dalam konsentrasi hingga 0,1 mol/l mudah untuk dikelola.

Asam klorida sangat korosif pada konsentrasi yang lebih tinggi dan dapat menyebabkan kerusakan pada titrator. Disarankan untuk

mengeluarkan unit dari titrator saat tidak digunakan.

Na₂EDTA

Na₂ EDTA mengandung NaOH. Hal yang sama berlaku dengan natrium hidroksida. Konsentrasi yang umum digunakan adalah antara 0,01 mol/l hingga 0,1 mol/l.

AgNO₃

Perak nitrat dapat digunakan pada rentang konsentrasi yang luas dan juga sangat stabil. Karena berat molekulnya yang tinggi dan kelarutannya yang mudah, larutan standar perak nitrat dapat diproduksi dengan sangat akurat. Perak nitrat sensitif terhadap cahaya dan harus disimpan dalam botol yang gelap.

Na₂S₂O₃

Natrium tiosulfat adalah agen pereduksi dan distabilkan dengan titran yang tersedia secara komersial. Jika dibuat sendiri, titer hanya stabil setelah beberapa waktu.

Ce(SO₄)₂

Cerium sulfat adalah oksidator kuat dan harus ditangani dengan hati-hati. Ia bersifat korosif.

(NH₄)₂Fe₂(SO₄)₂

Ammonium iron (II) sulphate adalah agen reduktor. Biasanya di-stabilisasi dengan asam sulfat sehingga memiliki efek korosif.

KOH dalam Ethanol atau isopropanol

Kalium hidroksida dalam alkohol adalah basa yang sangat kuat. Aspek yang sama berlaku di sini seperti pada natrium hidroksida..

HClO₄ dalam asam asetat glasial

Asam perklorat dalam asam asetat glasial adalah asam yang sangat kuat. Asam perklorat biasanya digunakan dengan 0,1 mol/l. Larutan yang lebih encer akan menghasilkan kurva titrasi yang lebih datar

Panduan Titrasi

4.5 Penentuan titer

Titrasi adalah metode absolut yang secara langsung dapat dikaitkan dengan konversi kimia. Nilai yang diukur adalah volume titran yang diubah selama reaksi. Hal ini mengasumsikan bahwa konsentrasi titran benar-benar tepat. Oleh karena itu, langkah pertama dari suatu aplikasi adalah menentukan konsentrasi secara akurat. Jika ini dilakukan dengan standar bersertifikat, konsentrasinya dapat dilacak kembali ke standar nasional (zat titer asli) dan konsentrasinya dapat ditentukan dengan akurat pada saat yang sama. Standar bersertifikat harus diperlakukan dengan hati-hati. Mereka harus disimpan kering pada suhu 15 - 25 °C dalam kemasan aslinya yang tersegel. Jika perlu, mereka harus dikeringkan sebelum digunakan (Gambar 31).

Titer adalah angka tak berdimensi yang digunakan untuk mengoreksi konsentrasi yang terindikasi. Biasanya titer sekitar 1,0.

$$\text{Titer} = \frac{W}{EQ * C * M}$$

konsentrasi nyata dari titrant sering dihitung selama penentuan titer

$$\text{real concentration } T = \frac{W}{EQ * M}$$

Dalam perangkat lunak peralatan titrasi dari SI Analytics®, istilah Titer menggambarkan konsentrasi sebenarnya dan bukan faktor tak berdimensi. Kami juga titrasi dalam panduan ini.

$$T[\text{mol / l}] = \frac{W * F2}{(EQ - B) * M * F1}$$

T : Konsentrasi nyata dari titran

W: Sampel baku / sampel yang ditimbang dalam gram

EQ: Konsumsi titran

M: Massa molar dari sampel baku

B: Nilai kosong pelarut

F1, F2: Faktor variabel, misalnya untuk konversi unit, stoikiometri

C: Konsentrasi target titran

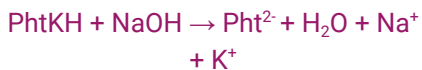
Aplikasi	Titer standar	Formula	Molar / Massa [g/mol]	Pengeringan
Asidimetri	natrium karbonat dari air	Na_2CO_3 $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_3$	105.99 121.14	180 °C 105 °C
	Tris(hydroxyl-methyl-aminomethan (TRIS))			
Alkali	Asam benzoat	$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$	122.12	-
	Kalium hidrogen ftalat	$\text{C}_8\text{H}_5\text{K}_2\text{O}_4$	204.23	105 °C /3h
Argentometry	Natrium klorida	NaCl	58.443	110 °C
Titration Karl Fischer	Di-natrium tartrat Di-hydrate	$\text{C}_4\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	230.08	-
Kompleksometri	Kalsium Karbonat	CaCO_3	100.09	105 °C
	Zinc	Zn	65.37	-
Serimetri Oksidimetri	di-arsenic trioxide	As_2O_3	197.84	105 °C /3h
	di-sodium oxalate	$\text{C}_2\text{Na}_2\text{O}_4$	133.999	105 °C
	Iron(II) ethylene diammonium sulfate	$(\text{CH}_2\text{NH}_3)_2 \text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	382.15	-
	potassium dichromate	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	294.19	105°C
	potassium iodate	KIO_3	214.00	150 °C / 180 °C

Gambar. 31 Bahan titer standar dan bahan referensi untuk titrasi

Panduan Titrasi

Penentuan titer basa

Alkali dapat disesuaikan dengan asam. Asam yang cocok adalah kalium hidrogen ftalat, asam benzoat, asam oksalat yang dikuadratkan, atau asam mido sulfonat. Dalam air atau asam asetat sebagai pelarut, kalium hidrogen ftalat direkomendasikan, dalam larutan organik, misalnya di sektor farmasi, asam benzoat biasanya digunakan. Persamaan reaksi untuk penentuan titer dengan kalium hidrogen ftalat adalah:



Kalium hidrogen ftalat (Gbr. 32) hanya terdisosiasi lemah dalam larutan air. Oleh karena itu, kurva titrasi meningkat pada awalnya, mirip dengan asam asetat, untuk menunjukkan lompatan yang curam setelah dataran tinggi. Nilai pKs 2 adalah 5,41.

Petunjuk untuk penentuan titer 0,1 mol/l NaOH

Sekitar 200 mg kalium hidrogen ftalat ditimbang ke dalam gelas kimia 150 ml dengan neraca analitik hingga empat digit setelah titik desimal dan diisi dengan air bebas karbonat terdeionisasi hingga kira-kira 100 ml. Setelah pelarutan sempurna, titrasi dimulai hingga pH 11 atau hingga titik ekuivalen. Titik ekuivalen dievaluasi. Konsumsi sekitar 10 ml.

Penanganan standar

- Pengeringan:
dua jam pada suhu 120 °C
- Penyimpanan:
- Tertutup rapat dalam kemasan aslinya, lindungi dari cahaya dan kelembaban, pada suhu ruangan (+15 - 25 °C)
- Perhatikan kegunaan minimum

Hal-hal berikut ini harus diperhatikan:

- Kemiringan elektroda pH > 95% untuk titrasi air
- Larutan NaOH dalam botol penyimpanan harus dilindungi dari pengaruh CO₂ dengan soda kapur
- Semua kristal standar harus benar-benar larut pada awal titrasi

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Titrasi dinamis
- Kecepatan titrasi normal (rata-rata)
- Dinamika: curam
- Tidak ada redaman
- Kriteria akhir 1 EQ dengan nilai kemiringan 700 mV/ml dan pH 11

Perhitungan titer

$$T[\text{mol / l}] = \frac{W * F2}{(EQ-B) * M * F1}$$

T: konsentrasi nyata dari titran

W: Standar sampel yang ditimbang/sampel dalam [g]

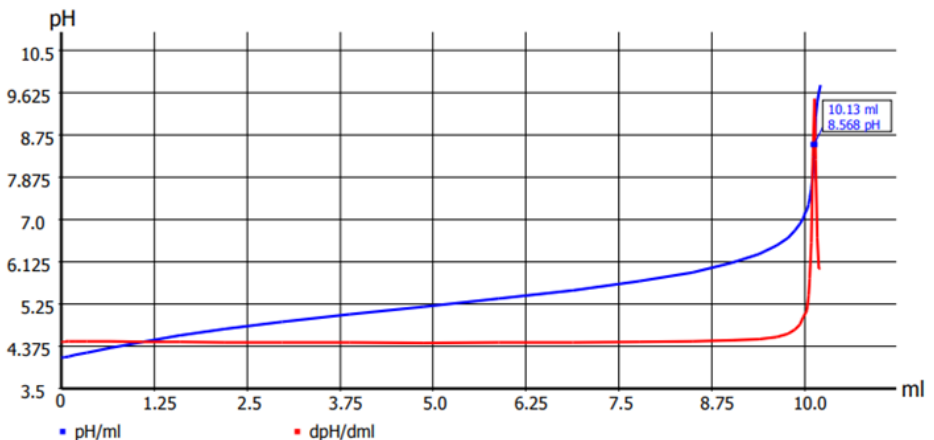
EQ: Konsumsi titran dalam [ml]

B: Nilai kosong pelarut dalam [ml]

M: 204,22 g/mol (massa molar kalium hidrogen ftalat)

F1: 1

F2: 1000 (konversi ml -



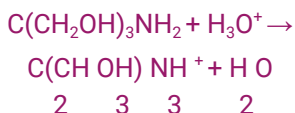
Gambar 32 Penentuan titer 0,1 mol/l NaOH dengan kalium hidrogen ftalat

Panduan Titrasi

Penentuan titer asam

Asam dapat disesuaikan dengan basa. Sebagai basa, misalnya natrium karbonat dan TRIS (tris (hidroksimetil)-aminomethane, atau menurut IUPAC 2-amino-2-hidroksimetil-propana-1,3-diol) cocok digunakan. TRIS direkomendasikan karena penanganannya lebih sederhana dan lebih aman.

Persamaan reaksi untuk penentuan titer dengan TRIS adalah:



Kurva titrasi yang menurun (Gbr. 33) akan dihasilkan, yang dapat diinterupsi pada EQ atau yang dapat dihitung kembali setelah titrasi ulang EQ. Metode yang terakhir ini direkomendasikan jika diperkirakan terdapat karbonat.

Instruksi untuk penentuan titer dari 0,1 mol/l HCl

Sekitar 120 mg TRIS ditimbang ke dalam gelas kimia 150 ml dengan neraca analitik hingga empat digit setelah titik desimal, dan diisi dengan air bebas karbonat yang di deionisasi hingga kira-kira 100 ml. Setelah pelarutan sempurna, titrasi dimulai hingga pH 2,5 atau hingga titik ekuivalen. Titik ekuivalen dievaluasi. Konsumsinya kira-kira 10 ml.

Penanganan standar

- Pengeringan:
24 jam melalui pengering di dalam desikator
- Penyimpanan:
Tertutup rapat dalam kemasan aslinya, lindungi dari cahaya dan kelembaban, pada suhu kamar (+15 - 25 ° C)
- Perhatikan kegunaan minimum

Hal-hal berikut ini harus diperhatikan:

- Kemiringan elektroda pH > 95% untuk titrasi berair
- Pelarut yang ditambahkan harus bebas dari CO₂
- Semua kristal standar harus benar-benar larut pada awal titrasi

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Titrasi dinamis
- Kecepatan titrasi normal (rata-rata)
- Dinamika: curam
- Tidak ada redaman
- Kriteria akhir 1 EQ dengan nilai kemiringan 700 mV/ml dan pH 2,5

Perhitungan titer

$$T[\text{mol / l}] = \frac{W * F2}{(EQ-B) * M * F1}$$

T: Konsentrasi nyata dari titran

W: Standar sampel yang

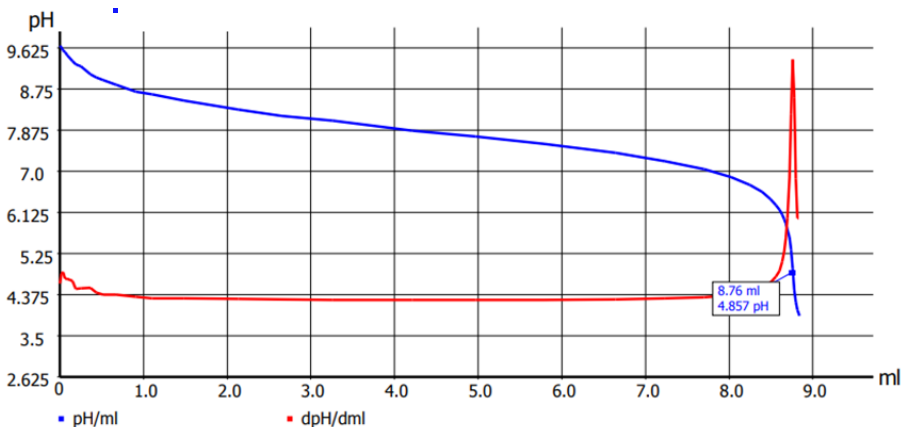
ditimbang / sampel dalam [g]

EQ: Konsumsi titran dalam [ml]

B: Nilai kosong pelarut dalam [ml]

M: 121,14 g/mol (massa molar TRIS) F1: 1

F2: 1000 (konversi ml - l)



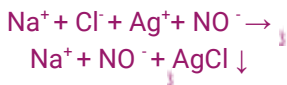
Gambar 33 Penentuan titer 0,1 mol/l HCl dengan TRI

Panduan Titrasi

Penentuan titer perak nitrat

Perak nitrat sering disesuaikan dengan NaCl. Ini tersedia sebagai standar NIST sekunder. Meskipun KCl memiliki berat molekul yang lebih tinggi, namun sering kali tidak tersedia dalam kemurnian yang dibutuhkan.

Persamaan reaksi untuk penentuan kadar NaCl adalah :



Kurva titrasi yang meningkat (Gbr. 34) menghasilkan kurva titrasi (Gbr. 34), yang dapat diinterupsi pada EQ atau yang dapat dihitung kembali setelah titrasi berlebihan pada EQ. Apabila elektroda kaca digunakan sebagai referensi, kurva titrasi yang menurun akan dihasilkan.

ditambahkan. Titik ekuivalensi dievaluasi. Konsumsinya kira-kira 10 ml. Curah hujan putih terbentuk selama titrasi

Instruksi untuk penentuan titer 0,1 mol/L AgNO₃

Kira-kira 58 mg NaCl ditimbang secara akurat ke dalam Gelas kimia 150 ml hingga empat digit setelah titik desimal menggunakan neraca analitik, diisi dengan air deionisasi hingga kira-kira 100 ml, dan 2 ml larutan pekat HNO atau H₂SO₄

.Penanganan standar

- Pengeringan: pada suhu 110 ° C 3 jam
- Penyimpanan Tertutup rapat dalam kemasan aslinya, lindungi dari cahaya dan kelembaban, pada suhu kamar (+15 - 25 ° C).
- Perhatikan kegunaan minimum

Hal-hal berikut ini harus diperhatikan:

- Titrasi akan berlangsung antara tiga hingga lima menit.

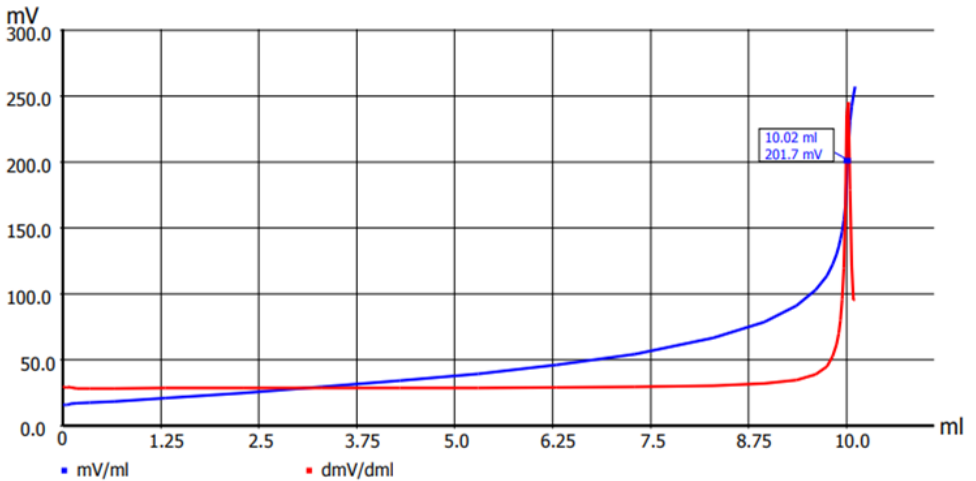
Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Titrasi dinamis
- Kecepatan pengukuran: Waktu pengukuran 3 detik
Pergeseran 10 mV/menit
Waktu minimum 3 detik
Waktu maksimal 15 detik
- Dinamika: curam
- Tidak ada redaman
- Kriteria akhir 1 EQ dengan nilai kemiringan 400 mV/ml

Perhitungan titer

$$T[\text{mol / l}] = \frac{W * F2}{(EQ-B) * M * F1}$$

T: Konsentrasi nyata dari titran
 W: Standar sampel yang ditimbang/sampel dalam [g]
 EQ: Konsumsi titran dalam [ml]
 B: Nilai kosong pelarut dalam [ml] M: 58,433 g / mol (massa molar NaCl)
 F1: 1
 F2: 1000 (konversi ml - l)



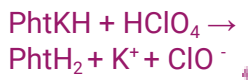
Gambar 34 Penentuan titer larutan perak nitrat dengan natrium klorida

Panduan Titrasi

Penentuan titer asam perklorat

Asam perklorat adalah asam yang sangat kuat yang dapat digunakan untuk titrasi kalium hidrogen ftalat sebagai basa dalam asam asetat.

Persamaan reaksi untuk penentuan titer dengan kalium hidrogen ftalat adalah:



Titrasi dilakukan sebagai titrasi mV. Oleh karena itu, ia meningkat dan tidak turun, seperti yang akan terjadi pada titrasi dengan asam dalam rentang pH.

Instruksi untuk penentuan titer dari 0,1 mol/l HClO₄:

Sekitar 200 mg kalium hidrogen ftalat (Gambar 35) ditimbang ke dalam sebuah bikar dengan timbangan analitik hingga empat digit setelah koma, dan diisi dengan asam asetat glasial hingga sekitar 80-100 ml. Setelah larutan terlarutkan sempurna, titrasi dimulai hingga titik ekuivalen tercapai. Titik ekuivalen dinilai. Konsumsi larutan titran sekitar 10 ml.

Penanganan standar

- Pengeringan:
dua jam pada suhu 120 °C
- Penyimpanan:
Tertutup rapat dalam kemasan aslinya, lindungi dari cahaya dan kelembaban, pada suhu ruangan (+15 - 25 ° C).
- Perhatikan kegunaan minimum

Hal-hal berikut ini harus diperhatikan:

- Semua kristal standar harus dilarutkan sepenuhnya pada awal titrasi!
- LiCl dalam etanol atau asam asetat glasial harus digunakan sebagai elektrolit

Titration berikut ini

parameter ini direkomendasikan :

- Titration Dinamis
- Kecepatan Pengukuran: Waktu pengukuran 2 detik Drift 10 mV/menit Waktu minimum 3 detik Waktu maksimum 15 detik
- Dinamika: rata-rata
- Peredaman rata-rata
- Kriteria akhir 1 EQ dengan nilai kemiringan 300 mV/m

Perhitungan Titer

$$T[\text{mol/l}] = \frac{W * F2}{(EQ - B) * M * F1}$$

T: Konsentrasi sebenarnya dari titran

W: Standar sampel terbobot / sampel dalam [g]

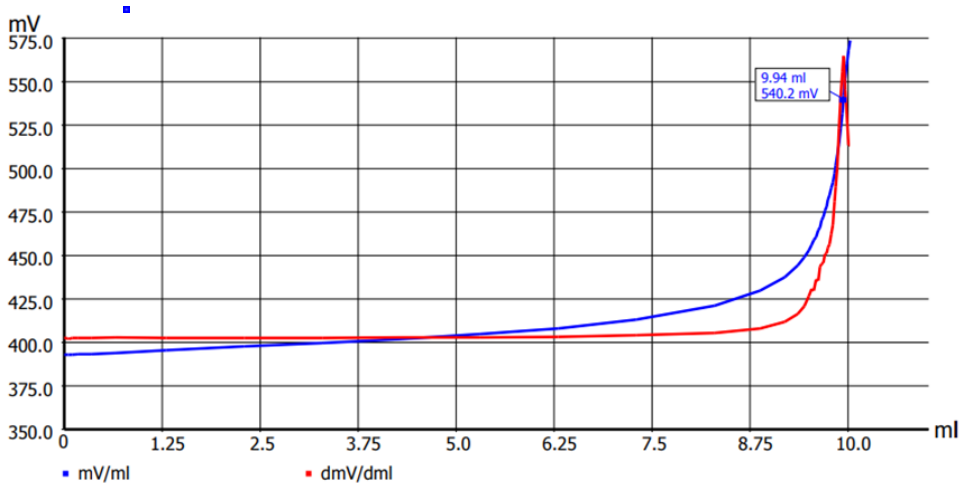
EQ: Konsumsi titran dalam [ml]

B: Nilai blank dari pelarut dalam [ml]

M: 20422 g/mol (massa molar kalium hidrogen ftalat)

F1: 1

F2: 1000 (konversi ml - l)

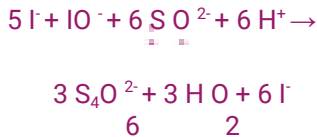


Gambar 35 Penentuan titer asam perklorat dengan kalium hidrogen ftalat

Panduan Titrasi

Penentuan titer tiosulfat

Tiosulfat biasanya disesuaikan dengan kalium iodat. Ini tersedia sebagai standar NIST sekunder." Persamaan reaksi untuk penentuan titer dengan KIO₃ adalah:



Kurva titrasi turun (Gambar 36) yang dapat dihentikan pada titik ekuivalen atau yang dapat dihitung kembali setelah terjadinya over titrasi pada titik ekuivalen.

instruksi pembuatan larutan tiosulfat 0,1 mol/L:

KIO₃ sebanyak kurang lebih 50 mg ditimbang menggunakan neraca analitik dengan empat digit di belakang koma dan ditambahkan sekitar 1 g kalium iodida ke dalam labu 150 ml. Kemudian diisi dengan air deionisasi hingga sekitar 100 ml. Ditambahkan sekitar 5 ml HCl 5%. Titik ekuivalen dievaluasi. Konsumsinya sekitar 14 ml.

Penanganan standar

- Pengeringan: pada suhu 150 ° C selama 3 jam
- Penyimpanan: Ditutup rapat dalam kemasan asli, lindungi dari cahaya dan kelembaban, pada suhu kamar (+15 - 25 ° C)
- Perhatikan tanggal kedaluwarsa minimum.

Berikut ini harus diamati:

- Elektroda kombinasi platina digunakan sebagai elektroda
- Kalium iodat dan kalium iodida bereaksi dengan iodin dalam keadaan asam, dengan sifat oksidasi mereka
- Asam yang cukup harus hadir dalam larutan
- Iodida harus hadir dalam kelebihan yang sangat tinggi

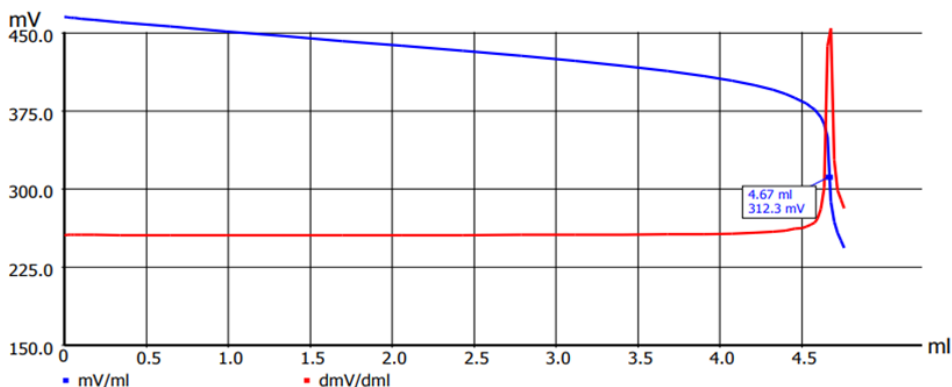
Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Titrasi dinamis
- Mengukur kecepatan:
- Waktu pengukuran 2 detik
Pergeseran 10 mV/menit
- Waktu minimum 3 detik
- Waktu maksimum 15 detik
- Dinamika: rata-rata
- Tidak ada redaman
- Kriteria akhir 1 EQ dengan nilai kemiringan 300 mV/ml

Perhitungan Titer

$$T[\text{mol/l}] = \frac{W * F2}{(EQ - B) * M * F1}$$

T: Konsentrasi nyata dari titran W:
Standar sampel yang ditimbang / sampel dalam [g]
EQ: Konsumsi titran dalam [ml]
B: Nilai kosong pelarut dalam [ml]
M: 214,00 g/mol (massa molar kalium iodat)
F1: 1/6 sebagai faktor stoikiometri dari persamaan reaksi
F2: 1000 (konversi ml⁻¹)



Gambar 36 Penentuan titer larutan Na₂S₂O₃

Panduan Titrasi

Penentuan titer yodium

Titer dari larutan iodin dapat ditetapkan langsung dengan arsenik (III) oksida. Namun, ini tidak disarankan karena toksisitas arsenik. Saat ini, yang terbaik adalah menggunakan larutan natrium tiosulfat yang disesuaikan, yang dititrasi dengan larutan iodin

Persamaan reaksi untuk penentuan titer adalah:



Petunjuk untuk penentuan titer: larutan iodium 0,05 mol/l

5 ml dari larutan natrium tiosulfat 0,1 mol/L dipepetkan ke dalam sebuah bikar 150 ml, kemudian diisi dengan air deionisasi hingga sekitar 100 ml dan ditambahkan 5 ml asam klorida 5%. Titrasi dapat dilakukan baik sebagai titrasi potensiometri dengan elektroda redoks maupun sebagai titrasi Dead Stop. Konsumsinya sekitar 5 ml (Gambar 37).

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Titrasi Berhenti Mati
- langkah linier: 0,02 ml
- Pra-titrasi: tidak ada
- Kecepatan pemberian dosis 20%
- Arah titrasi: meningkat
- Mengukur kecepatan:
- waktu tunggu tetap 1s
- Tegangan polarisasi: 100 mV
- Titik akhir delta: 1,0 µA
- Akhir titrasi: 2,0 µA
- Penundaan titik akhir: 5 s

Perhitungan titer

$$T[\text{mol/l}] = \frac{V * F2}{(EP - B) * M * F1}$$

T: Konsentrasi nyata dari titran

V: Volume larutan Na₂S₂O - larutan [ml]

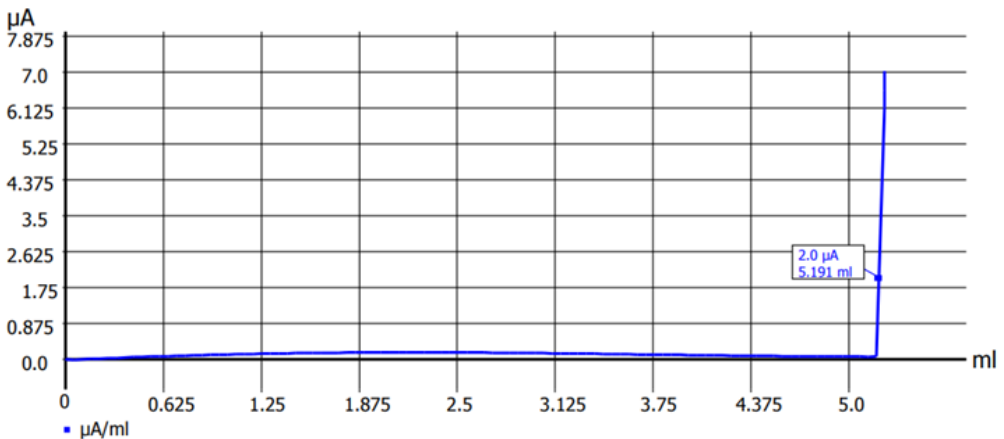
EP: Konsumsi titran dalam [ml]

B: Nilai kosong pelarut dalam [ml]

M: 1

F1: 2 sebagai faktor stoikiometri dari persamaan reaksi

F2: Konsentrasi larutan Na₂S₂O - larutan [mol/L]



Gambar 37 Penentuan titer larutan yodium (Dead Stop)

BAGIAN 5

PARAMETER DAN PERHITUNGAN TITRASI

5.1 Ikhtisar

Metode titrasi harus disesuaikan dengan jenis aplikasi dan sebagian dengan jenis sampel.

Penyesuaian ini memerlukan pemilihan variasi yang diukur (dan sensor terkait), titrator yang sesuai atau sambungan dengan reagen terkait, dan parameter yang benar dalam perangkat titrasi atau perangkat lunak. Pemilihan alat ukur dan reagen dapat ditemukan dalam deskripsi aplikasi. Pengaturan dalam metode dan teori di baliknya akan dijelaskan secara singkat di sini. Titrasi diparameterkan oleh lima elemen:

- Kontrol dosis
- Perilaku respons elektroda dan kecepatan
- Definisi akhir titrasi
- Perhitungan
- Dokumentasi hasil

Titrasi berlangsung dalam banyak langkah. Memang benar bahwa bagian dari volume titrasi dapat ditambahkan dalam satu langkah atau secara terus menerus. Namun, bagian kurva titrasi yang digunakan untuk perhitungan dibuat dalam langkah-langkah yang diperhalus sebagai daftar data dengan konsumsi, nilai terukur, waktu, dan mungkin informasi tambahan. Dari data ini, titik akhir atau titik ekuivalen dihitung dengan fungsi yang sesuai.

Persyaratan yang penting adalah bahwa nilai yang diukur juga dapat diandalkan. Hal ini dicapai dengan memantau nilai yang diukur dan hanya memasukkannya ke dalam kurva titrasi ketika nilai tersebut stabil. Dari kesetaraan atau titik akhir yang dihitung, hasilnya kemudian dapat dihitung dengan mempertimbangkan sampel yang ditimbang, titer, dan nilai blanko dalam satuan yang benar.

5.2 Kontrol dosis

Penambahan reagen dapat dilakukan dalam titer dengan tiga cara berbeda:

- Penambahan terus menerus
- Langkah-langkah yang sama jauhnya (Titrasi linier)
- Ukuran langkah tergantung pada gradien kurva titrasi (titrasi dinamis)

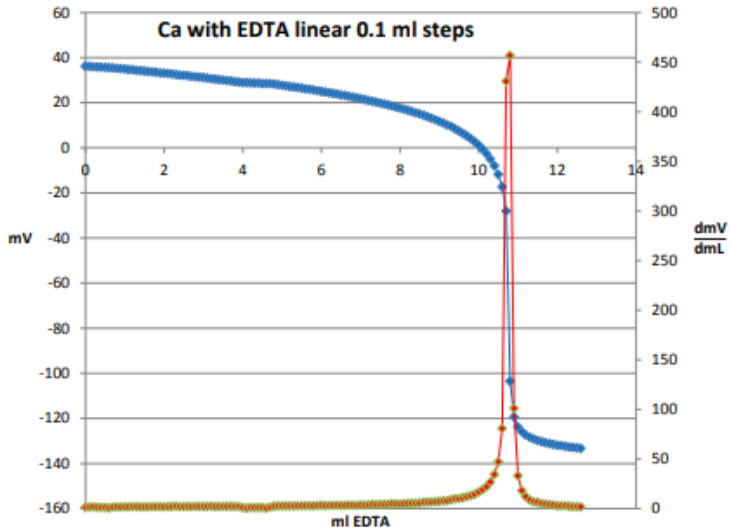
Ini juga dapat digunakan dengan cara gabungan. Contohnya, Anda dapat menambahkan secara terus menerus untuk kemudian melanjutkan titrasi secara linear atau dinamis..

Penambahan kontinu memiliki keuntungan dari penambahan yang cepat. Meskipun pengukuran dapat dihasilkan selama penambahan, ini tidak berarti bahwa kecepatan aksi ulang diatur dengan benar atau bahwa perilaku penyesuaian sensor diperhitungkan. Dalam praktiknya, untuk sebagian besar titrasi, terlalu banyak yang jelas akan ditemukan dengan cara ini dengan penambahan kontinu yang cepat, tetapi terlalu sedikit dengan reaksi yang dihambat secara kinetik.

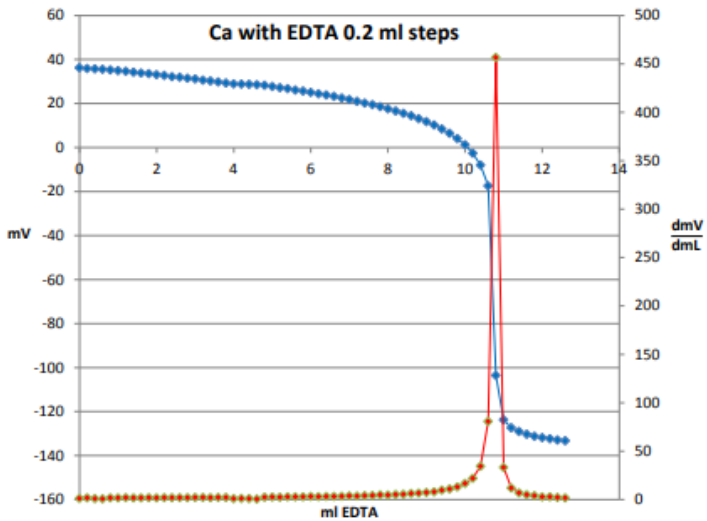
Titrasi Linier

Pada titrasi linier, reagen ditambahkan dalam langkah yang sama. Biasanya, di antara setiap langkah, di tunggu hingga potensial stabil atau setelah waktu tunggu tetap, potensial dianggap stabil. Kurva titrasi sebaiknya tidak memiliki terlalu banyak tetapi juga tidak terlalu sedikit titik pengukuran. Terlalu sedikit titik pengukuran menghasilkan perhitungan yang kurang akurat, tetapi terlalu banyak juga begitu. Ini karena perubahan potensial yang kecil dengan langkah kecil, menghasilkan nilai pengukuran yang kurang stabil dan dosis yang kurang akurat. Selain itu, tidak selalu dijamin bahwa volume kecil benar-benar mencapai ujung titrasi. Sebagai aturan praktis, titrasi linier sebaiknya memiliki 20 hingga 50 nilai pengukuran dan hanya melebihi 100 nilai pengukuran dalam kasus khusus.

Pada gambar 38 a/b, pengaruh jumlah langkah titrasi yang lebih sedikit.



A

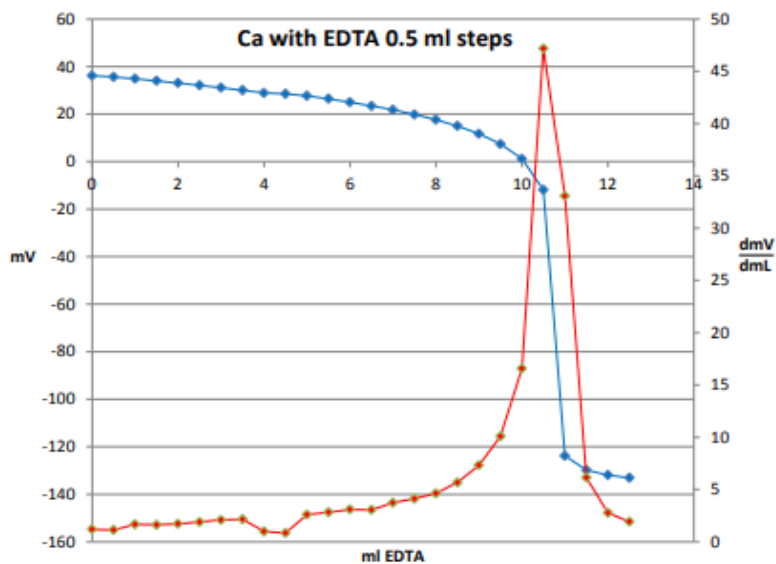


B

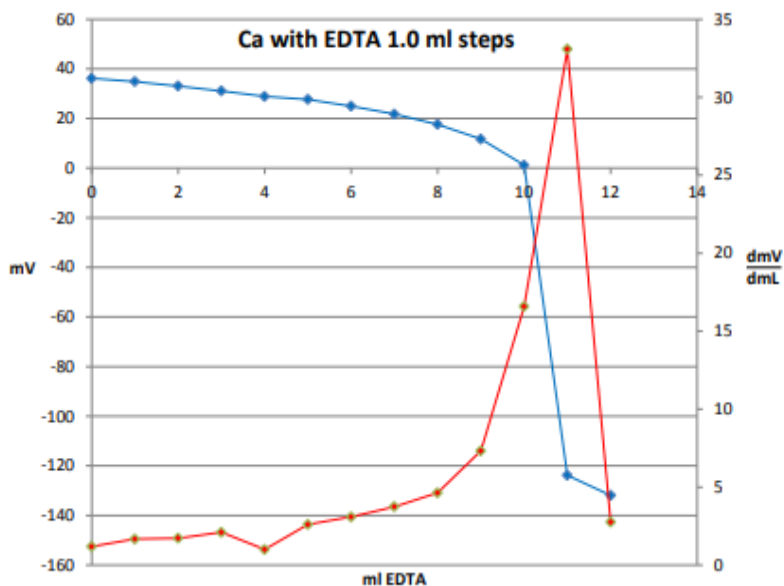
Gambar 38 a Penentuan Ca dengan EDTA linier dengan nilai terukur 126 (A) dan 64 (B)

Panduan Titrasi

C



D



Gambar 38 b Penentuan Ca dengan EDTA linier dengan nilai terukur 26 (C) dan 13 (D)

Kurva titrasi dengan 126 langkah titrasi jelas kelebihan beban, 64 titik pengukuran menghasilkan kurva titrasi yang sempurna (dengan banyak titik pengukuran dalam kisaran ml rendah). Pada 26 titik pengukuran, perubahan kecil dari turunan pertama yang terdistribusi sudah dapat diamati. Pada 13 titik pengukuran, mungkin tidak mungkin lagi untuk melakukan evaluasi yang benar, karena titik pengukuran mungkin hilang untuk perhitungan EQ. Dengan kurva titrasi seperti itu, disarankan untuk memilih langkah titrasi yang lebih kecil untuk mendapatkan jumlah titik pengukuran yang lebih banyak dan kurva titrasi yang dapat dievaluasi dengan cara yang lebih baik.

Area aplikasi dari titrasi linier misalnya:

- Titrasi dalam pelarut organik,
- Titrasi konten yang sangat kecil,
- Titrasi konduktivitas,
- Titrasi fotometri
- Titrasi μA

Ini memiliki keuntungan yang penting:

- hasil potensial yang lebih stabil, karena biasanya pereaksi yang cukup dikonversi untuk mencapai perubahan potensial yang signifikan,
- gangguan potensial hanya memiliki pengaruh kecil pada kurva titrasi.

Kerugiannya dapat dilihat dengan jelas:

- terlalu banyak titik pengukuran di area yang tidak banyak terjadi perubahan.
- hanya beberapa titik pengukuran di area EQ.

Panduan Titrasi

Titration dinamis

Titration dinamis adalah bentuk penambahan reagen yang lebih disukai. Ini digunakan dalam sebagian besar titration sesuai dengan persamaan Nernst, misalnya:

- Titration asam-basa dalam larutan air dan alkohol
- Penentuan klorida
- Titration oksidasi-reduksi

Ini memiliki banyak keuntungan :

- Akurasi yang tinggi
- Titration cepat
- Hanya menggunakan jumlah titik data yang benar-benar diperlukan

Itu tidak digunakan saat:

- Tidak ada koneksi yang sesuai dengan persamaan Nernst
- Potensial yang stabil tidak ada
- Dengan kandungan yang sangat kecil
- Pelarut organik digunakan

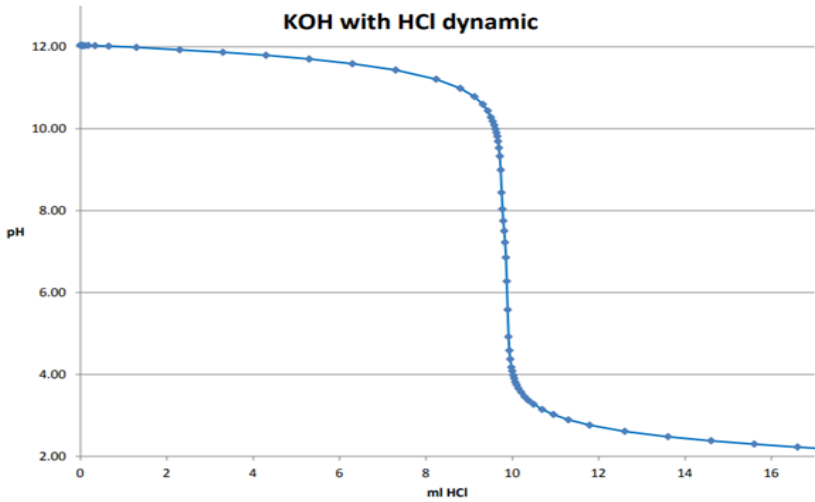
Dengan titration dinamis, langkah ditentukan sebagai fungsi dari kemiringan kurva titration.

Ini berarti bahwa pada bagian datar dari kurva titration, dosis volume yang besar digunakan dan pada bagian curam digunakan dosis volume yang kecil.

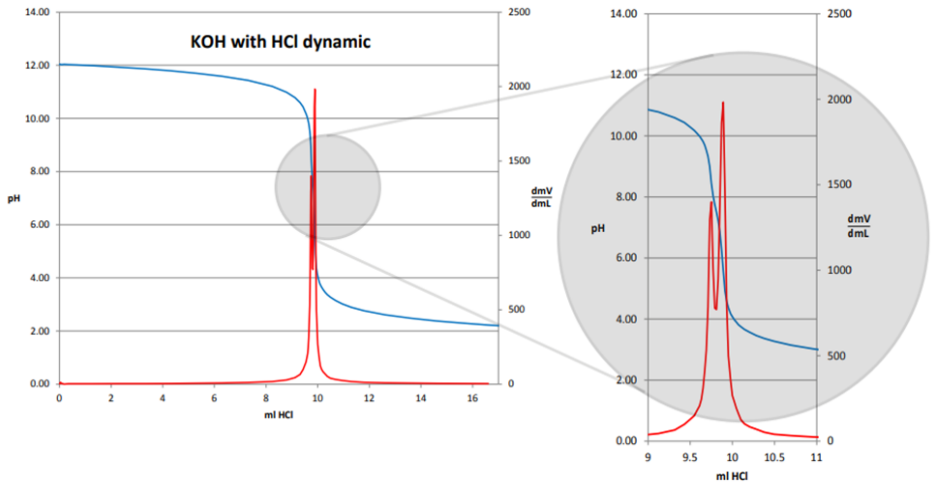
Gambar 39 dengan jelas menunjukkan hal yang penting: titration harus dilakukan dengan cepat, tetapi juga sangat akurat dengan resolusi tinggi. Karena resolusi yang tinggi, misalnya, kesalahan dapat ditemukan dalam titran: KOH pada Gambar 40 terkontaminasi dengan karbonat.

Ini sering tidak terdeteksi dalam titration. Untuk ini, titration di bagian curam, tetapi juga hanya di sana, harus dititration dengan resolusi yang sangat tinggi, sehingga kedua EQ terlihat jelas. Gambar 39 menunjukkan langkah penambahan individu dengan titration dinamis.

Pada awalnya, dimulai dengan langkah-langkah kecil dengan hati-hati agar tidak terlalu terlalu dititration. Kemudian diikuti oleh beberapa langkah volume besar hingga tepat sebelum titik ekuivalen. Daerah titik ekuivalen kemudian dititration dengan langkah-langkah kecil. Meskipun jarak langkah pada daerah loncatan terlihat berbeda, pada sumbu x dengan nilai ml, langkah-langkah volume semuanya sama dengan langkah set terkecil.



Gbr. 39 Representasi nilai pengukuran pada kurva titrasi



Gambar 40 Kurva titrasi KOH yang mengandung karbonat dititrasi secara dinamis dengan HCl

Panduan Titrasi

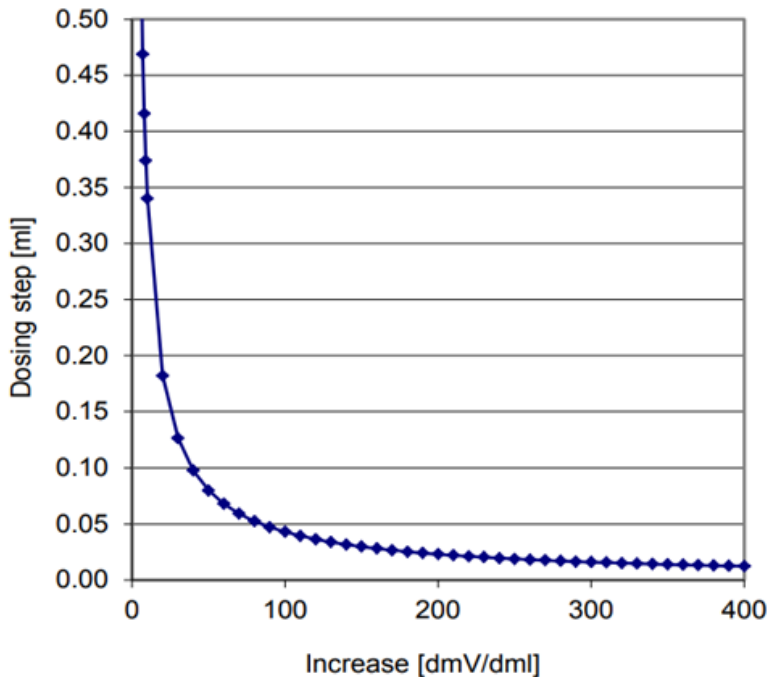
Perhitungan langkah dilakukan berdasarkan fungsi hiperbolik :

$$\text{Step size [ml]} = \frac{a}{\text{Gradient}^b} + c$$

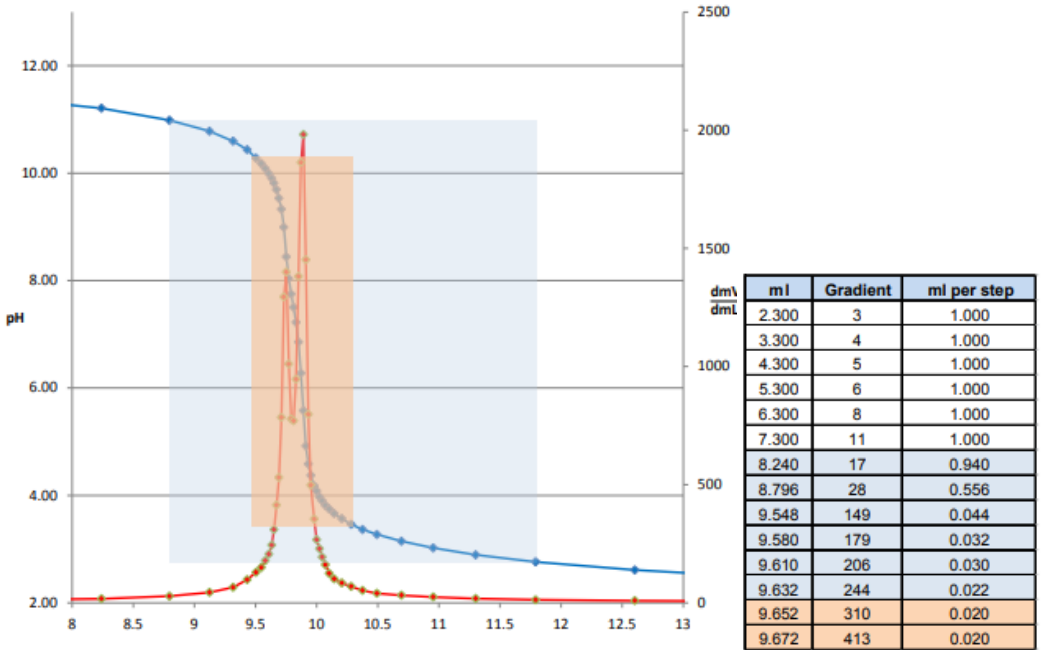
dengan "a", "b" dan "c" sebagai faktor perhitungan, yang secara otomatis ditentukan dari kurva titrasi.

Fungsi hiperbolik ini diturunkan dari persamaan Nernst, yang merepresentasikan fungsi "Dalam". Turunan dari fungsi $\ln(x)$ adalah $1/x$, yang berada di belakang rumus ini.

Gbr. 41 menunjukkan bahwa anak tangga besar dititrasi dengan nilai kemiringan yang kecil dan anak tangga kecil dengan kemiringan yang besar



Gbr. 41 Fungsi untuk menghitung langkah kurva titrasi



Gbr. 42 Area pengaturan dinamika

Gambar. 42 menunjukkan area pengaturan titrasi. Di dalam area biru, langkah dikurangi atau ditingkatkan lagi, di area oranye, langkah terkecil ditetapkan dengan akurasi yang ditentukan. Entri berikut ini diperlukan untuk parameterisasi:

- Langkah terbesar dalam [ml]
- Langkah terkecil dalam [ml]
- Gradien, hingga mana langkah terbesar harus diberi dosis [dmV/dml]
- Gradien, mulai dari mana langkah terkecil harus diberi dosis [dmV/dml]

Dalam contoh di atas ini adalah :

- 1,000 ml
- 0,020 ml
- 15 mV/ml
- 250 mV/ml

Panduan Titrasi

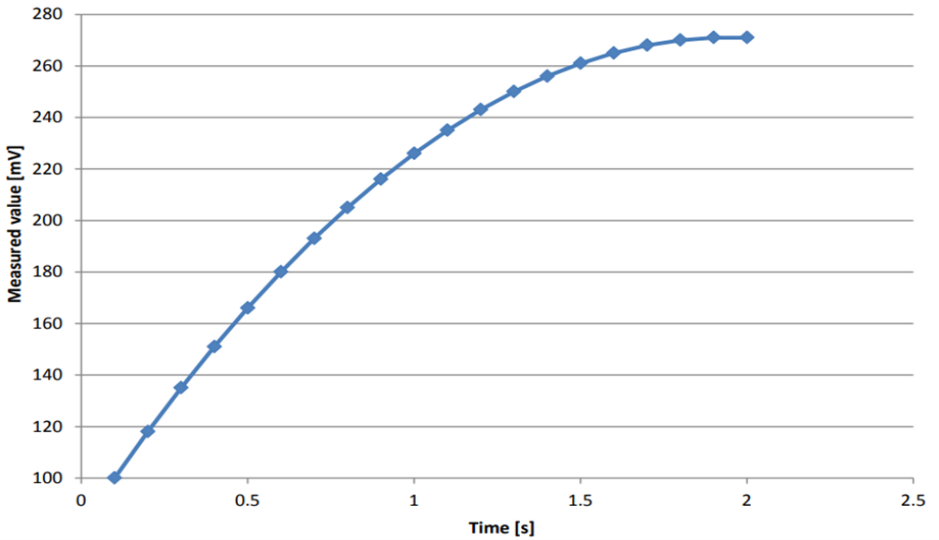
Untuk mendapatkan hasil yang berarti, pengaturan "lompatan curam, rata-rata atau lemah" biasanya sudah cukup. Langkah-langkah yang terlalu besar dapat menyebabkan titrasi berlebihan, terlalu kecil menyebabkan perbedaan potensial dan dengan demikian menyebabkan derau yang kuat pada kurva. Hal ini mengurangi keakuratan titrasi. Sebagai aturan praktis, sekitar 5-10% dari total volume titrasi cocok sebagai langkah terbesar, 2% untuk langkah terkecil. Persyaratan tertentu untuk akurasi atau kecepatan ekstra mungkin memerlukan pengaturan yang berbeda.

5.3 Perilaku respons elektroda dan kecepatan

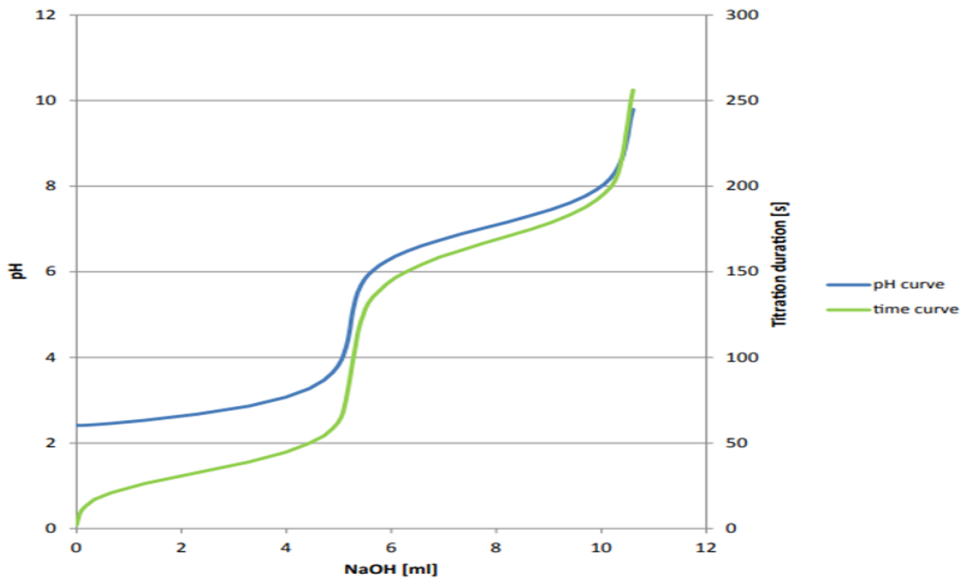
Penyesuaian langkah saja tidak cukup untuk mengontrol kurva titrasi. Juga harus dipastikan bahwa sinyal pengukuran stabil yang "benar" diterapkan ke elektroda. Dalam keadaan tertentu, sinyal pengukuran memerlukan waktu hingga nilai stabil disesuaikan. Waktu ini tergantung pada berbagai faktor, seperti jenis, usia dan kondisi elektroda serta konsentrasi bahan yang akan diukur. Oleh karena itu, dalam praktiknya, perilaku pengaturan elektroda diamati dan dievaluasi jalannya nilai yang diukur per satuan waktu. Perubahan nilai terukur per satuan waktu disebut drift (Gbr. 43). Unit pengukuran adalah [mV/min].

Gbr. 44 dengan jelas menunjukkan bahwa sebagian besar waktu titrasi digunakan untuk kontrol penyimpangan yang akurat di area titik ekuivalen. Grafik menunjukkan titrasi linier dengan ukuran langkah yang sama, untuk menghindari efek akibat beberapa penambahan volume kecil, bukan satu penambahan besar.

Drift sebagai nilai terukur per waktu



Gbr. 43 Perubahan nilai terukur per waktu



Gbr. 44 Kurva titrasi (biru) dan durasi titrasi (hijau)

Panduan Titrasi

Sebagai parameter

- waktu tunggu minimum,
- waktu tunggu maksimum,
- jendela untuk waktu pengujian, nilai drift

dapat ditetapkan (Gambar. 45).

Waktu tunggu minimum harus ditunggu dalam hal apa pun, meskipun penyimpangan dalam waktu pengujian sudah dipantau selama waktu ini.

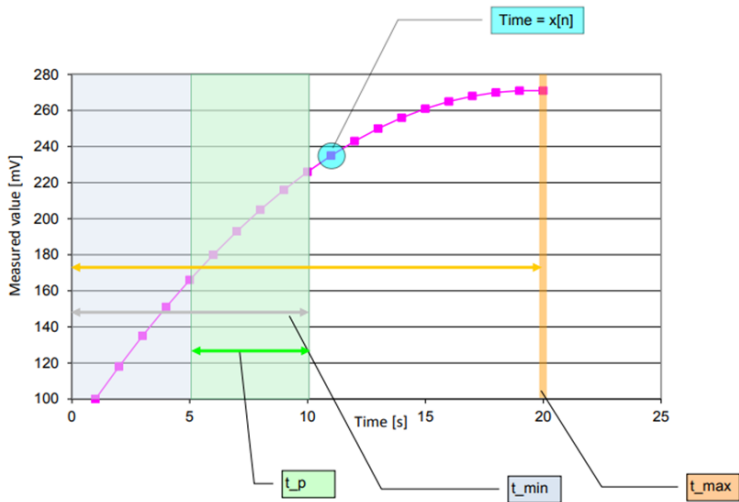
Waktu tunggu minimum 10 detik ditunggu pada Gbr. 46. Namun, dalam lima detik terakhir (waktu pengujian), drift sudah ditentukan dan dibandingkan dengan nilai target (Gbr. 47). Jendela untuk waktu pengujian akan terus bergerak hingga waktu drift maksimum atau nilai drift tercapai. Nilai tersebut mewakili gradien kurva drift.

Dianjurkan untuk memilih waktu minimum yang tidak terlalu singkat, karena sistem bolak-balik dapat menumpuk. Nilai saat ini diterima dengan sangat cepat, tetapi menyebabkan nilai berikutnya membutuhkan waktu lebih lama untuk menyesuaikan.

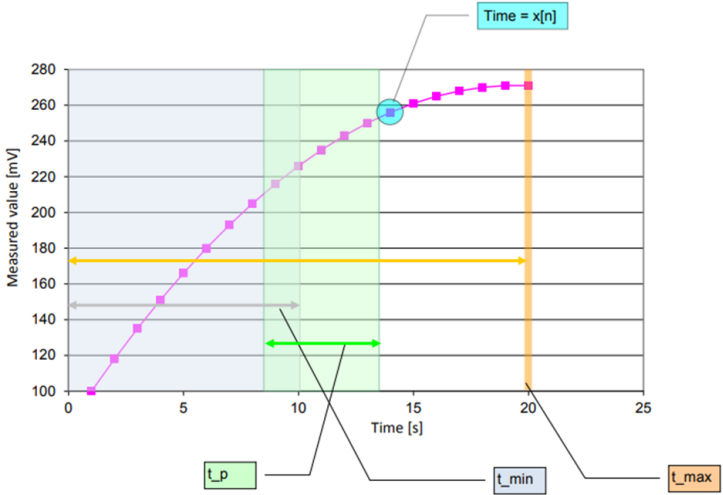
Dalam beberapa kasus, mungkin masuk akal untuk bekerja dengan waktu tunggu tetap daripada waktu tunggu yang dikontrol drift; terutama untuk aplikasi yang hanya memberikan beberapa nilai terukur yang stabil, perubahan potensial yang rendah, atau tidak memberikan nilai mV atau pH sesuai dengan persamaan Nernst (mis. nilai μA , nilai mS, atau suhu). Waktu tunggu tetap biasanya ditetapkan dalam kisaran 5 - 30 detik.

Durasi titrasi	Waktu tunggu minimum t_{\min} [s]	Waktu melayang maksimum t_{\max} [s]	Waktu pengukur $n t_p$ [s]	Nilai drift [mV/menit]
Cepat	1	5	1	50
Rata-rata	2	15	2	20
Tepat.	5	20	2	10

Gbr. 45 Menetapkan parameter untuk penyimpangan (nilai praktis)



Gbr. 46 Menetapkan drift dan parameter yang diperlukan (deskripsi parameter, lihat Gbr. 45)



Gbr. 47 Menetapkan pergeseran dengan jendela waktu kontrol (labeling see Fig. 45, parameter "Exact")

Panduan Titrasi

5.4 Definisi dari akhir titrasi

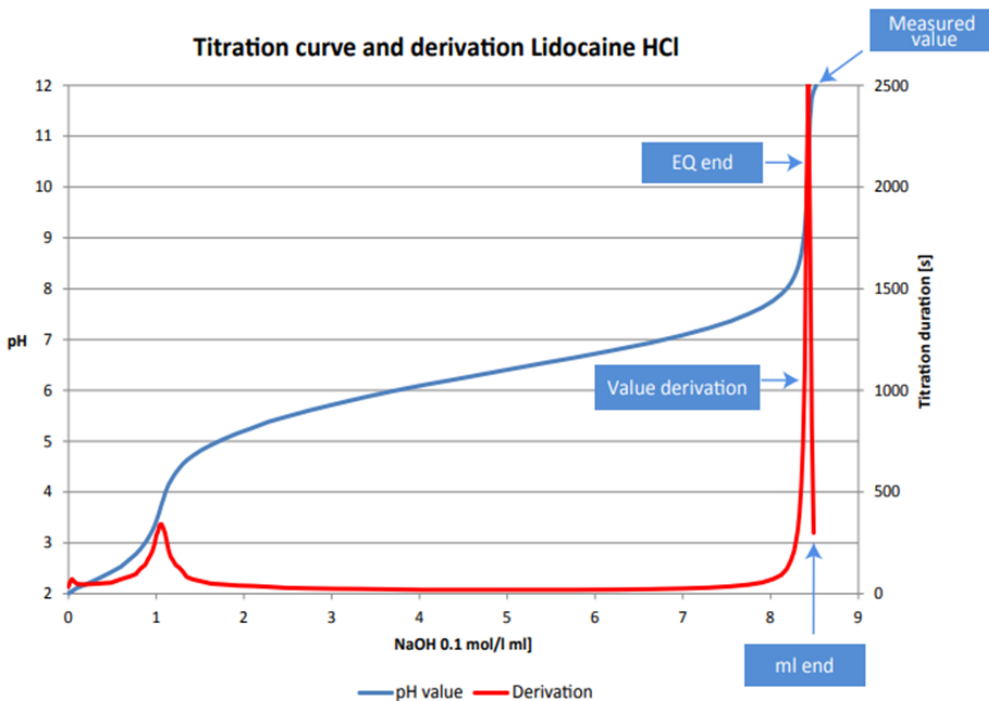
Dengan titrasi manual, maka titrator berhenti segera setelah "tombol manual" dilepaskan. Bagaimana jika pengguna tidak dapat hadir sepanjang waktu? Ini ini sering terjadi selama titrasi.

Untuk menghentikan titrasi otomatis, ada beberapa kriteria yang harus dipenuhi :

Titrasi hingga:

- volume maksimum titran
- titik akhir tertentu (pH atau mV, juga dimungkinkan μA atau μS)
- durasi tertentu (pH Stat, titrasi KF)
- satu atau beberapa EQ
- hasil yang dihitung
- gangguan manual

Kriteria penting untuk menghentikan titrasi tercantum dalam Gambar. 48.



Gbr. 48 Kriteria untuk mengakhiri titrasi

Gangguan titrasi pada volume maksimum

Kriteria ini harus selalu ada, karena gelas kimia memiliki volume yang terbatas. Biasanya 20 hingga 50 ml digunakan sebagai kriteria tambahan. Untuk beberapa titrasi dengan perubahan potensial yang sangat kecil (misalnya TAN), ini juga bisa menjadi satu-satunya kriteria.

Gangguan titrasi pada nilai terukur tertentu

Jika tidak diketahui berapa banyak titik ekuivalen yang dapat dihitung, kriteria ini akan digunakan. Misalnya, nilai pH maksimum ditentukan dimana titrasi berhenti. Kemudian dapat diputuskan dalam perhitungan apakah satu atau lebih EP harus dihitung. Untuk titrasi EP ke titik akhir yang ditentukan, kriteria interupsi adalah titik akhir yang diinginkan. Titik akhir ini harus dilampaui untuk waktu yang ditentukan (penundaan titik akhir) atau dengan nilai tertentu.

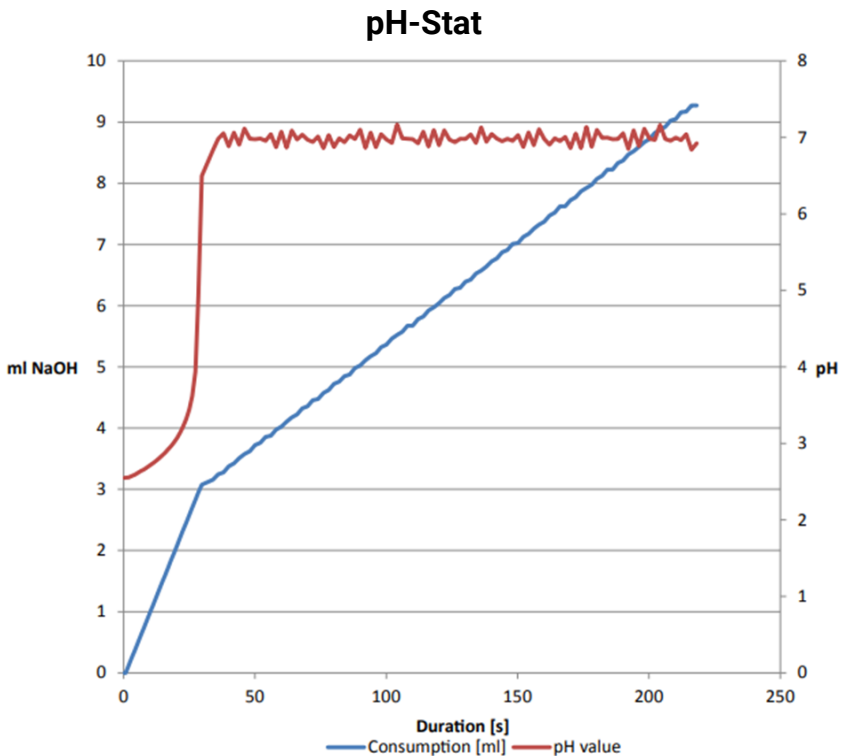
Gangguan titrasi saat mengenali EQ

Untuk titrasi yang menghitung EQ yang dapat dikenali dengan jelas, ini juga merupakan kriteria akhir yang paling masuk akal. EQ dihitung sebagai maksimum dari titik pertama dan titik nol dari turunan kedua. Oleh karena itu, EQ juga dikaitkan dengan nilai dari turunan pertama. Turunan pertama harus mencapai nilai tertentu (yang dapat disesuaikan) agar EQ dapat diterima seperti itu.

Panduan Titrasi

Untuk beberapa aplikasi, ada kriteria lain untuk mengakhiri titrasi. Selama titrasi pH Stat (nilai pH dijaga konstan untuk sementara waktu), durasi titrasi digunakan sebagai kriteria (Gbr. 49). Volume total harus selalu menjadi kriteria, karena sel titrasi juga dapat meluap.

Dengan titrasi Karl Fischer, satu titrasi ke satu titik akhir. Tegangan diberikan ke elektroda platina ganda induktor. Arus mengalir jika pasangan redoks yang dapat dibalik ada dalam larutan (iodin dan iodida). Titrasi dihentikan jika mencapai nilai akhir yang ditetapkan.



Gbr. 49 titrasi stat pH dengan fase stat 180 detik

5.5 Evaluasi titrasi

Selama titrasi, titik akhir (EP) atau titik ekuivalen (EQ) dievaluasi.

Dalam titrasi ke titik akhir (EP), titrasi biasanya diinterupsi pada titik yang akan merespons perubahan warna indikator. Titrasi EP merupakan metode konvensional yang terutama dimaksudkan untuk memberikan perbandingan yang baik. Dengan demikian, EP juga merupakan titik terakhir dari titrasi atau titrasi parsial. Titrasi dengan beberapa titrasi parsial dengan hingga tiga titik akhir.

Titik ekuivalen (EQ) ditentukan berdasarkan titik balik kurva titrasi. Maksimum dari derivasi pertama dan titik nol dari derivasi kedua dihitung untuk ini. Biasanya, titik balik sesuai dengan konversi ekuivalen reagen dengan sampel. Namun, dengan beberapa titik balik, mungkin saja titik ekuivalen yang sebenarnya belum tercapai ketika kurva "melengkung" untuk EQ yang lain. Dalam beberapa kasus, koreksi pada EQ menguntungkan. Kompleksitas mereka perhitungan tidak boleh dibahas di sini.

Dalam praktiknya, EQ hampir selalu digunakan untuk menghitung hasilnya. Untuk menghitung EQ, EQ dititrasi ulang dengan beberapa titik titrasi dan diinterpolasi dari titik titrasi di sekitar EQ. Hasilnya adalah semakin akurat, semakin kecil langkah titrasi. Jika titik pengukuran hilang setelah EQ, ada kemungkinan perhitungan tidak dapat dilakukan. Oleh karena itu, sangat penting untuk memastikan bahwa masih ada titik pengukuran yang cukup untuk perhitungan setelah EQ (lihat Gbr. 50).

Nilai pH atau mV yang dihitung dari EQ sangat penting untuk kurva yang sangat curam. Kemiringan kurva titrasi dapat sangat tinggi, sehingga perubahan nilai pH dalam volume sering kali tidak berpengaruh. Namun, volume digunakan untuk evaluasi dan perhitungan hasil.

Panduan Titrasi

Jika EP atau EQ yang benar telah ditentukan, hasil yang diinginkan dapat dihitung dari sini.

Pada dasarnya, hanya 2 jenis rumus yang digunakan dengan ini: di satu sisi, perhitungan titer atau konsentrasi titran, dan di sisi lain, perhitungan konsentrasi sampel.

Rumus untuk titer

$$\text{Titer} = \frac{W * F2}{EQ * C * M * F1}$$

Titer: Angka tanpa dimensi, misalnya 1,0

W: Standar sampel yang ditimbang/sampel [g]

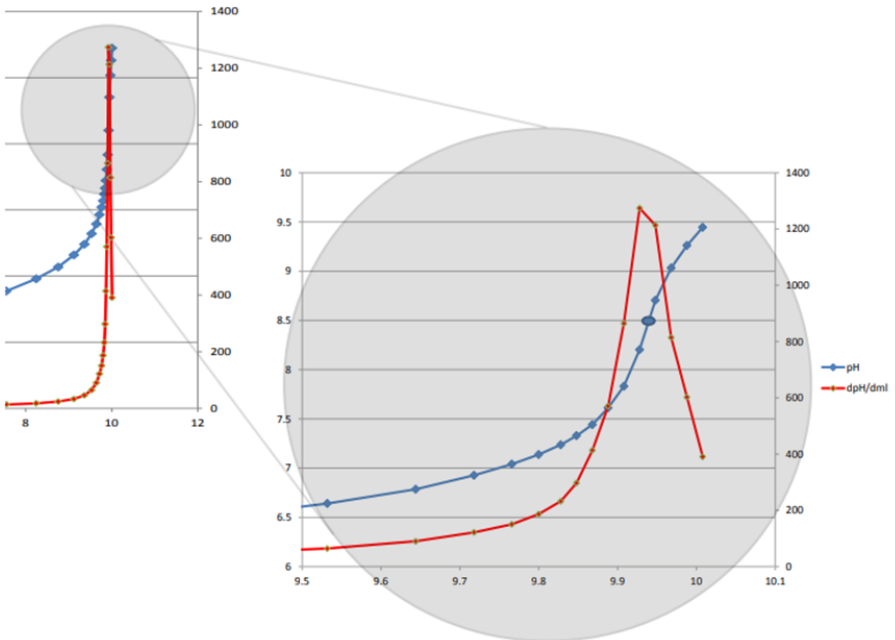
EQ: Konsumsi titran [ml]

C: konsentrasi titran yang ditentukan [mol/l]

M: massa molar standar [g/mol]

F1: 1

F2: 1000 (konversi ml - l)



Gbr. 50 Interpolasi EQ

Terkadang nilai kosong harus dimasukkan dalam perhitungan hasil. Beberapa pelarut memiliki konsumsi sendiri dari titran (yang kecil). Konsumsi sendiri ini dikurangi dari EQ atau EP, sehingga hanya konsumsi sampel yang memberikan kontribusi pada hasil dalam perhitungan. Jenis nilai kosong lainnya dapat ditemukan dalam titrasi balik: nilai kosong adalah konsumsi reagen yang digunakan tanpa sampel. Di sini konsumsi EP atau EQ dikurangi dari nilai kosong.

Formula untuk konten dalam % dengan nilai kosong dalam pelarut

$$\text{Content [\%]} = \frac{(\text{EQ} - \text{B}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{W} * \text{F2}}$$

EQ: Konsumsi titran [ml]
 B: Nilai kosong pelarut [ml]
 T: Konsentrasi tepat titran [mol/l]
 M: massa molar zat yang akan ditentukan [g/mol]
 W: Sampel berbobot standar / sampel [g]
 F1: Konversi 100 dalam %
 F2: 1000 (konversi ml - l)"

Formula untuk konten dalam % sebagai titrasi kembali

$$\text{Content [\%]} = \frac{(\text{B} - \text{EQ}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{W} * \text{F2}}$$

B: Konsumsi selama titrasi reagen yang ditambahkan tanpa sampel [ml]
 EQ: Konsumsi titran [ml]
 T: Konsentrasi tepat titran [mol/l]
 M: massa molar zat yang akan ditentukan [g/mol]
 W: Sampel berbobot standar / sampel [g]
 F1: Konversi 100 dalam %
 F2: 1000 (konversi ml - l)

Titrasi sering memiliki "akurasi" dari empat digit penting secara keseluruhan (tidak peduli sebelum atau setelah pemisah desimal). Namun, semua komponen individu dalam rumus juga harus didefinisikan dengan jumlah digit ini, dimulai dari sampel yang ditimbang hingga berat molar hingga konsumsi. Untuk mencapai akurasi yang lebih tinggi, semua angka dalam rumus harus selalu didefinisikan dengan jumlah digit yang lebih tinggi.

Panduan Titrasi

Contoh:

Titer perak nitrat dengan NaCl

Titer larutan perak nitrat 0,1 mol/l harus ditentukan dengan NaCl:

- massa molar natrium klorida adalah 58,44 g/mol,
- sampel yang ditimbang adalah W=0,584g,
- volume larutan yang digunakan adalah EQ=10,05 ml,
- dengan F1 = 1 dan F2 = 1000 (konversi ml - l),

hasil yang diperoleh adalah:

$$\text{Titer} = \frac{0.0584 * 1000}{10.05 \left[\frac{\text{mol}}{\text{l}} \right] * 58.44 \left[\frac{\text{g}}{\text{mol}} \right] * 1}$$
$$= 0.9943$$

atau konsentrasi yang tepat yang digunakan untuk sebagian besar perhitungan

$$T \left[\frac{\text{mol}}{\text{l}} \right] = \text{Titer} * 0.1 \left[\frac{\text{mol}}{\text{l}} \right]$$
$$= \frac{0.0584 * 1000}{10.05 [\text{ml}] * 58.44 \left[\frac{\text{g}}{\text{mol}} \right]}$$
$$= 0.0994 \left[\frac{\text{mol}}{\text{l}} \right]$$

0,1 mol/l AgNO3 larutan sehingga memiliki konsentrasi 0,0994 mol/l.

Konten NaCl dalam%

Konten NaCl dari sampel harus ditentukan dengan Standar yang disebutkan di atas larutan:

- Konsentrasi tepatnya adalah 0,00994 mol/l
- Massa molar NaCl adalah 58,44 g/mol
- Sampel yang ditimbang adalah 1,12 g
- Konsumsi EQ pada 10,05 ml,
- dengan F1 = 1 dan F2 = 1000 (konversi ml- l), maka diperoleh hasil sebagai berikut:

$$\text{Content [\%]} = \frac{10.05 [\text{ml}] * 0.0994 \left[\frac{\text{mol}}{\text{l}} \right] * 58.44 \left[\frac{\text{g}}{\text{mol}} \right] * 100\%}{1.12 [\text{g}] * 1000}$$
$$= 5.21\%$$

Dalam contoh tersebut, sampel akan memiliki kandungan natrium klorida 5,21%.

BAGIAN 6

APLIKASI

Contoh dari basis data aplikasi

Untuk banyak aplikasi, dokumen aplikasi dapat diunduh dari halaman beranda kami. Beberapa aplikasi akan dicantumkan di sini sebagai contoh.

Panduan Titrasi

6.1 Titrasi asam-basa

Titrasi asam sitrat dalam minuman

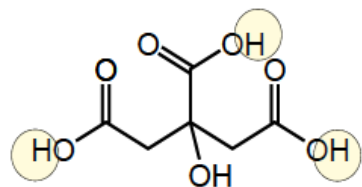
Hampir semua minuman mengandung asam yang biasanya sudah terkandung dalam bahan buah mentah. Mereka meningkatkan rasa dan daya tahan. Asam masih ditambahkan ke beberapa minuman ringan. Asam sitrat (Gbr. 51) adalah asam tribasic, yang nilai pHnya sangat dekat satu sama lain dan karena itu sulit dititrasi secara individual. Karena minuman sering juga mengandung asam lain, titrasi titik akhir ke pH 8,2

(dalam beberapa kasus juga 8,1, 8,3 atau 8,5) dilakukan dalam praktek (Gambar 52). Ini sesuai dengan perubahan fenolftalein.

minuman. Perhitungan juga dilakukan untuk asam lain dengan berat molekul asam sitrat (192,13 g/mol) Satu biasanya, titrasi dilakukan dengan NaOH 0,1 mol/

Berikut ini harus diamati:

- Penentuan titer dilakukan berlangsung dengan kalium hidrogen ftalat.
- Natrium hidroksida harus dilindungi dengan CO₂ sarana penyerapan Disarankan untuk menggunakan kapur soda.
- Elektroda harus dikalibrasi. Buffer pH 4,01 dan pH 6,87 direkomendasikan.



Gbr. 51 Formula struktur asam sitrat

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Titrasi titik akhir hingga pH 8,2
- Kecepatan pemberian dosis 40
- Langkah linier: 0,04 ml normal kecepatan titrasi (rata-rata)
- Nilai delta untuk linier bagian akhir: 1.2
- Penundaan titik akhir 5 detik
- Tidak ada redaman

Rumus untuk nilai asam dalam g/l:

$$\text{acidity [g/l]} = \frac{EP * T * M * F1}{V * F2}$$

EP: Konsumsi titran [ml] hingga pH

8,2

T: Konsentrasi titran yang tepat

M: Massa molar asam sitrat

192,13 g/mol

V: Volume sampel [ml]

F1: 1

F2: 3 (faktor stoikiometri, asam 3-bas)

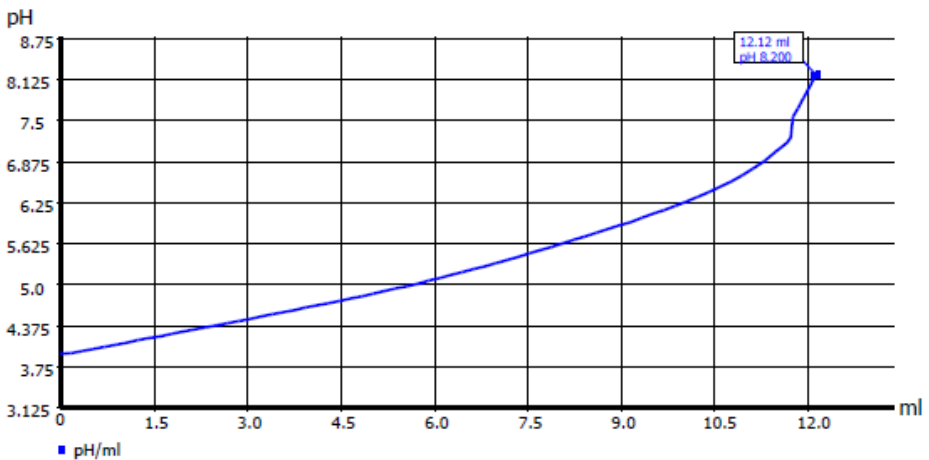
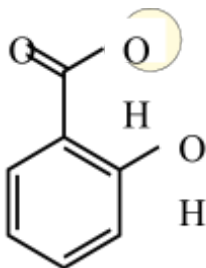


Abb. 52 Kurva titrasi jus jeruk kurva titrasi

Panduan Titrasi

Titration asam kuat

Banyak aplikasi yang mengandung asam kuat yang terdisosiasi sempurna seperti HCl, H₂SO₄ atau HNO₃. Hal ini berlaku sama untuk titrasi asam-basa. Asam sulfat, misalnya, berperilaku dalam larutan air sebagai asam kuat dibasa dan dengan demikian sulit untuk membedakannya dari "dua" asam kuat monobasa. Asam organik yang berbeda seperti misalnya asam salisilat (Gbr. 53), yang nilai pKs-nya kira-kira berada di area proton pertama asam fosfat, berperilaku seperti asam kuat selama titrasi. Titrasi biasanya berlangsung secara dinamis hingga EQ. Dengan titrasi titik akhir, indikator akan bergantung pada jenis asam.



Gbr. 53 Rumus struktur asam salisilat dengan proton dari gugus karboksil

Perhitungannya berbeda, tergantung pada jenis aplikasi (Gbr. 54) dan berat sampel (volume vs. massa). Hasilnya dapat dihitung sebagai konsentrasi asam mol/l, kandungan asam g/kg, mg/g atau g/l atau mg/ml. Untuk beberapa aplikasi, masuk akal untuk menunjukkan kandungan asam sebagai konsumsi basa / g sampel, sehingga mg (NaOH) / g atau mg (KOH) / g. Seseorang biasanya melakukan titrasi dengan NaOH 0,1 mol/l.

Hal-hal berikut ini harus diperhatikan:

- Penentuan titer dilakukan dengan kalium hidrogen ftalat.
- Natrium hidroksida harus dilindungi dengan cara penyerapan CO₂. Disarankan untuk menggunakan soda kapur.
- Elektroda dapat dikalibrasi. Buffer pH 4,01 dan pH 6,87 direkomendasikan. Parameter kalibrasi berfungsi sebagai bukti status elektroda pH. Kemiringan should be > 95 %.

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Titrasi dinamis
- Kecepatan titrasi normal (rata-rata)
- Dinamika: curam
- Tidak ada redaman
- Kriteria akhir 1 EQ dengan nilai kemiringan 700 mV/ml dan pH 12
- Kecepatan pemberian dosis 100

Rumus untuk nilai asam dalam g/l:

$$\text{Content [\%]} = \frac{(\text{EQ}-\text{B}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{W} * \text{F}2}$$

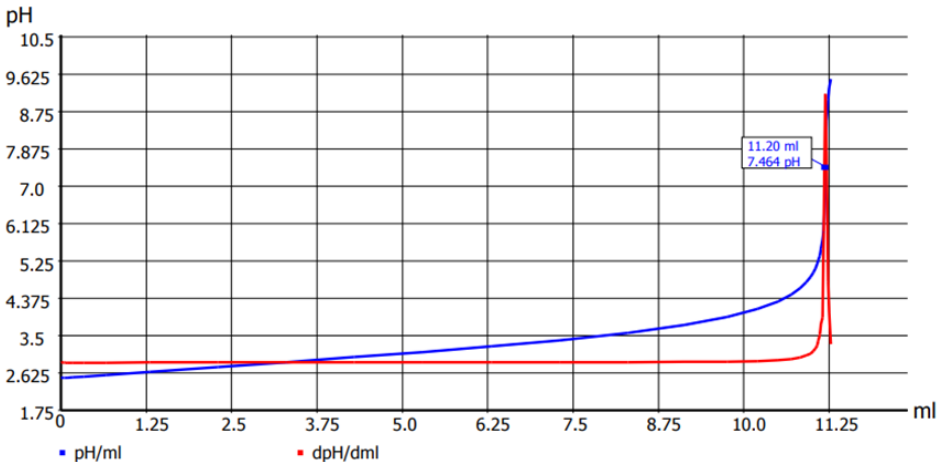
EQ: Konsumsi titran pada titik ekuivalen

B: Nilai kosong dari pelarut

T: Konsentrasi yang tepat dari titran M: Massa molar asam salisilat

138,12 g / mol

W: Sampel yang ditimbang [g] F1: 100 (% konversi) F2: 1000 konversi ml - l)



Gbr. 54 Kurva titrasi asam salisilat

Panduan Titrasi

Titrasi asam fosfat

Asam fosfat adalah asam tribasa, yang hanya dua proton pertama yang dapat dititrasi dalam larutan air. Proton ketiga memiliki nilai pK_S yang tinggi sehingga larutan natrium hidroksida encer tidak cukup basa. Beberapa metode didasarkan pada fakta bahwa fosfat membentuk senyawa dengan ion logam berat, di mana proton kemudian dilepaskan dalam jumlah yang setara. Titrasi langsung dengan natrium hidroksida dan perhitungan kandungannya dijelaskan di sini sebagai perbedaan dari dua EQ (Gbr. 55). Asam kuat tidak mengganggu, tetapi asam lemah atau multibasa seperti misalnya asam sitrat.

Seseorang biasanya melakukan titrasi dengan NaOH 0,1 mol/l.

Hal-hal berikut ini harus diperhatikan:

- Penentuan titer dilakukan dengan kalium hidrogen ftalat.
- Natrium hidroksida harus dilindungi dengan alat penyerapan CO₂. Direkomendasikan untuk menggunakan kapur soda.
- Elektroda dapat dikalibrasi. Buffer pH 4,01 dan pH 6,87 direkomendasikan. Parameter kalibrasi berfungsi sebagai bukti status elektroda pH. Kemiringan harus > 95%

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Titrasi dinamis
- Kecepatan titrasi normal (rata-rata)
- Dinamika: curam atau rata-rata
- Tidak ada redaman
- Kriteria akhir 2 EQ dengan nilai kemiringan > 200 mV/ml
- Kecepatan pemberian dosis 65

Formula untuk asam fosfat dalam %

$$\text{Content [\%]} = (\text{EQ2} - \text{EQ1}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}$$

$$\text{W} * \text{F2}$$

EQ1, EQ2: Konsumsi zat titran pada titik setimbang yang masing-masing

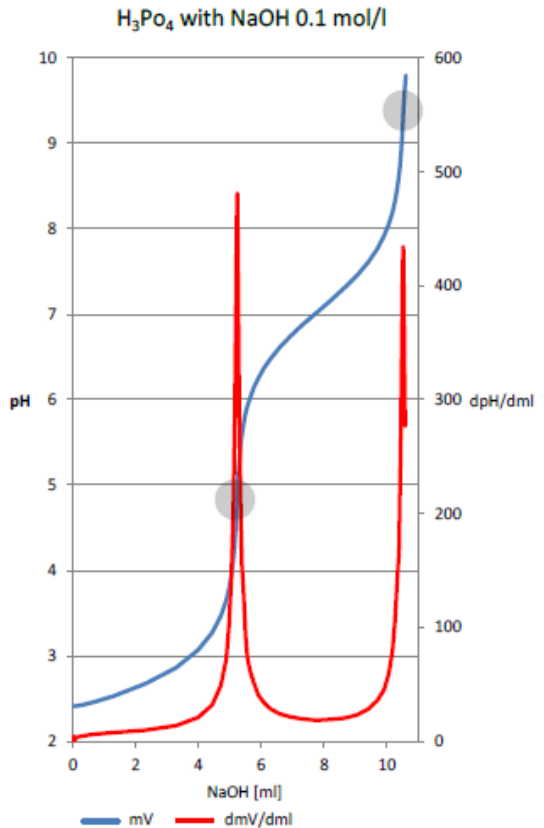
T: Konsentrasi tepat dari zat titran

M: Massa molar asam fosfat 98,00 g/mol

F1: 100 (persen konversi)

W: Sampel yang ditimbang [g]

F2: 1000 (konversi ml - l)



Gbr. 55 Kurva titrasi Asam fosfat dengan dua persamaan

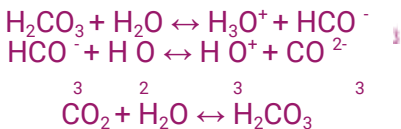
Panduan Titrasi

Titrasi Alk._{8,2} dan Alk._{S4,3}

Titrasi alkalinitas (Alk.) dilakukan dengan HCl dan menentukan bagian mana

karbonat dan bikarbonat yang terkandung di dalam air (Gbr. 56). Nilai alkalinitas adalah ukuran kesadahan sementara air, yang dapat dihilangkan dengan merebusnya. Kerak = endapan kapur yang mengendap selama perebusan, CO₂ akan hilang. Agar hasil titrasi manual dapat dibandingkan dengan indikator (fenolftalein dan metil jingga, sering disebut sebagai nilai p dan m), satu titrasi ke titik akhir (pH 8,2 dan pH 4,3) [6]. Oleh karena itu, elektroda harus dikalibrasi.

Dasarnya adalah sistem karbonat/hidrogen karbonat dalam air :



Titik akhir pada pH 8,2 berkorelasi kira-kira dengan kandungan karbondioksida, konsumsi antara pH 8,2 dan pH 4,3 dengan kandungan hidrogen karbonat. Seseorang biasanya melakukan titrasi dengan HCl 0,1 mol/l.

Hal-hal berikut ini harus diperhatikan:

- Penentuan titer dilakukan dengan TRIS
- Elektroda harus dikalibrasi. Buffer pH 4,01 dan 6,87 direkomendasikan

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Titrasi kedua titik akhir pH 8,2 dan pH 4,3
- Kecepatan titrasi normal (rata-rata)
- Tidak ada redaman
- Kecepatan pemberian dosis 15
- Nilai delta untuk bagian ujung linier: 1.0
- Penundaan titik akhir 10 detik
- Langkah linier 0,02 m

Formula untuk ALK_{4.3}:

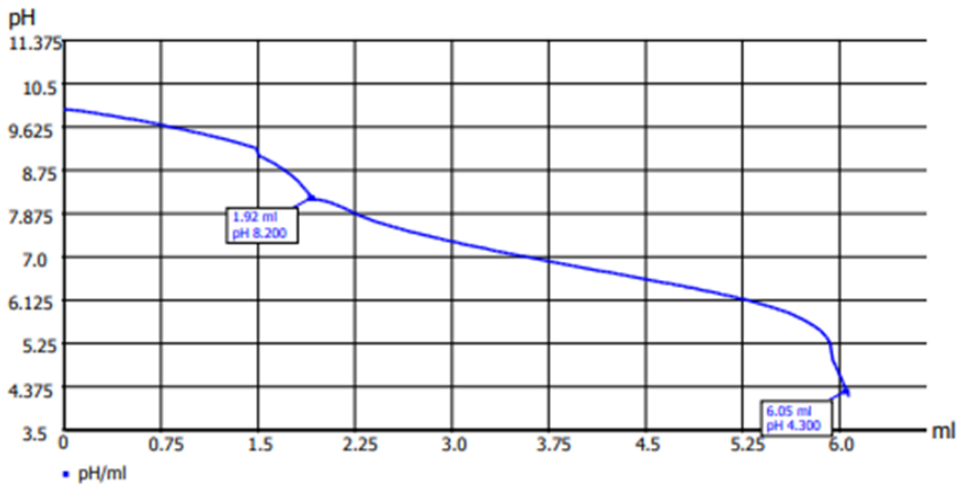
$$\text{Alk.}_{8.2}[\text{mmol/l}] = \frac{\text{EP1} * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{V} * \text{F2}}$$

EP1: Jumlah Titrant yang
Digunakan [ml] pada pH 8.2
T: Konsentrasi Titrant yang Tepat
M: 1
V: Volume sample [ml]
F1: 1000 (conversion mol - mmol)
F2: 1

Formula for the Alk_{4.3}:

$$\text{Alk.}_{8.2}[\text{mmol/l}] = \frac{\text{EP1} * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{V} * \text{F2}}$$

EP2: Jumlah Titrant yang Digunakan
[ml] pada pH 4.3
T: Konsentrasi Titrant yang Tepat
M: 1
F1: 1000 (conversion mol - mmol)
V: Volume sample [ml]
F2: 1

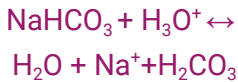
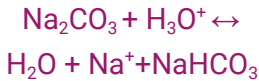


Gambar 56 Sistem kurva titrasi karbonat dengan HCl pada 2 EP

Panduan Titrasi

Titrasi natrium karbonat

Natrium karbonat adalah garam natrium dari asam karbonat. Ia dititrasi dengan asam klorida. Natrium bikarbonat terbentuk pada tahap pertama, yang kemudian dikonversi menjadi asam karbonat pada tahap kedua (Gambar 57).



Satu biasanya dititrasi dengan HCL 0,1 mol/l

Berikut yang harus diperhatikan :

- Dilakukan penentuan titer dengan kalium hidrogen ftalat.
- Elektroda dapat dikalibrasi. Buffer pH 4,01 dan pH 6,87 direkomendasikan. Parameter kalibrasi berfungsi sebagai bukti kondisi elektroda pH. Slope harus >95%

Titrasi berikut Parameter direkomendasikan:

- Titrasi dinamis ke dua titik ekuivalen (EQ)
- Dinamika: datar
- Kecepatan dosis 100%
- Kecepatan titrasi normal (rata-rata)
- Tanpa pengendalian getaran

Dengan natrium karbonat murni, cukup untuk menghitung satu EQ saja. Namun, jika alkali bebas masih ada atau lebih banyak bikarbonat hidrogen melalui masukan CO₂, perbedaan kedua EQ sering dievaluasi.

Formula untuk karbonat dalam g/l

$$\text{CO}_3^{2-}[\text{g/l}] = \frac{\text{EQ1} \cdot \text{T} \cdot \text{M} \cdot \text{F1}}{\text{V} \cdot \text{F2}}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] hingga titik ekuivalen pertama

T: Konsentrasi yang tepat dari titran

M: Berat molar CO₂-
(60,01 g/mol)

V: Volume sampel [ml] F1: 1

F2: 1

Formula untuk hidrogen karbonat dalam G/L

$$\text{HCO}_3^-[\text{g/l}] = \frac{(\text{EQ2} - \text{EQ1}) \cdot \text{T} \cdot \text{M} \cdot \text{F1}}{\text{V} \cdot \text{F2}}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] hingga titik ekuivalen pertama

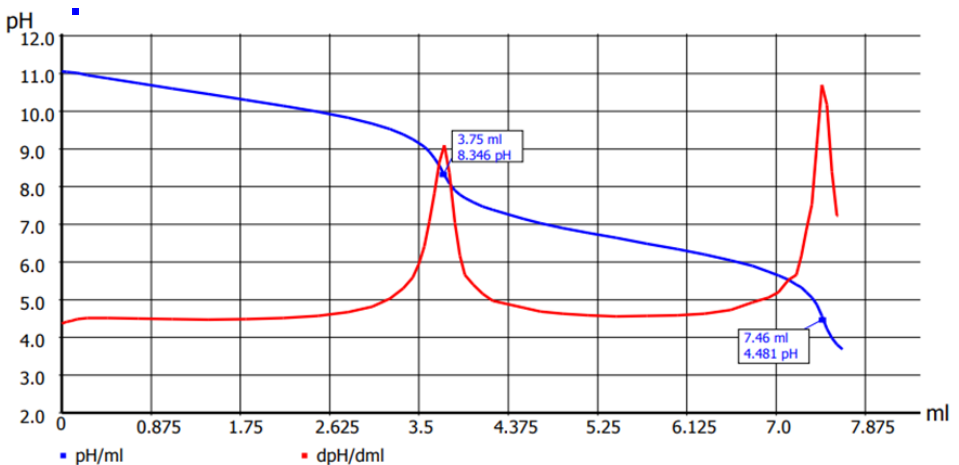
EQ2: Konsumsi titran [ml] hingga titik ekuivalen kedua

T: Konsentrasi yang tepat dari titran

M: Berat molar HC
(61,017 g/mol)

V: Volume sampel [ml] F1: 1

F2: 1



Gbr. 57 Kurva titrasi natrium karbonat dengan dua EQ

Panduan Titrasi

Penentuan basa farmasi sebagai hidroklorida dengan NaOH

Basa farmasi biasanya dititrasi dalam asam asetat dengan asam per-klorida

Metode lain adalah penentuan hidroklorida basa. Untuk ini, sampel dicampur dengan HCl berlebih dan dititrasi dengan NaOH. Karena nilai pKa HCl bebas dan hidroklorida berbeda secara signifikan, maka akan diperoleh dua EQ yang perbedaannya sesuai dengan hidroklorida basa.

Salah satu contohnya adalah penentuan lidokain sebagai hidroklorida. Titrasi dilakukan dalam etanol dengan larutan NaOH (Gbr. 58). Lompatan pertama sesuai dengan jumlah kelebihan HCl (2 ml 0,1 mol/l). Itu perbedaan antara keduanya EQ sesuai dengan hidroklorida dari basa nitrogen. PharmEr menjelaskan metodenya dengan penambahan 5 ml 0,01 molar HCl (atau dalam genap konsentrasi rendah).

Parameter titrasi berikut yang direkomendasikan :

- Titrasi dinamis ke dua titik ekuivalen
- Normal (rata-rata) kecepatan titrasi
- redaman lemah
- Dinamika: curam
- Akhir titrasi: 2 EQ, nilai kemiringan datar

Formula untuk Lidokain dalam %

$$\text{Lidocaine [\%]} = \frac{(\text{EQ2} - \text{EQ1}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{W} * \text{F2}}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen pertama

EQ2: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen kedua

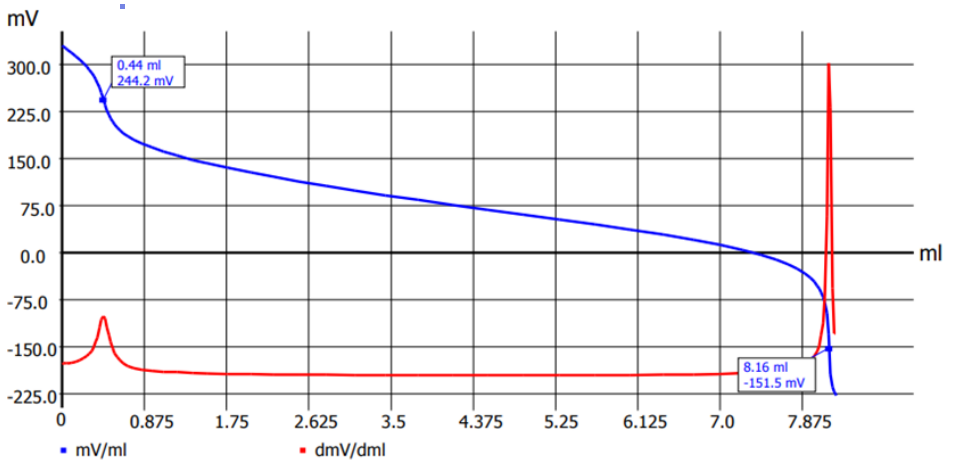
T: Konsentrasi titran yang tepat

M: Berat molar lidokain (234,34 g/mol)

W: Sampel yang ditimbang [g]

F1 : 0,1 (konversi l – ml dan %)

F2: 1



Gambar 58 Kurva titrasi lidokain hidroklorida

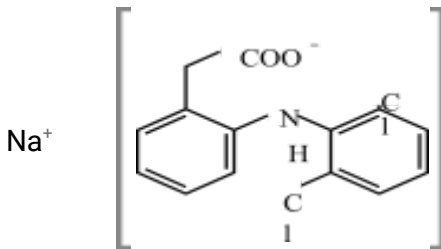
Panduan Titrasi

Penentuan Basis Farmasi Delan Perklorik Asam Dalam Asam Asetat Glasial

Metode Yang Paling Umum Penentuan Pangkalan Farmasi Adalah Langsung Titrasi Delana Asam Perklorat Di Asam Asetat Glasial.

Penentuan titer asam perklorat dilakukan gelan Kalium Hidrogen phthalate. Nilai Kosong Darial Glasial Asam Asetat Harus Ditentukan, Bahkan Jika Farmasi TIDAK BERLUKAN INI. Ph elektroda gannan sudut ground Diafragma Dan Pengisian Lisl Dalam Asam Asetat Glasial Atau Etanol Digunakan Sebagai Elektroda. Di Kami

Contoh, Titrasi Sodium Diklofenak Ditampilkan. Kira -Kira. 0.250 g Dichlophenac Sodium Dilarutkan Dalam Sekitar. 30 ml Asam Asetat Glasial (Gbr. 59 Dan GBR. 60).



Gambar 59 Natrium diklofenak

Berikut Harus Diamati:

- Penentuan Kosong Nilai Asam Asetat Glasial
- Permbangan Kelembaban Dari Molekul
- Kelembaban dalam asam asetat glasial atau pada sampel meratakan melengkung

Karena lompatan sangat jelas, titrasi dinamis dapat dilakukan Hingga Titik Kesetaraan. Kriteria akhir ml memastikan itu Melimpah Kapal Titrasi Tidak Mungkin.

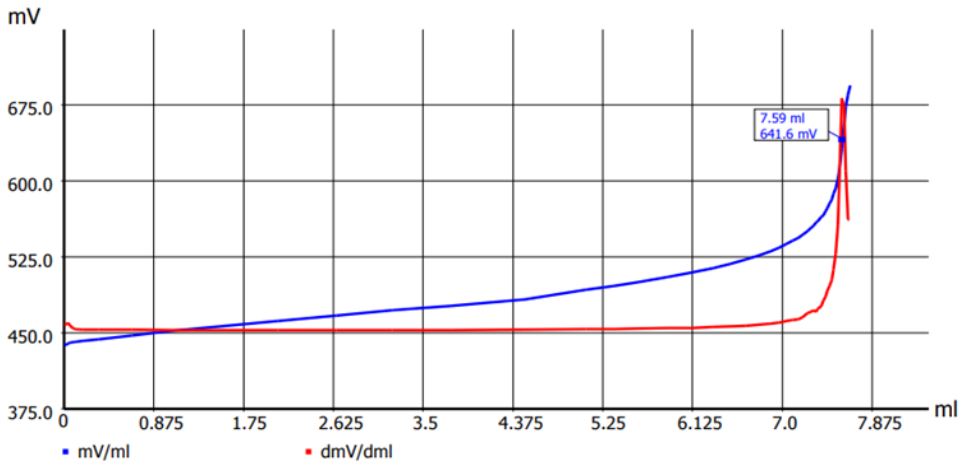
Titrasi BERKUT Parameter Direkomendasikan:

- Titrasi Dinamis, MV
- Dinamika: Rata -Rata
- Kecepatan Pengukuran Normal
- redaman rata -rata
- Titrasi Akhir: 1 Persama, Kemiringan Nilai 300 mV/ml

Formula untuk natrium diklofenak dalam %

$$\text{Lidocaine [\%]} = \frac{(\text{EQ1} - \text{B}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{W} * \text{F2}}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen
B: Nilai kosong dari pelarut
T: Konsentrasi yang tepat dari titran
M: Berat molar diklofenak natrium (318,1 g/mol)
W: Sampel yang ditimbang [g]
F1: 0,1 (konversi l - ml dan %) F2: 1



Gbr. 60 Kurva titrasi natrium diklofenak

Panduan Titrasi

Penentuan asam lemak bebas dalam minyak nabati (FFA)

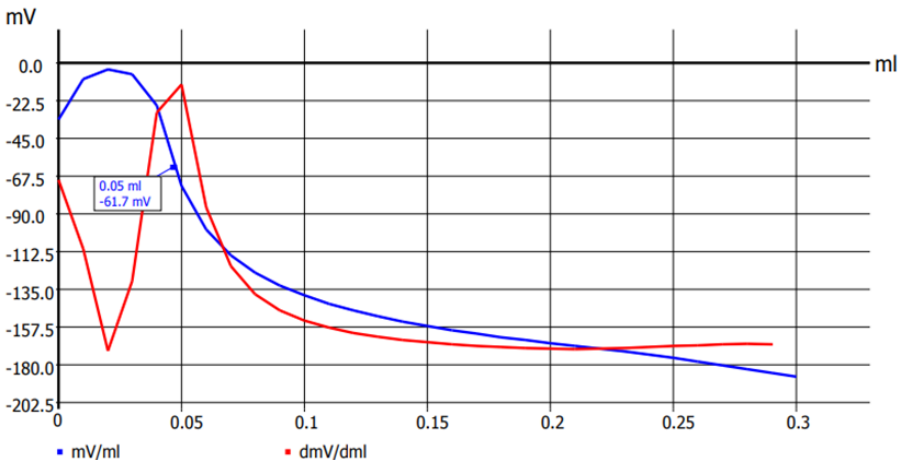
Penentuan asam lemak bebas dalam minyak dan lemak tak jenuh adalah ukuran kesegarannya. Semakin rendah kandungannya, semakin segar minyaknya.

Titration dilakukan dengan KOH dalam isopropanol atau etanol. Etanol/diethyl eter 1:1 digunakan sebagai pelarut. Nilai blanko campuran pelarut harus ditentukan (Gbr. 61). Titration nilai blanko dan sampel dilakukan secara linier. Titration nilai blanko dilakukan dengan konsumsi akhir 0,3 ml dan ukuran langkah 0,01 ml atau 0,02 ml.

Masa tunggu tetap 15 detik cocok untuk nilai kosong. Elektroda pH dengan diafragma ground-joint dan pengisian LiCl dalam etanol digunakan sebagai elektroda.

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Titration linier, mV
- Ukuran langkah 0,05 ml
- Kecepatan pengukuran: Waktu pengukuran 4 detik
Pergeseran 10 mV/menit
Waktu min 7 detik
Waktu maksimal 20 detik
- redaman yang kuat
- Akhir titration: 1 EQ, nilai kemiringan data



Gbr. 61 Campuran pelarut nilai kosong FFA

Formula untuk FFA di mg KOH / g

$$\text{FFA [mg KOH/g]} = \frac{(\text{EQ1}-\text{B}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{W} * \text{F2}}$$

EQ1: Titrant Konsumsi [ML] Sampai Titik Kesetaraan

B: Nilai Kosong Pelarut

T: Konsentrasi Titran Yang Tepat

G: Berat molar koh (56,1 g/mol)

W: Sampel Yang Ditimbang [G]

F1: 1

F2: 1

Sampel untuk FFA Seharusnya Dalam Kisaran 0,2 - 1mg koh/g Pada 10 - 20g Dan Dalam Kisaran 1 - 10mg koh/g Pada 1 - 3G.

Dalam Contoh, FFA Diberikan Sebagai mg koh/g. Dalam Kasus Lain, Namun, Besarnya Referensi Bukan Jumlah Koh, Tetapi Berat Molekul Dari Minyak Titrasi, Biasanya Asam Oleat (Berat molar 282 g/mol) Adalah

Formula untuk FFA dalam % asam

$$\text{FFA [%]} = \frac{(\text{EQ1}-\text{B}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{W} * \text{F2}}$$

EQ1: Titrant Konsumsi [ML] Sampai Titik Kesetaraan

B: Nilai Kosong Pelarut

T: Konsentrasi Titran Yang Tepat

G: Asam Oleat Berat Molar (282.46 g/mol)

W: Sampel Yang Ditimbang [G]

F1: 0,1 (Konversi L - ML Dan %)

F2: 1

Adaptasi Penguat titrasi di media organik adalah Penting. Adaptasi Dari redaman telah terbukti Efisien, Yang Dapat Disesuaikan Metode Parameter Dalam. Itu Redaman Terkuat Disesuaikan Di Sini (Gbr. 62).

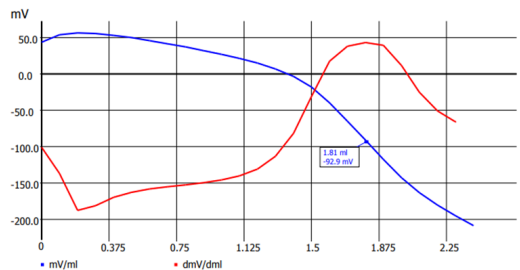


Fig. 62 Titration curves FFA in rapeseed oil

Panduan Titrasi

Penentuan asam dalam minyak (TAN, ASTM 664)

Titrasi asam dalam minyak adalah salah satu aplikasi yang paling sulit. Campuran toluena (50%), isopropanol (49,5%) dan air (0,5%) sering digunakan sebagai pelarut. Titrannya adalah KOH dalam isopropanol. Tantangan untuk pH electrode adalah titrasi dalam media yang hampir tidak mengandung proton atau ion sama sekali. Selain itu, membran kaca ditempati oleh minyak, yang juga memperumit pertukaran [5].

Elektroda pH dengan diafragma sambungan arde digunakan, dengan LiCl dalam etanol sebagai elektrolit. Elektroda harus dibersihkan, dikondisikan dan disesuaikan kembali dengan pelarut setelah setiap titrasi. Untuk itu, elektroda dibilas secara berurutan dengan pelarut yang berbeda:

- 1 minute in toluene or toluene/
isopropanol
- 1 minute in water
- 1 minute in clean toluene/
isopropanol / water.

Penentuan titer dilakukan dengan kalium hidrogen ftalat dan nilai blanko pelarut ditentukan. Nilai blanko dilakukan sebagai titrasi EQ.

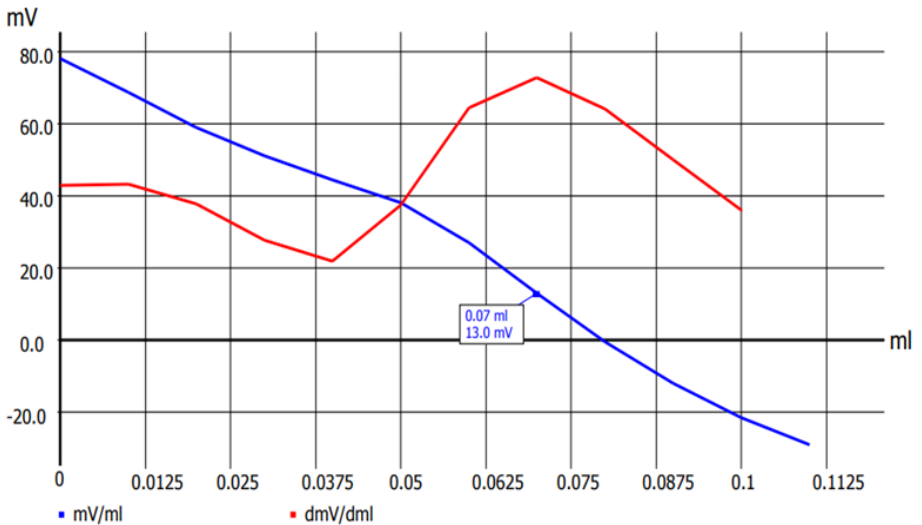
Titrasi nilai blanko dilakukan sebagai titrasi linier dengan ukuran langkah 0,01 ml hingga EQ atau konsumsi sekitar 0,3 ml. Sebaiknya titrasi dilakukan dengan waktu tunggu tetap 10 hingga 20 detik. Pada konsumsi yang lebih tinggi, campuran pelarut harus diganti.

Dalam beberapa kasus, sangat kecil sehingga tidak ada EQ yang dapat dideteksi. Kemudian, seseorang melakukan titrasi dengan langkah yang sangat kecil, misalnya 0,004 ml ke potensi di mana EQ sampel ditemukan.

Gbr. 63 menunjukkan kurva titrasi tipikal untuk nilai blanko campuran pelarut. Di sini, BW cukup tinggi untuk mendeteksi EQ.

Titrasi TAN dilakukan secara linier. Akhir titrasi diatur ke 4 hingga 6 ml atau hingga EQ terdeteksi. Pergeseran sering diparameterkan dengan waktu tunggu tetap 15 detik. Waktu tunggu ini disesuaikan dengan sampel sampai kurva titrasi dihasilkan, yang memungkinkan evaluasi yang jelas dari EQ.

Gbr. 64 menunjukkan kurva titrasi minyak transformator bekas. EQ dapat dievaluasi dengan sangat baik di sini. Untuk oli yang berbeda, kurva titrasi mungkin terlalu dangkal atau terlalu gelisah untuk mendeteksi EQ. Dalam hal ini, seseorang harus melakukan titrasi ke potensial akhir. Potensial yang menyesuaikan pada elektroda dalam buffer berair pH 11 digunakan sebagai potensial akhir.



Gbr. 63 Titrasi nilai kosong TAN

Panduan Titrasi

Parameter titrasi berikut direkomendasikan:

- Titrasi linier, mV
- Ukuran langkah 0,05 ml
- Kecepatan pengukuran: waktu tunggu tetap 15 s atau waktu pengukuran 4 s
Drift 10 mV/menit
Waktu minimal 7 s
Waktu maksimal 20 s
- redaman yang kuat
- Akhir titrasi:
1 EQ, nilai kemiringan datar

Formula for TAN in mg KOH / g

EQ1: Konsumsi penitrasi [ml]
sampai titik ekuivalen

B: Nilai blank pelarut

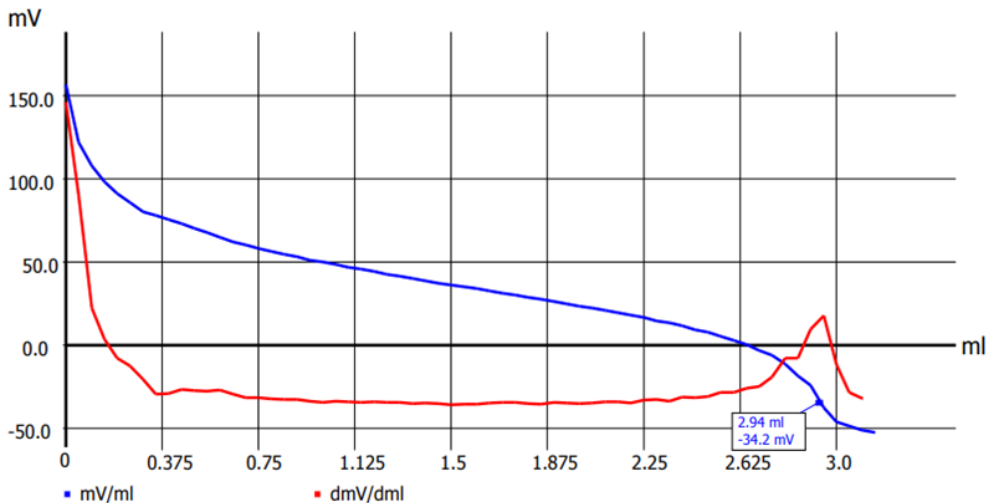
T: Konsentrasi tepat dari penitrasi

M: Berat molar KOH (56,1 g/mol)

W: Sampel ditimbang [g]

F1: 1

F2: 1



Gambar 64 Kurva titrasi TAN dari sampel minyak

Determination of bases in oil (TBN, ISO 3771)

Angka dasar dalam oli, seperti TAN, adalah parameter penjumlahan dan ditentukan menurut ASTM 2896 / ISO 3771.

Elektroda pH dengan diafragma ground-joint dan LiCl dalam asam asetat glasial digunakan sebagai elektrolit. Jika jumlah basa sampel tidak terlalu rendah, dimungkinkan juga untuk bekerja dengan LiCl/etanol. Banyak perekat elektroda tidak tahan terhadap asam asetat. Oleh karena itu, elektrolit LiCl dalam asam asetat glasial hanya boleh diisi ke dalam elektroda yang dimaksudkan untuk tujuan ini.

Pelarut untuk titrasi adalah asam asetat/klorobenzena, titrannya adalah asam perklorat dalam asam asetat glasial. Kalium hidrogen ftalat digunakan untuk penentuan titer. Nilai blanko pelarut harus ditentukan. Hasilnya dihitung sebagai mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan 1 g sampel. Konsumsi tidak boleh melebihi 4-6 ml, jumlah sampel harus disesuaikan.

Aturan praktis untuk jumlah sampel adalah: $g \text{ sampel} = 28 / \text{TBN}$ yang diharapkan. Titrasi TBN dilakukan sebagai titrasi linier. Akhir titrasi diatur ke 4 hingga 6 ml atau hingga EQ terdeteksi (Gbr. 65). Ukuran langkah tidak boleh terlalu kecil, misalnya 0,1 ml.

Titrasi dilakukan sebagai titrasi mV baik yang dikontrol oleh drift atau dengan waktu tunggu tetap 15 - 20 detik.

Panduan Titrasi

Parameter titrasi berikut direkomendasikan:

- Titrasi linier, mV
- Ukuran langkah 0,1 ml
- Mengukur kecepatan: Waktu pengukuran 4s Drift 10mV/mnt
Waktu minimal 7 detik
Waktu maksimal 20 detik
atau waktu tunggu tetap 15-20 detik
- redaman yang kuat
- Akhir titrasi: 1 EQ,
- Nilai kemiringan datar

Formula untuk TBN dalam mg KOH / g

$$\text{TBN [mg KOH/g]} = \frac{(\text{EQ1} - \text{B}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{W} * \text{F2}}$$

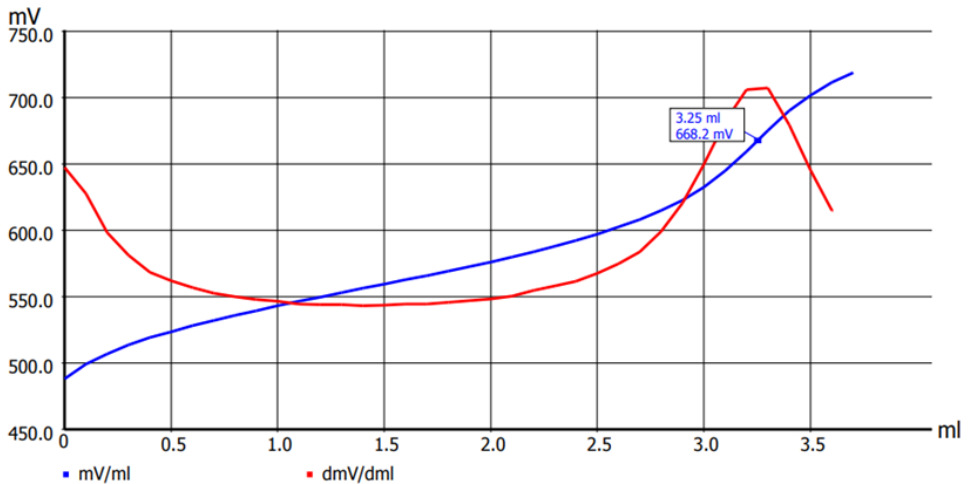
EQ1: Titrasi konsumsi [ml] hingga titik ekuivalen

B: Nilai kosong dari pelarut

T: Konsentrasi titran yang tepat M:
Berat molar KOH (56,1 g/mol) W:
Sampel ditimbang [g]

F1: 1

F2: 1



Gbr. 65 Kurva titrasi TBN

6.2 Titrasi argentometri

Titrisasi argentometri dilakukan dengan perak nitrat sebagai elektroda titran dan perak. Elektroda kombinasi dengan elektroda indikator perak dan elektroda referensi Ag/AgCl biasanya digunakan. Elektrolit referensi harus mengandung ion klorida sesedikit mungkin: KNO₃ 2 mol/l dengan sedikit KCl (0,001 mol/l) disarankan.

Persamaan reaksinya adalah sebagai berikut :



Untuk sampel yang pH-nya konstan atau juga organik pelarut, elektroda perak bisa digunakan yang memiliki elektroda kaca sebagai elektroda referensi. Karena ketahanannya, kaca elektroda terhubung ke indikator mengukur masukan dan elektroda indikator perak input pengukuran referensi.

AgNO₃ digunakan sebagai larutan titrasi. Konsentrasinya bisa 0,001 hingga 0,1 mol/l. Potensi lompatan lebih terasa, yaitu konsentrasi yang lebih tinggi (Nernst hukum) Karena itu adalah presipitasi titrasi, endapan yang terbentuk dapat mencemari elektroda dan mengganggu titrasi. Ini bisa dicegah dengan penambahan polivinil alkohol (1 ml 0,5% solusi PVA). Tambahan seperti itu tidak perlu dengan sangat rendah isi. Titrasi harus diambil tempatkan di lingkungan yang asam sehingga tidak ada perak hidroksida terbentuk. HNO₃ encer cocok untuk pengasaman.

Titrisasi dapat dilakukan keluar dengan sampel dengan klorida isi beberapa ppm - 100%. Tergantung pada klorida konten, jumlah sampel harus disesuaikan:

Kandungan klorida [%] ditimbang sampel [g]

< 0.1	> 10
0.1 – 1	1 – 10
1 – 10	0.1 – 2
10 - 50	0.05 - 0.1
50 – 100	0.05

Panduan Titrasi

Titration of salt in butter

Untuk makanan, persiapan sampel penting untuk menangkap semua klorida. Seringkali sampelnya dihancurkan (juga secara otomatis dengan homogenizer) atau diaduk dalam keadaan panas air.

Sekitar 2-3 g mentega ditimbang, ditambahkan 100 ml air mendidih, 1 ml HNO₃ 1 mol/l ditambahkan, elektroda dan ujung titrasi dicelupkan ke dalam larutan dan titrasi dimulai. Titrasi dilakukan hingga EQ (Gbr. 66). Itu bisa dilihat dari titrasi yang semakin meningkat kurva bahwa indikator Ag elektroda dan elektroda referensi Ag / AgCl digunakan di sini.

Parameter titration below are recommended:

Results are calculated as % NaCl.

- Dynamic titration to the equivalence point
- Dynamics: curam
- Measuring speed:
Measurement time 3 seconds Drift 10 mV/mnt
Minimum time 3 seconds
Maximum time 15 seconds
- No redox
- End of titration:
1 EQ, Tilt value 400

Formula for sodium chloride in %

$$\text{NaCl [\%]} = \frac{(\text{EQ1}-\text{B}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{W} * \text{F2}}$$

EQ1: Consumption of titrant [ml] up to the equivalence point

B: Blank value from solvent

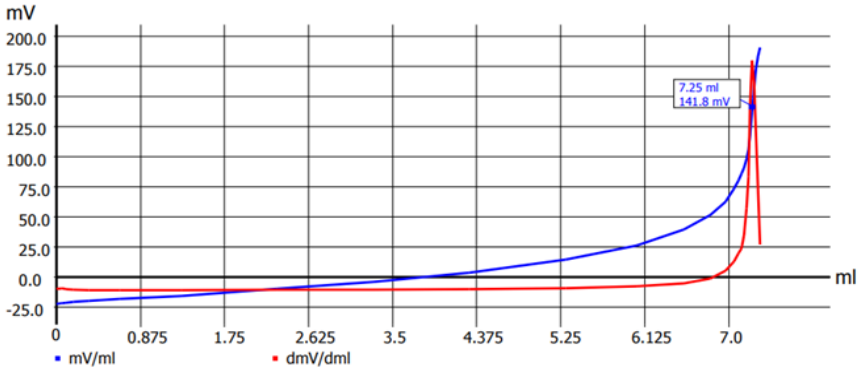
T: Concentration of titrant that is correct

M : Molar weight of NaCl
(58,443 g/mol)

W: Sample that is weighed [g]

F1 : 0,1 (conversion l – ml and %)

F2: 1



Gambar 66 Kurva titrasi klorida dalam mentega

Titrasi klorida di air minum

Hingga 250 mg/l klorida mungkin terkandung dalam air minum, jadi secara signifikan kurang dari mis. di dalam mentega. Titrasi bersifat analog untuk titrasi garam dalam mentega, hanya kemiringan EQ yang harus disesuaikan karena lebih datar melompat.

100 ml air dicampur dengan 1 ml HNO₃ 1 mol/l dan titrasi dimulai. Kurva pada Gambar. 67 menunjukkan titrasi jatuh, tipikal untuk elektroda perak dengan gelas elektroda referensi. Perhitungan dilakukan sebagai mg Cl/l. Ag dan elektroda referensi Ag/AgCl digunakan di sini. Hasilnya dihitung sebagai % NaCl.

Titrasi berikut parameter yang direkomendasikan:

- Titrasi dinamis ke an titik ekivalen
- Dinamika: curam
- Mengukur kecepatan: Waktu pengukuran 3 detik
Drift 10 mV/mnt
Waktu minimal 3 detik
Waktu maks 15 detik
- tidak ada redaman
- Akhir titrasi: 1 EQ, gradien nilai 150 mV/m

Panduan Titrasi

Rumus untuk klorida dalam mg/l

$$\text{Cl}^- [\text{mg/l}] = \frac{(\text{EQ1} - \text{B}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{V} * \text{F2}}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen

B: Nilai kosong dari pelarut

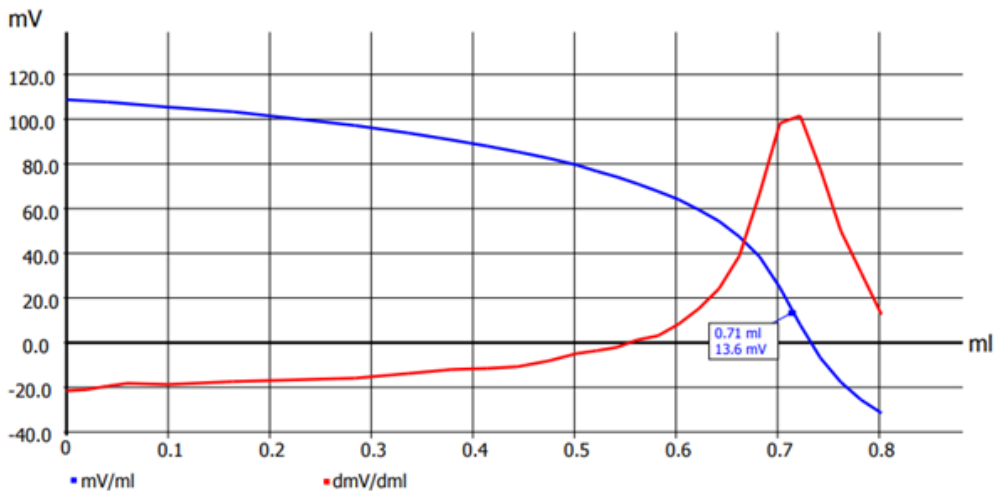
T: Konsentrasi titran yang tepat

M : Berat molar Cl-
(35,45 g/mol)

V: Volume sampel [ml]

F1 : 1000 (konversi g – mg)

F2: 1



Gbr. 67 Kurva titrasi klorida dalam air minum

6.3 Titrasi redoks potensiometri

Dalam titrasi redoks, sampel yang dapat dioksidasi atau direduksi dititrasi dengan zat pengoksidasi atau pereduksi.

Titrasi dengan zat pengoksidasi umumnya menunjukkan kurva titrasi yang meningkat seiring dengan menurunnya zat pereduksi. Penentuan titer titran direkomendasikan. Deteksi dilakukan dengan elektroda indikator platina yang digabungkan dengan elektroda pengarah Ag/AgCl.

Titrasi dapat dilakukan sebagai titrasi langsung atau sebagai titrasi balik.

Dalam titrasi balik, misalnya, kelebihan oksidan ditambahkan dan reagen yang tidak terkonversi dititrasi kembali dengan zat pereduksi. Meskipun titrasi balik menunjukkan kesalahan titrasi bolak-balik, manfaat seperti respons yang lebih cepat dan deteksi yang lebih baik jelas terlihat di latar depan.

Angka yodium untuk karakterisasi lemak dan minyak

Dalam penentuan angka yodium minyak atau lemak, komponen yang dapat dioksidasi dan ikatan rangkap ditentukan. Semakin banyak ikatan rangkap yang dikandung minyak, semakin tinggi angka yodiumnya. Bilangan iodin didefinisikan sebagai jumlah iodin yang dapat ditambahkan ke dalam 100 gram lemak atau minyak.

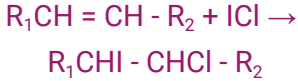
Salah satu bentuk penentuannya dilakukan menurut DIN 53241-1:1995-05 dengan Wijs (pelarut organik, asam asetat, yodium, yodium triklorida). Dalam reaksi hulu, yodium triklorida dan yodium bereaksi menjadi yodium monoklorida. Campuran reaksi harus bersifat anhidrat, jika tidak, yodium monoklorida yang terbentuk akan terurai menjadi HCl, I₂, dan HI



Namun, yodium monoklorida dalam bentuk murni juga tersedia sehingga juga kita dapat menggunakan larutan yodium mono klorida dalam asam asetat glasial (16.2 g / l).

Panduan Titrasi

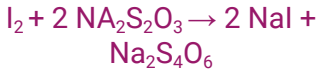
Yodium monoklorida bereaksi dalam penambahan elektrofilik pada ikatan rangkap minyak:



Kelebihan yodium monoklorida diubah dengan KI menjadi I₂:



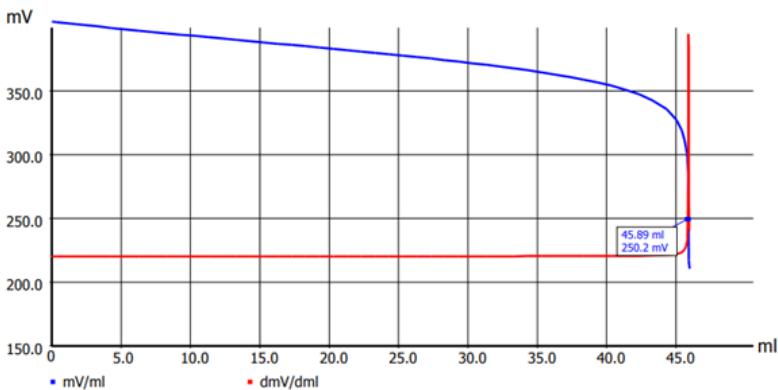
I₂ yang dihasilkan kemudian dititrasi dengan natrium tiosulfat dalam reaksi 1:1:



Yodium mono klorida dilarutkan dalam asam asetat glasial (16,2 g / l), larutan KI berair (25 g / 250 ml), magnesium acetate (asam asetat glasial 45 g / l) digunakan sebagai katalis.

Sampel ditimbang ke dalam labu Erlenmeyer 200 ml, ditambahkan 20 ml asam asetat glasial, 25 ml larutan yodium monoklorida, dan 20 ml larutan magnesium asetat. Labu ditutup, dikocok, didiamkan di tempat gelap selama 5 menit dan ditera setelah penambahan 15 ml larutan KI dan 50 ml aquades (Gbr. 68).

Titrasi nilai blanko dilakukan dalam kondisi yang sama. Karena ini adalah titrasi balik, konsumsi sampel dikurangi dari nilai blanko (Gbr. 69)



Gbr. 68 Kurva titrasi nilai kosong angka yodium

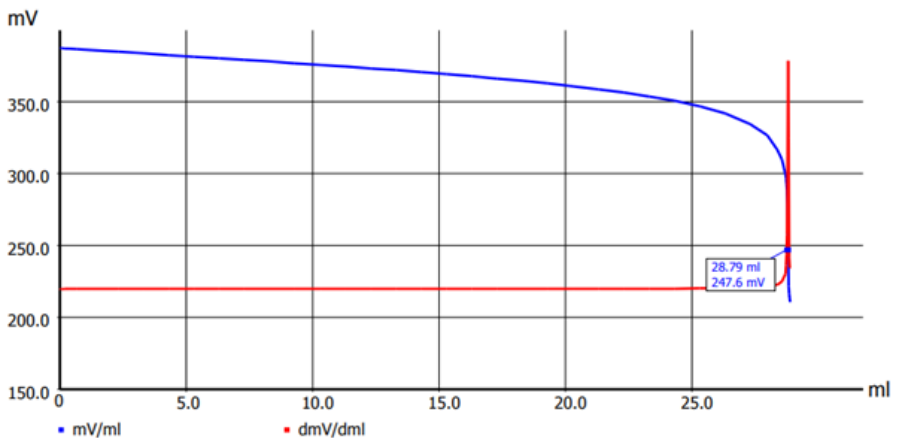
Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan untuk titrasi dan nilai kosong penentuan:

- Titrasi dinamis ke titik ekuivalen
- Dinamika: rata-rata
- Mengukur kecepatan: Waktu pengukuran 3 detik
Drift 10 mV/mnt
Waktu minimal 3 detik
Waktu maks 15 detik
- tidak ada redaman
- Akhir titrasi: 1 EQ, nilai kemiringan 350

Rumus bilangan yodium dalam $\frac{\text{g}}{100\text{g}}$
(yodium) (sampel)

$$IZ = \frac{(B - EQ1) * T * M * F1}{W * F2}$$

B: Konsumsi tanpa sampel
EQ1: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen
T: Konsentrasi titran yang tepat
M: Berat molar I (126,9 g/mol)
W: Sampel yang ditimbang [g]
F1: 0,1 (konversi l – ml dan mengacu pada 100 g)
F2: 1



Gambar 69 Kurva titrasi bilangan yodium minyak zaitun

Panduan Titrasi

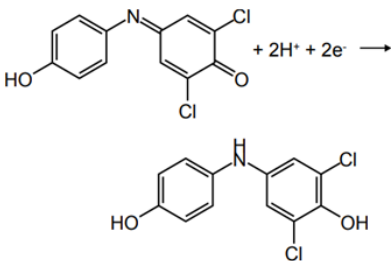
Penentuan kandungan vitamin C dengan DCPIP

Vitamin C ditambahkan ke banyak minuman sebagai antioksidan dan juga ditentukan dengan kandungannya. Banyak vitamin C alami mengandung buah jeruk dan jusnya.

Titrasi asam askorbat = vitamin C dimungkinkan sebagai titrasi redoks dengan DCPIP (diklorofenol-indofenol) (Gbr. 70). Asam askorbat mereduksi disodium DCPIP (reagen Tillmann), reaksi 1:1. Saat potensial redoks turun selama titrasi dan kemudian meningkat lagi, langkah besar awalnya diberi dosis sebelum titrasi dilanjutkan secara linier. DCPIP biru dihilangkan warnanya selama titrasi.

Karena DCPIP tidak terlalu stabil, titer ditentukan dengan asam askorbat yang baru dilarutkan dalam titrasi pertama. Gambar 71 dan 72 menunjukkan kurva titrasi dengan perhitungan untuk penentuan titer dan titrasi sampel.

Untuk pembuatan larutan DCPIP, 163,1 mg DCPIP ditambahkan ke dalam 250 ml air dan diaduk pada suhu 50°C selama 20 menit. Larutan kemudian disaring, dipindahkan ke labu ukur 500 ml, ditambahkan 50 mg KHC₃O₃ (untuk stabilisasi) dan diisi hingga 500 ml. Untuk penentuan titer, larutan asam askorbat yang baru disiapkan digunakan: 50 mg asam askorbat dilarutkan dalam air dalam labu ukur 100 ml, 10-20 ml larutan asam oksalat (100 g/l) ditambahkan dan diisi hingga 100 ml

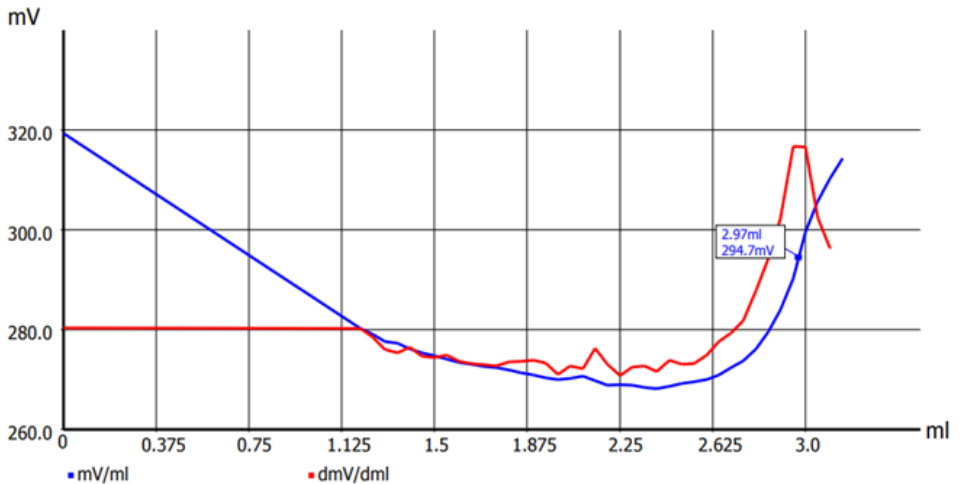


Gambar 70 Reaksi redoks DC

Untuk penentuan titer, 10 ml larutan asam oksalat (100 g/l), 15 ml air suling dan 1 ml larutan natrium asetat (100 g/l) dimasukkan ke dalam gelas kimia, 1 ml larutan asam askorbat ditambahkan dan dititrasi dengan larutan DCPIP.

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Titrasi linier ke titik ekuivalen
- Ukuran langkah: 0.05 ml
- Kecepatan pengukuran: Waktu pengukuran 2 detik Pergeseran 40 mV/menit
Waktu minimum 5 detik
Waktu maksimum 10 detik
- Pra-titrasi 1,2 ml, waktu tunggu 10 detik
- tidak ada redaman
- Akhir titrasi: 1 EQ, nilai kemiringan 80



Gbr. 71 Penentuan titer DCPIP dengan asam askorbat

Panduan titrasi

Untuk titrasi jus sampel, 0,5 - 5 g sampel dicampur dengan 40 ml oksalat larutan asam (100 g/l) dan 1 ml larutan natrium asetat (100 g/l). 40 ml air ditambahkan setelah 5 menit dan dititrasi dengan DCPIP (Gbr. 72).

Titrasi berikut parameter yang direkomendasikan:

- Titrasi linier ke an titik ekuivalen
- Ukuran langkah: 0,05 ml
- Mengukur kecepatan: waktu tunggu tetap 7 detik
- Tidak ada redaman
- Akhir titrasi: 1 EQ, nilai kemiringan 80

Formula untuk asam askorbat mg/100g

$$\text{Ascorbic acid [mg/100g]} = \frac{(EQ1-B) * T * M * F1}{W * F2}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen

B: Nilai kosong dari pelarut

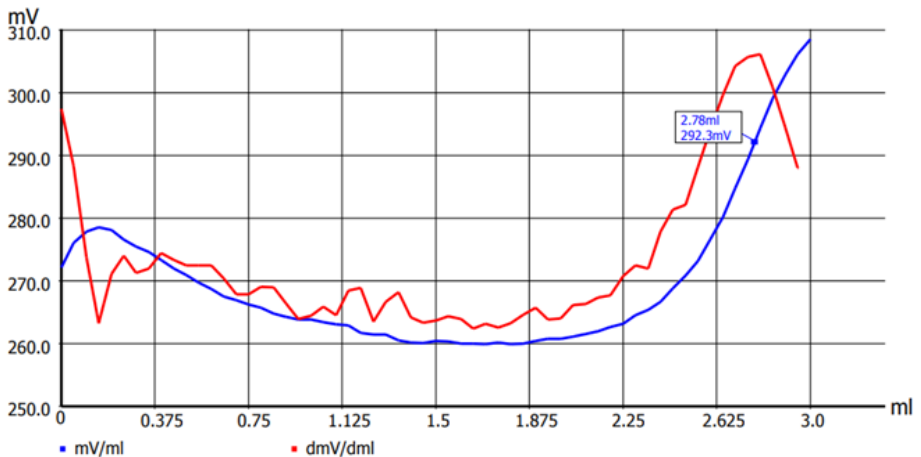
T: Konsentrasi titran yang tepat

M: Massa molar asam askorbat (176,12 g/mol)

W: Standar sampel/sampel yang ditimbang

F1 : 100 (konversi l – ml, g – mg, mengacu pada 100 g)

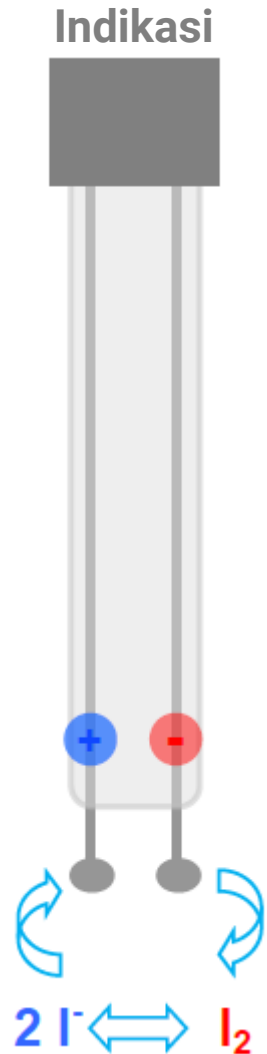
F2: 1



Gbr. 72 Titrasi asam askorbat dalam minuman

6.4 Titrasi Berhenti Mati

Titration Dead Stop dapat digunakan ketika terjadi pasangan redoks yang dapat dibalik. Contoh yang penting adalah titrasi dengan yodium. Deteksi dengan elektroda platina ganda berlangsung jauh lebih cepat daripada deteksi potensiometri dengan elektroda redoks platina. Pada titik akhir titrasi, ion iodin dan iodida hadir dalam larutan. Dua anion iodida bermigrasi ke anoda dan melepaskan dua elektron di sana. Di katoda, iodin menyerap dua elektron dan bereaksi membentuk dua ion iodida. Dengan tegangan yang diberikan (rendah) (sekitar 100 mV), arus mengalir, yang dapat dideteksi (Gbr. 73).



73 Reaksi redoks yang dapat dibalik dari iodin

Panduan titrasi

Penentuan iodometri langsung dari vitamin C

Titrasi iodometri asam askorbat biasanya dilakukan sebagai titrasi Dead Stop. Ini adalah titrasi biasa untuk banyak minuman. Karena ion sulfat juga dapat hadir dalam minuman, mereka harus diubah dengan glioksal.

50 ml sampel dan 2 ml larutan glioksal (40% dalam air, diatur ke pH 7 dengan NaOH) dimasukkan ke dalam beaker. Setelah 5 menit, 5 ml sulfur 25% asam ditambahkan dan dititrasi dengan 0,01 mol/l larutan yodium. Itu konten dihitung sebagai askorbat asam mg / l.

Dalam contoh kita (Gbr. 74), file kandungan asam askorbat buah jus ditentukan. Penentuan iodometri menawarkan - meskipun selektivitasnya lebih rendah - beberapa keuntungan dibandingkan titrasi dengan DCPIP:

Larutan yodium secara signifikan lebih stabil titernya daripada DCPIP solusi, tambahan yodium solusi standar yang tersedia dalam berbagai konsentrasi.

Titrasi berikut parameter yang direkomendasikan:

- Titrasi Berhenti Mati
- langkah linier: 0,02 ml
- Pra-titrasi: 0,1 ml
- Kecepatan dosis: 20%
- Arah titrasi: meningkat
- Mengukur kecepatan: waktu tunggu tetap 1 detik
- Tegangan polarisasi 100 mV
- Titik akhir delta: 2,0 μ A
- Akhir titrasi: 2,5 μ A
- Penundaan titik akhir: 5 detik

Rumus untuk asam askorbat mg/l

$$\text{Ascorbic acid [mg/l]} = \frac{(EP1 - B) * T * M * F1}{V * F2}$$

EP1: Konsumsi titran [ml] sampai titik akhir

B: Nilai kosong dari pelarut

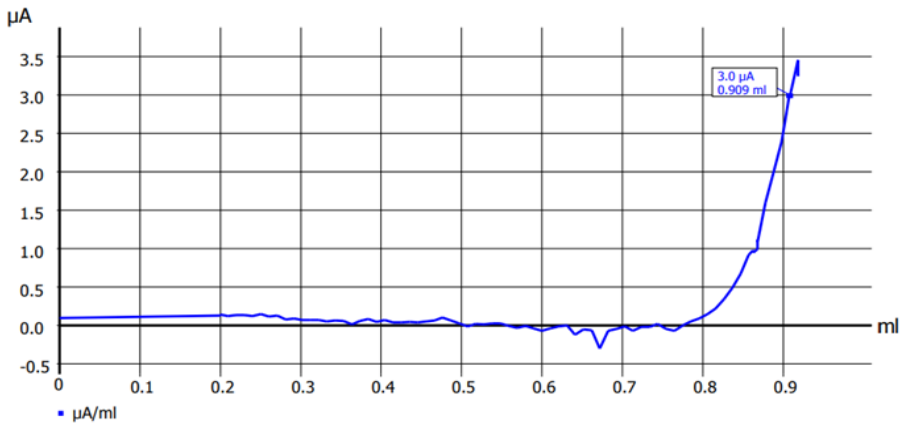
T: Konsentrasi titran yang tepat

M: Asam askorbat berat molar (176,12 g/mol)

V: Volume sampel [ml]

F1 : 1000 (konversi g – mg)

F2: 1



Gbr. 74 Kurva titrasi asam askorbat dengan yodium

Penentuan kandungan SO₂ dalam anggur

Anggur dilindungi dari oksidasi dengan menambahkan SO₂. Oleh karena itu, SO₂ bebas dan SO₂ terikat dibedakan.

SO₂ bebas ditentukan dengan menambahkan 3 ml asam sulfat 10%,

30 mg Na₂EDTA dan 10 ml larutan KI (5%) ke dalam 50 ml sampel dalam gelas kimia dan segera dititrasi dengan yodium. Total SO₂ ditentukan dengan menambahkan 8 ml 4 mol/l NaOH ke dalam 50 ml sampel dan menunggu selama 5 menit. Kemudian 10 ml asam sulfat 10% ditambahkan dan dititrasi segera dengan yodium.

Titer larutan yodium dapat ditentukan dengan larutan tiosulfat (Gbr. 75). Jika terdapat asam askorbat dalam sampel, jumlah semua reduktor dititrasi dalam aplikasi ini. Asam askorbat dapat ditentukan setelah penambahan seperti yang dijelaskan pada bagian "Penentuan iodometri langsung vitamin C" menurut reaksi SO₂ dengan glioksal.

Panduan titrasi

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Langkah linier: 0,02 ml
- Pra-titrasi: tidak ada
- Kecepatan dosis: 20 %
- Arah titrasi: meningkat
- Mengukur kecepatan: waktu tunggu tetap 1 detik
- Tegangan polarisasi 100 mV
- Titik akhir delta: 1,0 μA
- Akhir titrasi: 2,0 μA
- Penundaan titik akhir: 5 detik

Formula untuk SO_2 dalam mg/l

EP1: Konsumsi titran [ml] sampai titik akhir

B: Nilai kosong dari pelarut

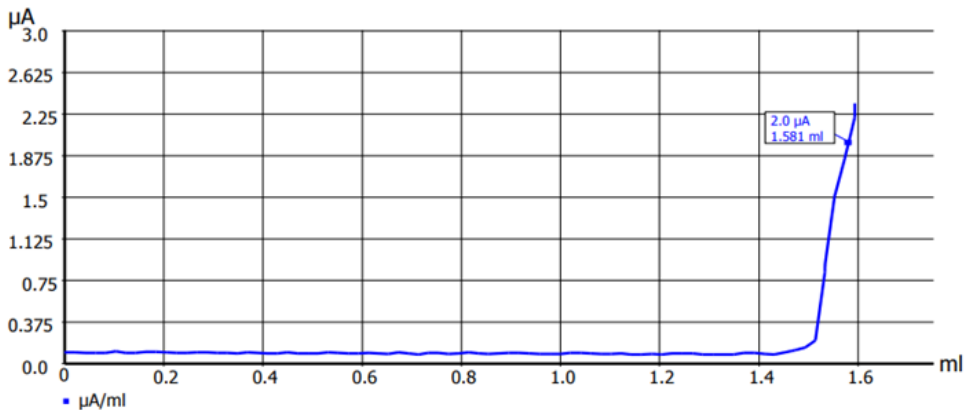
T: Konsentrasi titran yang tepat

M: Berat molar SO_2
(64,06 g/mol)

V: Volume sampel [ml]

F1 : 1000 (konversi g – mg)

F2: 1



Gambar 75 Kurva titrasi SO_2 dalam anggur

6.5 Titrasi kompleksometri

Kompleksometri memungkinkan penentuan berbagai ion logam. Kompleks khelat memiliki stabilitas yang lebih tinggi daripada kompleks dengan beberapa ligan yang lebih kecil karena dua alasan:

- Satu molekul, bukannya beberapa ligan kecil yang bereaksi dengan atom pusat (efek entropi)
- Jika ikatan bebas, atom pusat logam masih tetap terikat

Na₂EDTA

disodium-ethylene-diethylene-asam asetat tetra sering digunakan. Kestabilan kompleks di sana tergantung pada pH. Semakin tinggi nilai pH, semakin stabil kompleks tersebut. Dalam larutan asam, semakin sedikit asam yang terdisosiasi memberikan kemungkinan kompleksasi yang lebih sedikit. Ketergantungan pH dari stabilitas kompleks dapat dieksploitasi selama titrasi. Kompleks yang stabil masih dapat dititrasi dalam asam, sedangkan kompleks yang kurang stabil membutuhkan nilai pH yang tinggi.

Pada nilai pH yang tinggi, pembentukan hidroksida merupakan reaksi yang kompetitif. Pekerjaan ini sering dilakukan dalam larutan amonia.

Deteksi titrasi dilakukan dengan elektroda indikator peka ion (ISE) dan elektroda pengarah Ag/AgCl (biasanya terpisah), lebih disukai dengan diafragma platina

Panduan titrasi

Kalsium dan magnesium dalam air minum

Dalam air minum, kalsium dan magnesium membentuk kesadahan permanen air sebagai kation. Penentuan kesadahan air merupakan parameter penting kimia air. Kalsium dan magnesium dapat ditentukan bersebelahan dengan Na_2EDTA dan elektroda peka kalsium.

Dua lompatan potensial terjadi selama titrasi (Gbr. 76). Bentuknya dapat dipengaruhi oleh nilai pH dan penambahan zat pengompleks tambahan. Pada nilai pH yang sangat tinggi, kompleks Mg yang lebih lemah juga stabil dan perbedaan potensial antara kompleks Ca dan Mg sangat rendah. Ini berarti bahwa pertama-tama bentuk kompleks Ca yang lebih kuat, tetapi lompatan Mg segera menyusul.

Derivasi pertama karena itu hanya menunjukkan lompatan datar pertama untuk kalsium. Hanya setelah magnesium, jika tidak ada logam lain, muncullah lompatan yang kuat.

Jika nilai pH menurun, kompleks Mg menjadi kurang stabil dan lompatan Ca lebih jelas. Derivasi pertama menunjukkan puncak dengan ketinggian yang kira-kira sama. Jika nilai pH terlalu rendah, Mg tidak lagi terdeteksi, tetapi kompleks Ca juga menjadi kurang stabil, potensi loncatan akan semakin mendatar.

Dalam praktiknya, satu titrasi pada nilai pH sekitar pH 8-9. Acetyl-acetone dan TRIS ditambahkan sebagai agen pengompleks tambahan.

Dalam titrasi air keran, Sampel sebanyak 100,00 ml dipipet ke dalam gelas kimia 150 ml. 15 ml TRIS/penyangga asetilaseton (20,4 g TRIS dan 12 ml asetil aseton sampai 1000 ml) ditambahkan dan dititrasi dengan 0,05 mol/l EDTA.

Elektroda indikator Ca-ISE dan elektroda referensi Ag/AgCl dengan diafragma platinum digunakan sebagai elektro

The following titration parameters are recommended:

- Titrasi dinamis
- Dinamika: datar
- Kecepatan pemberian dosis 100
- Kecepatan pengukuran: Waktu pengukuran 4 detik Pergeseran 5 mV/menit
- Waktu minimum 5 detik
- Waktu maksimal 12 detik
- tidak ada redaman
- Akhir titrasi: 2 EQ,
- nilai kemiringan 120

Formula for calcium oxide [mg/l]

$$\text{CaO [mg/l]} = \frac{(\text{EQ1}-\text{B}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{V} * \text{F2}}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen
 B: Nilai kosong dari pelarut
 T: Konsentrasi yang tepat dari titrant

M: Massa molar CaO (56,08 g/mol)
 V: Volume sampel [ml]
 F1: 1000 (konversi g - mg) F2: 1

Formula untuk magnesium oksida [mg/l]

$$\text{MgO [mg/l]} = \frac{(\text{EQ1}-\text{EQ2}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{V} * \text{F2}}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] hingga titik ekuivalen pertama
 EQ2: Konsumsi titran [ml] hingga titik ekuivalen kedua
 B: Nilai kosong dari pelarut
 T: Konsentrasi yang tepat dari titran M: Massa molar MgO (40,32 g/mol)
 V: Volume sampel [ml]
 F1: 1000 (konversi g - mg) F2: 1

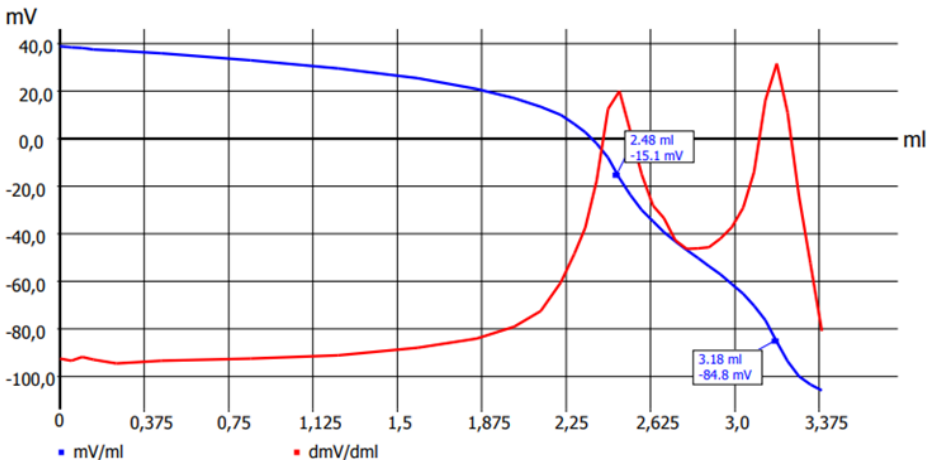


Fig. 76 Titration curve drinking water

Panduan titrasi

Kesadahan total dalam air minum

Jika kekerasan total akan ditentukan, seringkali masuk akal untuk hanya memiliki satu lompatan dalam kurva titrasi (Gbr. 77). Dalam hal ini, jumlah semua logam ditentukan. Elektroda indikator Cu-ISE (elektroda keadaan padat) dan elektroda referensi Ag/AgCl dengan diafragma platina digunakan sebagai elektroda indikator. Agar semua logam dapat dideteksi, ditambahkan $\text{Cu}(\text{NH}_4)_2\text{EDTA}$ 0,1 mol/l sebagai indikator. Dengan isi yang sangat kecil ($<0,1$ °dH), nilai kosong harus ditentukan.

Hampir semua ion logam divalen dapat dititrasi dengan cara yang sama. Kesadahan air saat ini diberikan terutama dalam mmol/l ion alkali tanah. Dari sini mudah untuk menghitung kesadahan air dalam satuan lain seperti °dH atau °fH.

Sebanyak 5 ml ammonium klorida/buffer ammonia pH 10 ditambahkan ke dalam 100 ml sampel dan ditambahkan 1 ml indikator $\text{Cu}(\text{NH}_4)_2\text{EDTA}$ 0,1 mol/l, kemudian dititrasi dengan Na_2EDTA 0,05 mol/l.

Parameter titrasi berikut direkomendasikan:

- Titrasi dinamis
- Dinamika: datar
- Kecepatan dosis 100%
- Kecepatan pengukuran: Waktu pengukuran 4 detik Drift 3 mV/mnt
Waktu minimal 5 detik
Maks waktu 12 detik
- Tidak ada redaman
- Akhir titrasi: 1 EQ, nilai kemiringan 120 mV/ml

Rumus untuk kesadahan air [mmol/l]

$$\text{Water hardness [mmol/l]} = \frac{(\text{EQ1} - \text{EQ2}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{V} * \text{F2}}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen

B: Nilai kosong dari pelarut

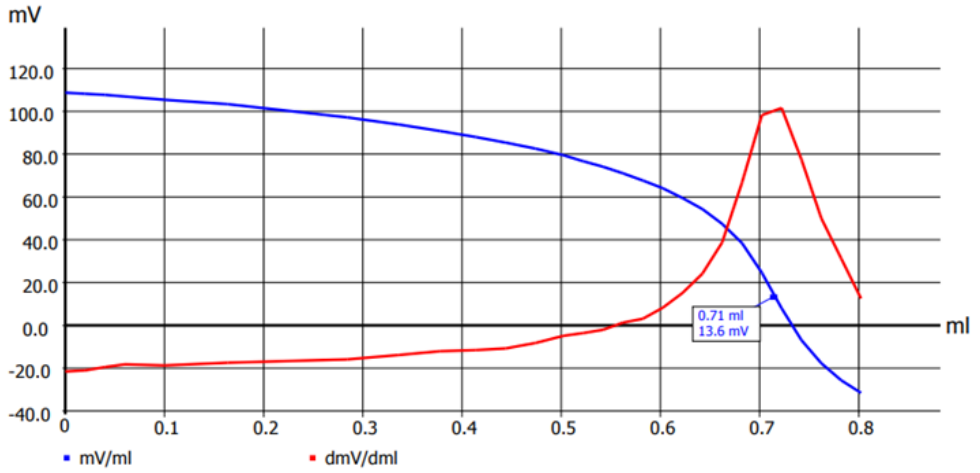
T: Konsentrasi yang tepat dari titran [mol/l]

M: 1

V: Volume sampel [ml]

F1 : 1000 konversi g – mg

F2: 1



Gbr. 77 Kurva titrasi air minum

Panduan titrasi

6.6 Penentuan bobot molekul dengan titrasi

Titrasi biasanya merupakan metode untuk penentuan kuantitatif sampel yang telah diketahui. Metode ini juga dapat digunakan untuk penentuan ukuran zat jika kandungan sampel diketahui dengan jelas dan tepat.

Kasus yang paling sederhana adalah pembalikan rumus penghitungan untuk penentuan asam salisilat :

$$\text{Salicylic acid [\%]} = \frac{\text{EQ} * \text{T} * \text{M} *}{\text{W} * \text{F2}}$$

EQ: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen

T: Konsentrasi yang tepat dari titran [mol/l]

M: Berat molar [g/mol] W: Volume

F1: 0,1 (konversi l-ml dan %) F2: 1

Rumus ini menunjukkan keasaman dalam % larutan asam salisilat yang memiliki berat molekul 138.12. Namun, jika kandungannya diketahui dengan sangat akurat (karena ada senyawa murni), berat molekul dapat dihitung dari konsumsi:

$$\text{Molar mass [g/mol]} = \frac{\text{W} * \text{F2} * [\%]}{\text{EQ} * \text{T} * \text{F1}}$$

W: Volume

[%]: Kandungan dalam %

EQ: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen

T: Konsentrasi yang tepat dari titran [mol/l]

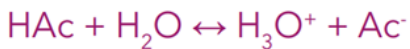
F1: 0,1 (konversi l-ml dan %) F2: 1

Jika suatu senyawa dibuat dalam bentuk murni, berat molekulnya dapat ditentukan dengan cara ini. Aplikasi yang paling umum tentu saja adalah penentuan air kristal suatu molekul, karena berat molekul berubah secara signifikan dengan air kristal.

6.7 Penentuan nilai pKs

Parameter spesifik zat lebih lanjut dapat ditentukan dari kurva titrasi: nilai pKs (kekuatan asam), nilai pKb (kekuatan basa), konstanta stabilitas kompleks, produk kelarutan, konstanta stabilitas, dan ekuilibrium ekstraksi.

Sebagai contoh, kemungkinan sederhana berfungsi untuk penentuan nilai pKs:



Pada titik pada kurva titrasi di mana ion HAc dan asetat

Nilai kemudian ditentukan dari Di sini, asam asetat HAc adalah contoh asam monobasa yang terdisosiasi dalam air menjadi ion hidronium dan anion asetat dalam jumlah kecil. Konsentrasi air dianggap konstan dalam larutan encer dan termasuk dalam konstanta kesetimbangan._____

$$K_s = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+] * [\text{Ac}^-]}{[\text{HAc}]}$$

memiliki konsentrasi yang sama, pH sama dengan nilai pKs:

$$\text{pH} = \text{pK}_s$$

Titik ini, titik setengah netralisasi (HNP), dapat dibaca dari kurva titrasi (Gbr. 78).

$$\text{pK}_s = \text{pH} - \log \frac{[\text{Ac}^-]}{[\text{HAc}]}$$

Dalam metode untuk menentukan nilai pKs, titik ekuivalen ditentukan terlebih dahulu. Nilai pKs

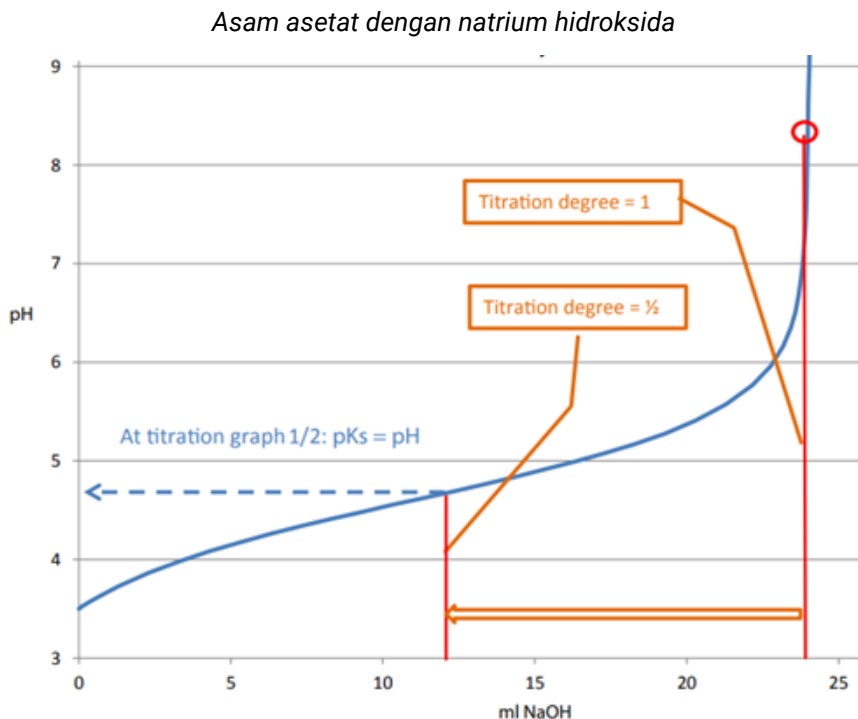
Panduan titrasi

Namun, nilai pKs yang diperoleh masih memiliki kesalahan kecil. Untuk menentukan nilai pKs suatu asam secara akurat, faktor lain harus dipertimbangkan, misalnya:

- Sifat elektroda (Kemiringan, titik nol, penyimpangan dari perilaku teoritis dalam asam dan basa)

- Aktivitas ion sebagai pengganti konsentrasi
- Evaluasi area kurva yang lebih besar daripada titik data individual

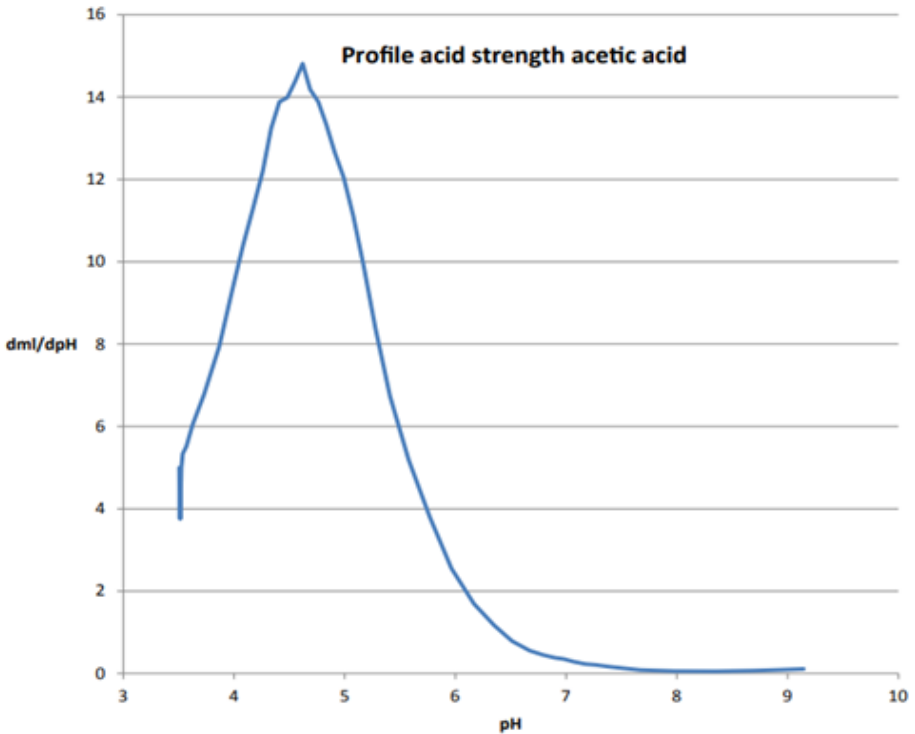
Perangkat lunak khusus (mis Hyperquad) digunakan untuk evaluasi



Gambar 78 Representasi grafis dari nilai pKs dari titik HNP

Varian yang menarik adalah representasi ulang profil asam. Nilai pH dari kurva titrasi diplot pada sumbu x dan hasil bagi dml/dpH pada sumbu y, mirip dengan gradien kurva titrasi, hanya saja ditransfer ke sumbu normal pH-y. Nilai pKs dapat dikenali sebagai nilai maksimum (Gbr. 79).

Keuntungan dari representasi ini terlihat jelas dalam aplikasi di mana terdapat beberapa asam atau pusat asam dalam molekul. Dalam semua kasus, masuk akal untuk memiliki lebih banyak titik data di bagian datar titrasi. Oleh karena itu, titrasi dinamis tidak cocok dan titrasi linier adalah metode pilihan.



Gbr. 79 Representasi grafis dari kekuatan asam dengan nilai pKs sebagai maksimum

6.8 Titrasi status pH

Titration status pH dapat mencakup aplikasi yang sangat berbeda. Bahkan potensi analog dari sensor lain dapat dijaga konstan.

Aplikasi yang umum adalah :

- Titrasi enzimatis yang melepaskan proton.
- Reaksi ekstraksi, misalnya sampel tanah yang komponen asam basa dilepaskan selama 24 jam oleh asam.
- Studi stabilitas, misalnya beton pada nilai pH yang sangat rendah, untuk mendapatkan gambaran tentang perilaku korosi.
- Pertumbuhan kristal, di mana ion-ion, yang dihilangkan melalui kristalisasi dari larutan, disuplai secara terus menerus agar selalu mendapatkan konsentrasi yang sama.
- Reaksi netralisasi dalam jangka waktu yang lama.

titik untuk dokumentasi. Seseorang juga melakukan titrasi di antara interval ini dan pH dijaga konstan.

Titration dibagi menjadi fase; fase pengaturan di mana pH awal harus terlebih dahulu tercapai, di mana reaksi berlangsung secara optimal dan a Fase status di mana ditentukan nilai pH yang ditentukan atau nilai yang diukur yang ditentukan atau nilai terukur harus dipertahankan (Gbr. 81).

Hal-hal berikut ini dapat dikonsultasikan sebagai hasilnya:

- Total konsumsi [ml]
- Konsumsi Stat
- fase tanpa fase pengaturan [ml]
- Gradien dari fase Stat konsumsi per waktu [ml / s] atau [mmol/s]

Durasi fase stat dimulai ketika nilai pH dari reaksi tercapai. Dua berbeda waktu yang berbeda dapat diatur sebagai variabel waktu; total durasi titrasi dan interval untuk dokumentasi. Durasi total adalah periode dimana pH nilai pH dijaga konstan. Waktu interval menentukan jumlah titik pengukuran untuk dokumentasi. Seseorang juga melakukan titrasi antara interval ini dan pH dijaga tetap konstan.

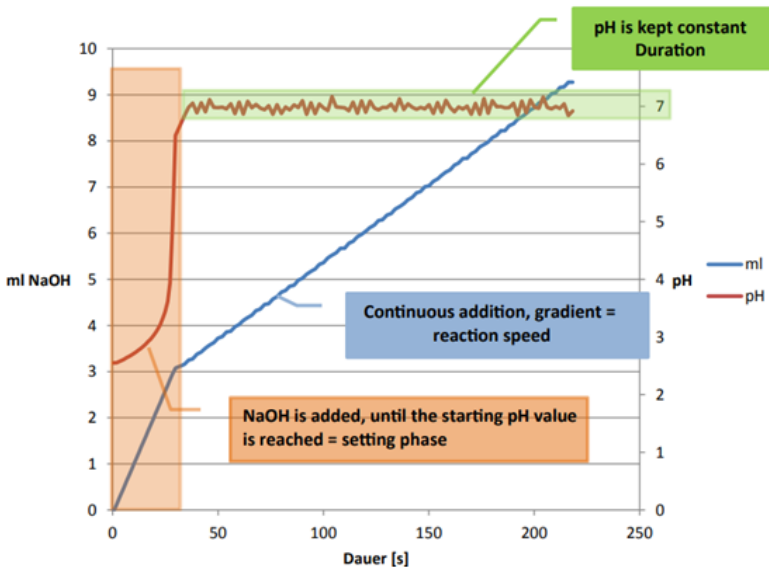
Jika titrasi memakan waktu 24 jam, itu dicatat setiap lima menit. 288 triplet nilai dengan konsumsi [ml], waktu [s] dan nilai pH [pH] diperoleh.

Gambar 80 menunjukkan bagian data titrasi Stat pH dari Gambar 81 dengan frekuensi perekaman dua detik. Nilai pH sekitar pH 7,00 dijaga konstan.

Nilai pH dijaga sangat konstan rata-rata antara nilai waktu dan volume yang terdokumentasi.

Time [s]	NaOH [ml]	pH value [pH]
...
44.013	3.509	6.905
46.014	3.574	7.116
48.016	3.624	6.984
50.018	3.724	6.977
52.02	3.759	6.987
54.021	3.857	6.957
56.023	3.874	7.043
58.024	3.974	6.874
60.025	4.024	7.073
62.026	4.106	6.867
64.028	4.174	7.089
...

Gambar 80 tabel pH-Stat dengan interval 2 detik



Gambar 81 Kurva titrasi pH-Stat dengan fase-fase titrasi Stat pH

Panduan titrasi

6.9 Titrasi gran

Titration Gran kembali pada dua publikasi oleh Gunnar Gran [7], [8]. Hal ini didasarkan pada linierisasi kurva titrasi.

Basisnya adalah persamaan Nernst:

$$E = E^0 + \frac{R \cdot T}{z_e \cdot F} \cdot \ln \frac{a_{ox}}{a_{red}}$$

- E Elektroda potensial
- E° Potensial elektroda standar
- R Konstanta gas universal atau molar R = 8,314 J mol⁻¹ K⁻¹
- T suhu absolut (= Suhu dalam Kelvin)
- ze Jumlah elektron yang ditransfer (juga nomor ekuivalen)
- F konstanta Faraday,
- F = 96485,34 C mol⁻¹
- a Kegiatan mitra redoks masing-masing

kesetimbangan asam/basa adalah terkandung dalam persamaan di a bentuk logaritma. Sebuah eksponensial notasi sehingga mengarah ke linierisasi kurva titrasi. Jadi jika, dengan mempertimbangkan koreksi volume, titrasi dari basa dengan asam kuat dihitung sesuai dengan rumus

$$(Start\ volume + titration\ volume) \cdot 10^{pH}$$

(dan nilai tertinggi diskalakan ke 1), garis lurus hijau di Gambar 82 diperoleh. Sang "Nenek" nilai tidak mencapai nilai "0", tetapi mereka menjadi sangat kecil. Jika garis lurus sekarang ditempatkan melalui fungsi Gran sampai sebelum kesetaraan titik, garis Gran akan berpotongan sumbu x tepat di titik ekuivalen. Nilainya juga bisa diekstrapolasikan secara linear, yaitu titrasi tidak harus mencapai titik ini kemudian. Keuntungan tentu saja gangguan nanti" tidak termasuk.

Analoginya, kelebihan dari asam klorida dapat dihitung kembali ke persamaan terakhir titik dengan fungsi Gran, in bahwa nilai pH digunakan sebagai a eksponen negatif di Grand Persamaan:

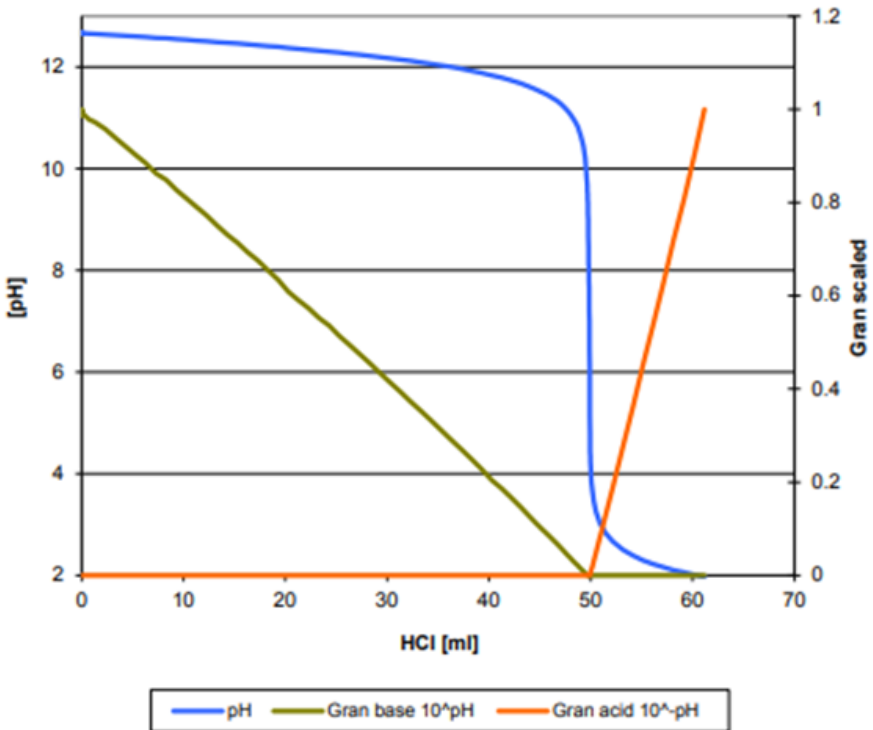
$$(Start\ volume + titration\ volume) \cdot 10^{-pH}$$

Fungsi Gran ini dapat dilihat sebagai fungsi oranye pada Gambar. 82. Untuk mendeteksi basa atau asam lebih lanjut, area garis lurus tidak boleh diletakkan terlalu dekat titik ekuivalen.

Titrasi Gran kembali pada dua publikasi oleh Gunnar Gran [7], [8]. Hal ini didasarkan pada linierisasi kurva titrasi.

- Penentuan kapasitas asam di perairan di mana asam lain (asam humat, fosfat) selain asam karbonat mengganggu titik akhir yang biasa.

- Sampel asam di mana titrasi asam/basa memalsukan logam melalui pembentukan hidroksida pada titik ekuivalen.
- Nilai pH dari titik ekuivalen tidak boleh tercapai karena reaksi selanjutnya tidak mungkin terjadi.



Gambar 82 Fungsi Gran pada titrasi NaOH dengan HCl

Panduan titrasi

Aplikasi yang banyak digunakan adalah penentuan alkalinitas dalam air laut [9].

Standar

ISO 22719:2008 [9] ASTM D3875 - 08 [10] ASTM D1067 - 06 [11] ASTM D513 - 06 [12]

menjelaskan metode untuk menentukan hidrogen karbonat atau alkalinitas untuk berbagai perairan. Bahkan di area berhutan, titrasi titik akhir yang sederhana seringkali tidak dapat dilakukan karena adanya asam humat [13].

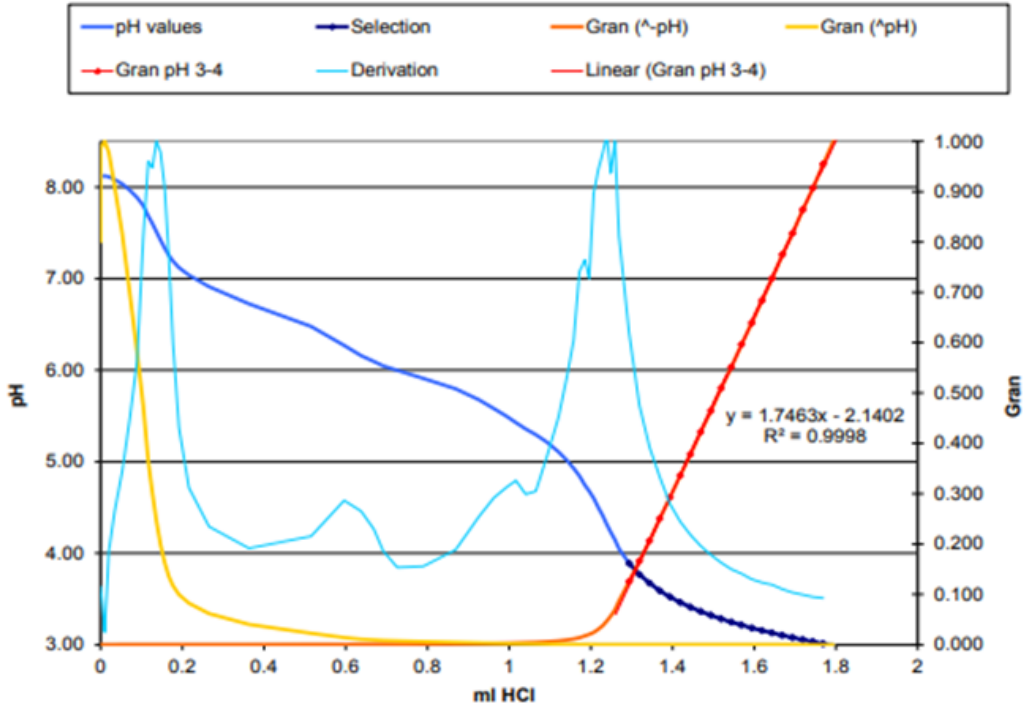
menjelaskan metode untuk menentukan hidrogen karbonat atau alkalinitas untuk berbagai perairan. Bahkan di daerah berhutan, titrasi titik akhir yang sederhana sering kali tidak memungkinkan karena adanya asam humat [13].

Titrasi dilakukan dengan HCl hingga nilai pH 3,0. Untuk kisaran pH 4,0 hingga 3,0, evaluasi Gran dilakukan.

Pada Gbr. 83, kurva titrasi klasik ditunjukkan dalam warna biru tua. Rentang evaluasi titrasi Gran ditandai dengan titik-titik biru tua. Turunan pertama berwarna biru muda menunjukkan betapa sulitnya menghitung titik ekuivalen atau titik akhir. Fungsi Gran diwakili dalam warna merah dan oranye. Untuk rentang evaluasi antara pH 4 dan 3, garis lurus Gran ditandai dengan titik-titik merah. Ekstrapolasi garis lurus Gran dengan sumbu x memberikan alkalinitas.

Kelebihan asam klorida dihitung kembali ke EQ terakhir melalui evaluasi Gran. Hasilnya, gangguan di area EQ tidak berpengaruh pada hasil.

Alkalinitas



Gbr. 83 Titrasi granat air laut

BAGIAN 7

TITRASI FOTOMETRIK

Titration klasik biasanya bekerja dengan indikator optik, untuk menampilkan akhir titration (lihat juga bagian 2.5 "Titration manual"). Oleh karena itu, banyak standar yang masih membutuhkan penggunaan indikator optik saat ini. Penggunaan sensor fotometrik untuk mendeteksi titik akhir menawarkan beberapa keuntungan:

- Evaluasi objektif terhadap perubahan warna
- Kemungkinan otomatisasi metode
- Sensor perawatan rendah
- Inert terhadap sebagian besar pelarut
- Operasi sederhana
- Umur panjang

Karena indikator optik tersedia untuk hampir semua aplikasi titration, sensor fotometrik juga memiliki rentang aplikasi yang luas:

- Titration asam/basa dalam pelarut air dan organik
- Titration kompleksometri
- Titration redoks
- Titration curah hujan

Contoh aplikasi teknis untuk sensor fotometrik adalah:

- Penentuan natrium kondroitin sulfat menurut Ph.Eur. dan USP.
- Penentuan gugus ujung karboksil dalam PET menurut **ASTM D7409**
- TAN/TBN menurut **ASTM D974**
- Titration sulfat (indikator thorin)
- Penentuan kompleksometri dari kekerasan total

7.1 OptiLine 6

Elektroda OptiLine 6 menawarkan kemungkinan untuk memilih antara enam panjang gelombang yang berbeda (Gbr.84). Poros bahan porous terdiri dari titanium, di mana kompatibilitas maksimum dengan pelarut yang berbeda dipastikan. Daya disuplai melalui antarmuka USB, di mana nilai yang diukur juga ditransmisikan ke titrator TitroLine (sensor digital). Pengaturan parameter titrasi, seperti panjang gelombang dan intensitas, dilakukan secara langsung dalam perangkat lunak titrasi. Selain itu, sensor ini memiliki antarmuka analog DIN/BNC, yang memungkinkan Anda untuk menghubungkan OptiLine ke titrator apa pun dengan input yang sesuai.



Diameter Poros	12 mm
Panjang poros	132 mm
Kedalaman perendaman minimum	25 mm
Bahan poros	Titanium
Kabel	kabel tetap
koneksi	USB interface A, BNC interface, with BNC-DIN adapter
Pasokan saat ini	via USB
Rentang pengukuran	0 – 2000 mV
Rentang Suhu	0 – 50 °C
Rentang PH	0 – 14
gelombang yang disesuaikan	470, 520, 570, 590, 605, 625

Gbr. 84 Elektroda OptiLine 6, data teknis

Panduan Titrasi

7.2 Prinsip pengukuran

Selama penentuan fotometrik, perubahan intensitas diukur, yang disebabkan oleh perubahan warna indikator yang digunakan. Karena warna larutan, cahaya yang dipancarkan oleh sensor diserap. Perubahan penyerapan yang disebabkan oleh perubahan warna indikator, diukur sebagai perubahan intensitas pada detektor yang digunakan sebagai parameter pengatur untuk titrasi.

Selama titrasi pengendapan, kekeruhan dihasilkan selama titrasi, yang mencapai maksimum pada akhir reaksi, atau terjadinya kekeruhan mengindikasikan akhir reaksi. Dalam kedua kasus tersebut, kekeruhan menyebabkan dispersi cahaya yang dipancarkan oleh sensor, yang pada gilirannya menyebabkan perubahan intensitas pada detektor.

Panjang gelombang harus dipilih sehingga perbedaan serapan antara awal dan akhir titrasi adalah yang terbesar. Untuk menentukan panjang gelombang koreksi, Anda dapat menggunakan fotometer untuk merekam spektrum pada awal dan akhir reaksi. Maksimum atau minimum dari perbedaan spektrum menunjukkan panjang gelombang yang optimal untuk penentuan ini. Panjang gelombang yang paling dekat dengan panjang gelombang ini sekarang dapat dipilih untuk penentuan.

7.3 Sumber kesalahan Gelembung Udara

Khususnya pada media berair, gelembung udara dapat terbentuk pada OptiLine. Hal ini menyebabkan pembiasan cahaya, sehingga tidak ada sinyal yang stabil yang dapat diukur. Oleh karena itu, kita harus bekerja dengan air yang sudah dihilangkan gasnya jika memungkinkan. Degassing air dapat dilakukan melalui ruang hampa udara atau perebusan. Selain itu, sensor harus disejajarkan sedemikian rupa sehingga jangkauan optik sensor mengarah ke arah aliran sehingga gelembung udara dalam sampel dihilangkan.

Pencahayaan Umum

Karena elektroda optik bergantung pada cahaya, dalam kondisi tertentu, cahaya sekitar yang kuat dapat mengganggu pengukuran yang menyebabkan pembacaan yang salah. Oleh karena itu, penting untuk mempertimbangkan lokasi ketika melakukan pengukuran fotometrik.

7.4 Aplikasi

Penentu alkalinitas $K_{S4,3}$

Penjelasan umum tentang alkalinitas dapat ditemukan di bagian "Titrasi KS 8,2 dan KS 4,3". Indikasi dilakukan dengan menggunakan metil jingga (0,2% dalam H₂O).

Panduan Titrasi

a) Penentuan titer

Kira-kira 120 mg TRIS (Tris-(hidroksi metil)aminomethane) ditimbang untuk penentuan titer. Penentuan berlangsung pada 520 nm (Gbr. 85).

- Waktu tunggu: 10 detik
- Pra-titrasi: 8,5 ml
- Panjang gelombang: 520 nm
- Akhir titrasi: 1 EQ
- nilai kemiringan: curam
- Intensitas: 30%
- Menghaluskan: rata-rata

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Nilai terukur: mV (E)
- Titrasi linier ke titik ekuivalen
- Langkah linier: 0,05 ml
- Kecepatan pengukuran: Waktu pengukuran 3 detik Drift 10 mV/mnt
Waktu minimal 5 detik
Maks waktu 12 detik

Rumus titer dalam mol/l

$$c_{\text{HCl}} [\text{mol/l}] = \frac{W * F2}{(EQ1 - B) * M * F1}$$

EQ1: Titran konsumsi [ml] hingga titik ekuivalen

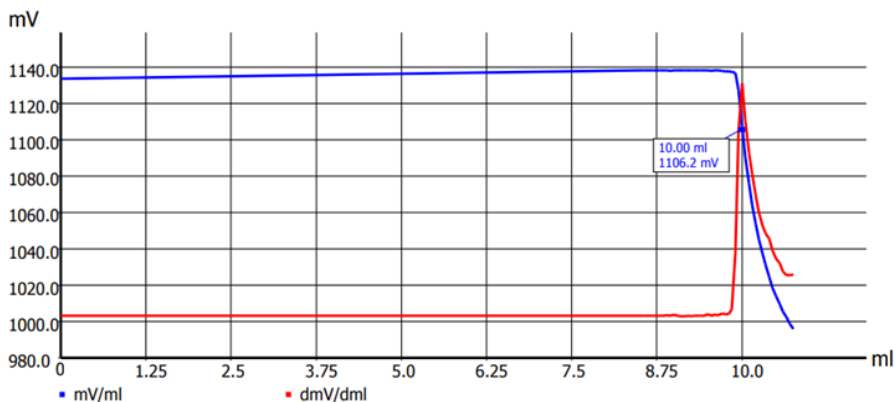
B: Nilai kosong = 0

M: Berat molar TRIS (121,14 g/mol)

W: Sampel ditimbang TRIS [g]

F1: 1

F2 : 1000 (konversi g – mg)



Gambar 85 Kurva titrasi penentuan titer fotometri dengan 0,1 molar HCl

b) Pengukuran sampel

Untuk menentukan alkalinitas air minum, 100 ml sampel dimasukkan ke dalam gelas kimia 150 ml. Tergantung pada alkalinitas, jumlah sampel harus disesuaikan (Gbr. 86).

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Nilai terukur: mV (E)
- Titrasi linier ke titik ekuivalen
- Langkah linier: 0,05 ml
- Kecepatan pengukuran: Waktu pengukuran 3 detik Drift 10 mV/mnt
Waktu minimal 5 detik
Maks waktu 15 detik

- Pra-titrasi: tidak ada
- Panjang gelombang: 520 nm
- tidak ada redaman
- Akhir titrasi: 1EQ
- nilai kemiringan: curam
- Intensitas: 30 %
- Penghalusan: rata-rata

Rumus untuk $K_{S,4.3}$ mmol/l

$$K_{s,4.3} [\text{mmol/l}] = \frac{(EQ1-B) \cdot T \cdot M \cdot F1}{V \cdot F2}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen

B: Nilai kosong = 0

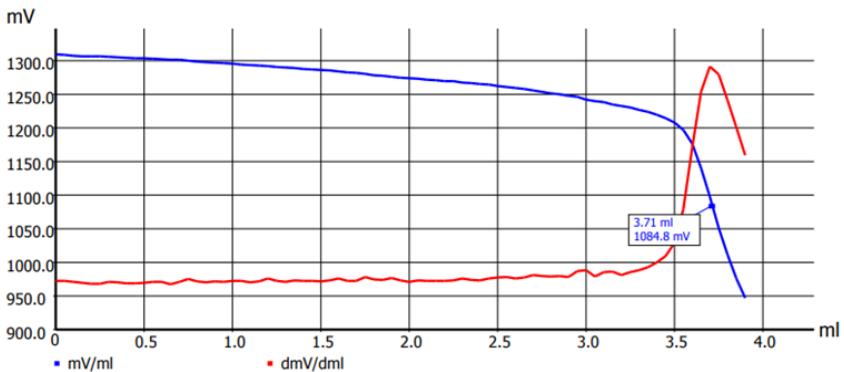
T: Konsentrasi titran yang tepat [perempuan jalang]

M : Berat molar = 1

V: ml presentasi

F1: 10

F2: 0,01



Gbr. 86 Kurva titrasi dari sebuah fotometric Alk. 4.3 penentuan air minum

Panduan Titrasi

Penentuan asam dalam minyak secara fotometrik (TAN)

Penjelasan mengenai inisiasi optik titrasi asam dalam minyak dapat ditemukan dalam **ASTM D974**. 0,05 mol/l KOH dalam etanol digunakan sebagai titran. Pelarut terdiri dari campuran 500 ml toluena, 495 ml isopropanol, dan 5 ml dist. air. Indikatornya adalah p-naphtholbenzein (larutan 1%, dilarutkan dalam pelarut)

a) Penentuan titer

Penentuan titer dilakukan dalam air pada panjang gelombang 520 nm dengan menggunakan kalium hidrogen ftalat dan fenolftalein sebagai indikator. Sekitar 50 mg kalium hidrogen ftalat ditimbang dan setelah dilarutkan ditambahkan 50 µl (Gbr. 87).

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Nilai terukur: mV (E)
- Titrasi linier ke titik ekuivalen
- Tidak ada redaman
- Langkah linier: 0,05 ml
- Kecepatan pengukuran: Waktu pengukuran 3 detik Pergeseran 10 mV/menit
Waktu minimum 5 detik
Waktu maksimum 12 detik
- Waktu tunggu: 10 detik
- Pra-titrasi: 4 ml
- Panjang gelombang: 520 nm
- Akhir titrasi: 1 EQ
- Nilai kemiringan: curam
- Intensitas: 30 %
- Penghalusan: rata-rata

Formula for titer in mol/l

$$c_{\text{KOH}} [\text{mol/l}] = \frac{W * F2}{(EQ1 - B) * M * F1}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen

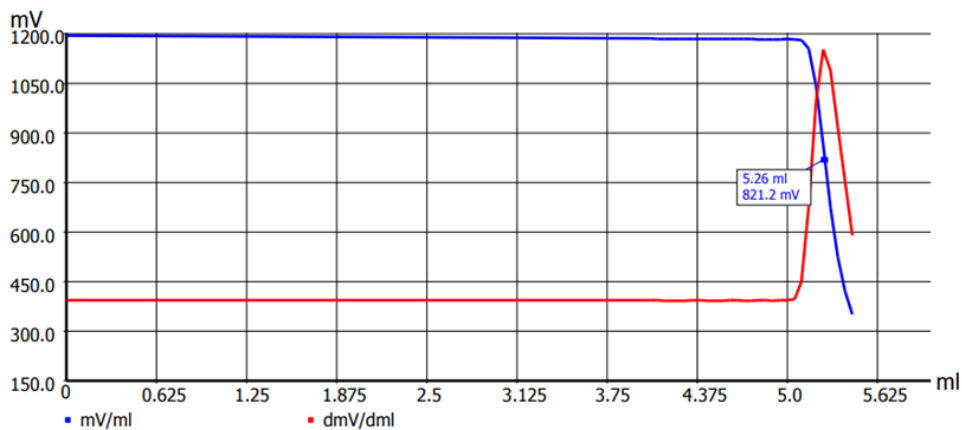
B: Nilai kosong = 0

M: Berat molar kalium hidrogen ftalat (204,22 g/mol)

W: Sampel kalium hidrogen ftalat yang ditimbang [g]

F1: 1

F2: 1000 (konversi g - mg)



Gbr. 87 Kurva titrasi penentuan titer fotometri 0,05 molar KOH

Panduan Titrasi

b) Nilai kosong dari pelarut

Untuk 100 ml pelarut, 0,05 ml indikator ditambahkan dan titrasi dilakukan. Pengukuran dilakukan pada 625 nm (Gbr. 88).

Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

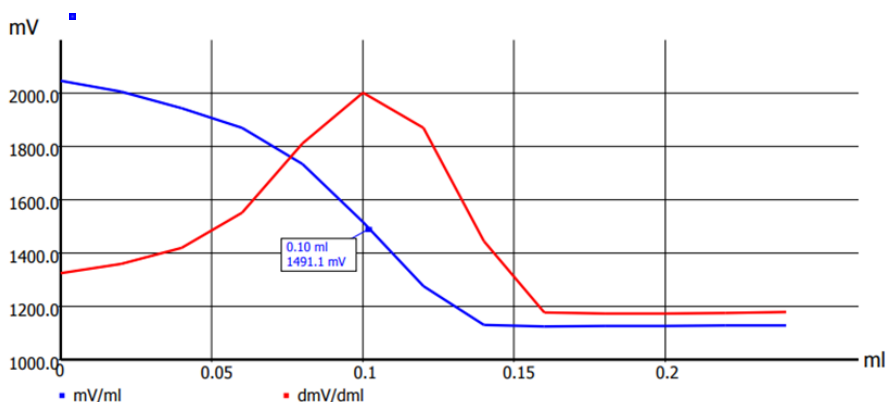
- Nilai terukur: mV (E)
- Titrasi linier ke titik ekuivalen
- Langkah linier: 0,02 ml
- Kecepatan pengukuran: Waktu pengukuran 4 detik
Pergeseran 20 mV/menit
Waktu minimum 10 detik
Waktu maksimum 40 detik

- Panjang gelombang: 625 nm
- Tidak ada redaman
- Akhir titrasi: 0,3 ml maks. volume dosis
- Intensitas: rata-rata
- Penghalusan: rata-rata

Rumus untuk nilai kosong

$$\text{Blank value [ml]} = \text{EQ1}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] hingga titik ekuivalen



Gbr. 88 Kurva titrasi penentuan nilai blanko fotometrik dari campuran pelarut (toluena/IPA/air)

c) Pengukuran Sampel

Penimbangan sampel tergantung pada angka asam minyak. Sampel dilarutkan dalam 100 ml pelarut (Gbr. 89).

- Wavelength: 625 nm
- Titration end: 1 EQ
- Slope value: steep
- Intensity: average
- Smoothing: average

The following titration parameters are recommended:

- Measured value: mV (E)
- Linear titration to an equivalence point
- No damping
- Linear step: 0.04 ml
- Measuring speed: Measurement time 4 s
Drift 20 mV/min
Min time 10 s
Max time 40 s

Formula for FFA in mg KOH

$$\text{TAN [mg KOH/ g]} = \frac{(\text{EQ1}-\text{B}) * \text{T} * \text{M} * \text{F1}}{\text{W} * \text{F2}}$$

EQ1: Consumption titrant [ml] until the equivalence point

B: Blank value of the

solvent T: exact

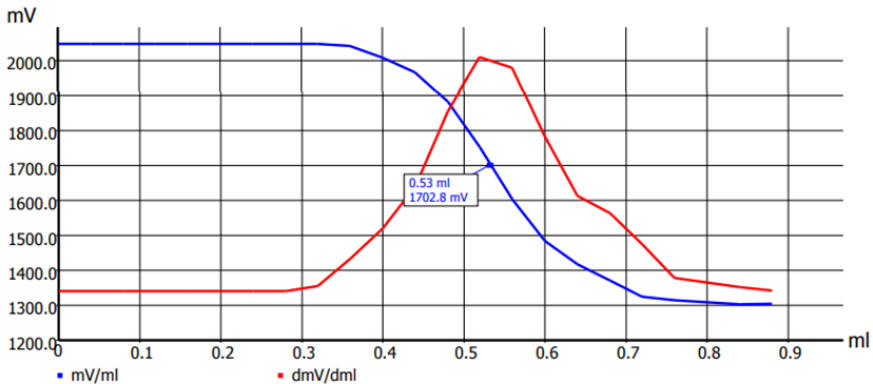
concentration of the titrant [mol/l]

M: Molar weight KOH (56.1

g/mol) W: Weighing in the sample [g]

F1: 1

F2: 1



Gbr. 89 Kurva titrasi penentuan TAN fotometrik minyak isolasi

Penentuan gugus ujung karboksil dalam PET

Penentuan gugus ujung karboksil dalam pelet PET (polietilena tereftalat) dijelaskan dalam ASTM D 7409. Biru bromofenol (0,5% dalam etanol) digunakan sebagai indikator,

0,05 molar etanolik KOH sebagai titran. Penentuan nilai blanko pelarut dilakukan (Gbr. 90).

Kira-kira 1 g pelet ditimbang untuk penentuan. 20 g o-cresol ditambahkan ke sampel. Sampel direbus di bawah refluks sampai benar-benar larut. Penyesuaian jumlah sampel dan pelarut diperlukan jika misalnya terjadi pengendapan. Setelah dingin, campuran dicampur dengan 35 ml kloroform. Untuk indikasi 0,04 ml bromofenol biru ditambahkan (Gbr. 91).

a) Penentuan titer

Penentuan titer dapat ditentukan secara fotometrik, seperti yang dijelaskan pada bagian "Penentuan alkalinitas K₂S₂O₈".

b) Nilai kosong dari pelarut

Untuk penentuan nilai blanko, pelarut diperlakukan seperti yang dijelaskan di atas, tetapi tidak ada sampel yang ditambahkan. Nilai blanko direbus di bawah refluks selama sampel yang dibutuhkan untuk larut. Titrasi dilakukan setelah menambahkan indikator (0,04 ml).

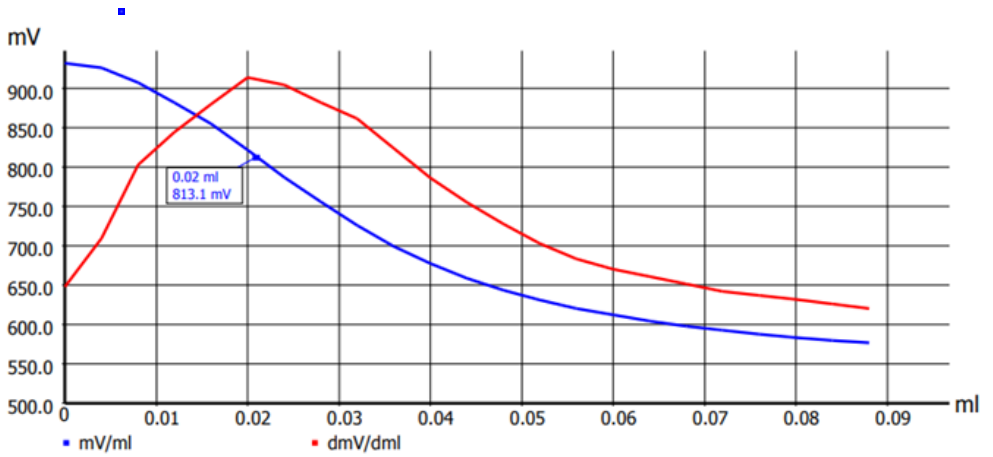
Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Nilai terukur: mV (E)
- Titrasi linier ke titik ekuivalen
- Langkah linier: 0,004 ml
- Mengukur kecepatan: waktu tunggu tetap: 20 detik
- Panjang gelombang: 605 nm
- Akhir titrasi: 0,1 ml maks. volume dosis
- Intensitas: 50
- Menghaluskan: tinggi

Rumus untuk nilai kosong

$$\text{Blank value [ml]} = \text{EQ1}$$

EQ1: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen



90 Kurva titrasi nilai blanko fotometrik dari campuran pelarut (o kresol/kloroform)

Panduan Titrasi

c) Pengukuran sampel

Pelaksanaan pengukuran dijelaskan di bagian metode umum.

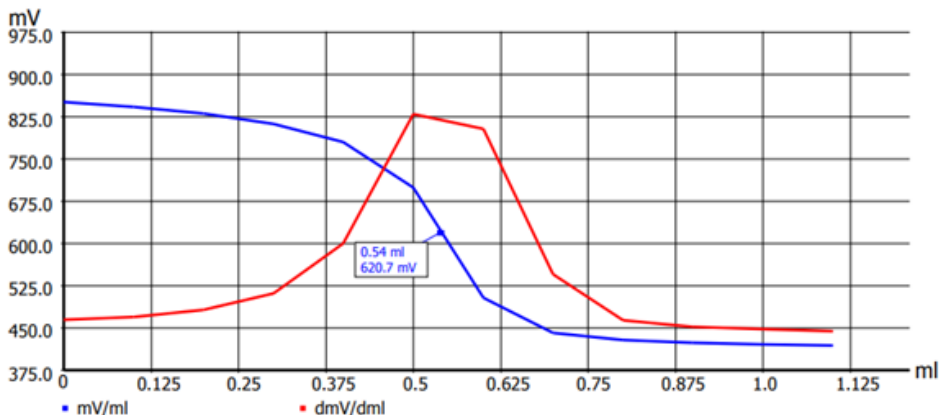
Parameter titrasi berikut ini direkomendasikan:

- Nilai terukur mV (E)
- Titrasi linier ke titik ekuivalen
- tidak ada redaman
- Langkah linier: 0,1 ml
- Mengukur kecepatan: waktu tunggu tetap: 20 detik
- Panjang gelombang: 605 nm
- Akhir titrasi: 1 EQ
- Nilai kemiringan datar
- Intensitas: 50
- Penghalusan: tinggi

- Q1: Konsumsi titran [ml] sampai titik ekuivalen
- B: Nilai kosong dari pelarut T: konsentrasi yang tepat dari
- titran [mol/l]
- M: Berat molar = 1
- W: Berat sampel [g] F1: 1
- F2: 1000 (konversi g - mg)

rumus untuk R-COOH in mmol/kg

$$R\text{-COOH [mmol/kg]} = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{W * F2}$$



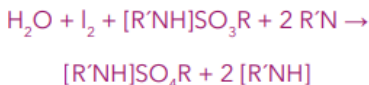
Gbr. 91 Kurva titrasi kumpulan gugus ujung karboksil fotometrik dari pelet PET

BAGIAN 8

TITRASI KARL FISCHER

8.1 Reaksi dan reagen Karl Fischer

Titration Karl Fischer berfungsi untuk menentukan kadar air suatu sampel. Metode ini memiliki keunggulan dalam penentuan yang lebih cepat dibandingkan dengan metode pengeringan dan juga lebih selektif. Mekanisme yang tepat dari reaksi Karl Fischer telah menjadi kontroversi sejak lama. Bahkan stoikiometri reaksi tidak jelas untuk waktu yang lama. Pada prinsipnya, titration tidak mungkin dilakukan. Belakangan ini, ada beberapa investigasi tentang mekanisme, yang menghasilkan persamaan reaksi berikut:



Di mana :

ROH Alkohol, misalnya metanol, etanol, etilen glikol monometil eter R'N Sebuah basa, misalnya imidazole (sebelumnya sering kali piridin)

Oksigen dari ester sulfat berasal dari molekul air. Pemeriksaan mekanisme menunjukkan perubahan stoikiometri saat bekerja di pelarut lainnya. Penambahan karena itu pelarut lain harus tidak melebihi 50% volume.

Selain air, empat komponen (alkohol, sulfur dioksida, basa, yodium) berpartisipasi dalam reaksi; ini harus ada sehingga reaksi berlangsung.

Dengan titration KF klasik, semua komponen ditawarkan sebagai a reagen gabungan dan tersedia dalam stabilitas yang cukup dengan basa dan alkohol yang sesuai. Dalam Selain itu, reagen 2 komponen juga ditawarkan saat ini, di yang komponen pelarutnya mengandung alkohol, basa dan S

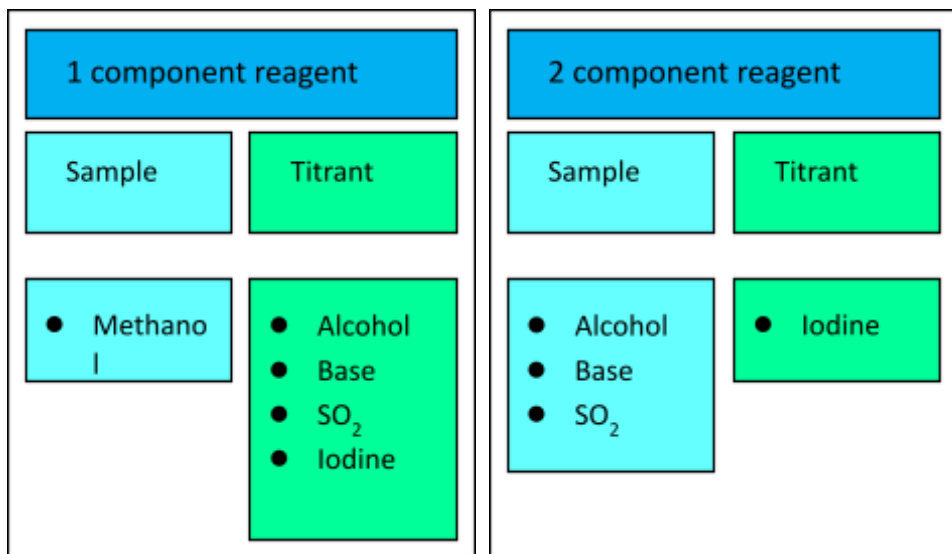
Panduan Titrasi

Larutan titrasi kemudian terdiri dari larutan yodium dalam alkohol. Pereaksi ini memiliki keuntungan dari penyangga pH dan konsentrasi yang lebih tinggi dari semua komponen di sisi kiri dari persamaan reaksi. Itu reaksi jelas lebih cepat dan reagen bertahan jelas lebih lama.

Dengan reagen satu komponen (Gbr. 92), dimungkinkan untuk menyesuaikan pelarut dengan kelarutan sampel.

Titrasi KF sangat selektif untuk air dalam kondisi tertentu. Namun, tentu saja ada batasan untuk sejumlah reaksi sekunder. Ini dapat dibagi menjadi beberapa jenis berikut:

- Reaksi yang menghasilkan air
- Reaksi yang membutuhkan air
- Reaksi sekunder redoks yodium
- Air eksternal



Gambar 92 Skema reagen komponen 1 dan 2

Reaksi penghasil air yang paling terkenal adalah pembentukan asetal dan ketal. Alkohol yang diperlukan untuk reaksi dan digunakan sebagai pelarut bereaksi dengan gugus karbonil ($C = O$) membentuk air. Air ini juga terdeteksi oleh titrasi. Titrasi sepertinya tidak berhenti. Hasil "drift" permanen yang tinggi.

Namun, pembentukan asetal atau ketal dapat dihindari dengan menggunakan reagen khusus untuk aldehida dan keton. Kemungkinan kedua adalah mode operasi dengan penurunan suhu. Satu bekerja pada suhu di bawah $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Reaksi ionik KF berlangsung dengan cara yang hampir tidak terpengaruh, sementara pembentukan asetal dan ketal melambat secara signifikan. Batas suhu yang lebih rendah ditentukan oleh viskositas pelarut dan kristalisasi komponen sekunder.

Aldehid juga dapat membentuk adisi bisulfat dengan SO_2 dalam kondisi tertentu. Reaksi ini sebagian besar harus ditekan dengan nilai pH yang diatur dengan benar. Reaksi ini juga membutuhkan air dan dengan cara ini dapat menyebabkan kandungan air yang terlalu rendah.

Reaksi lebih lanjut dengan pembentukan air adalah reaksi karbonil dengan amina untuk membentuk basa Schiff, pembentukan enamina dan esterifikasi asam dengan alkohol pelarut. Risiko berkurang saat menggunakan pelarut bebas metanol.

Air eksternal adalah sumber kesalahan paling umum dalam titrasi KF. Ini dapat mencapai sel titrasi melalui berbagai kemungkinan. Pertama, pelarut atau komponen penyajian tentunya harus dititrasi kering. Prosedur ini disebut pengkondisian. Jika air eksternal masih masuk ke dalam sel titrasi, ini ditetapkan ke sampel sebagai air eksternal. Air eksternal mencapai sel titrasi dengan cara berikut:

Panduan Titrasi

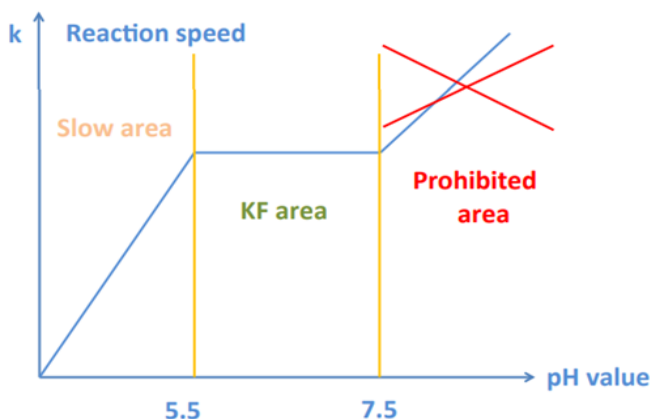
Sel titrasi tidak rapat. Partikel asing dapat menggantung di antara sambungan arde. Kemungkinan lain adalah cincin-O yang rusak pada sambungan sekrup sel titrasi.

- Ketika sel titrasi dibuka untuk menambahkan sampel, kelembapan udara masuk.
- Septum untuk penambahan sampel cairan bocor dan aus.
- Saringan molekuler dalam tabung pengering untuk pemerataan tekanan habis dan harus dikeringkan.
- Terdapat udara lembab di dalam sistem pompa. Udara untuk menambahkan pelarut juga harus dikeringkan dengan saringan molekuler.

Titrasi KF sangat bergantung pada pH (Gbr. 93). Pada nilai di bawah 5,5 pH, kecepatan reaksi melambat hingga faktor 1000.

Reaksi sekunder dapat terjadi dalam rentang basa. Namun hal ini juga menyiratkan bahwa dalam titrasi KF asam, basa harus ditambahkan dan dalam titrasi basa (misalnya, amina), asam harus ditambahkan.

- Sampel asam: tambahkan imidazol atau metil imidazol
- Sampel basa: tambahkan asam benzoat atau asam salisilat

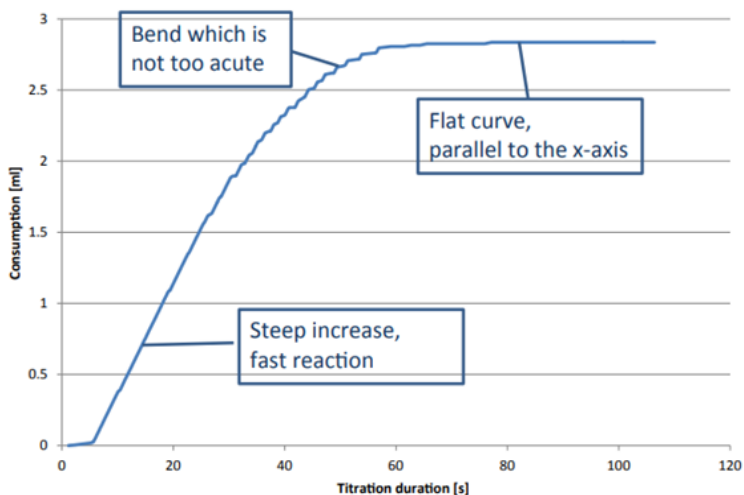


Gambar 93 Ketergantungan kecepatan reaksi dari nilai pH

8.2 Deteksi titrasi KF dan kurva titrasi

Titration KF uses a double platinum electrode for detection, which is applied with a voltage of 20-200 mV. Titration is performed with an iodine solution. Iodine reacts directly with iodide in the KF reaction. There is no current that can flow at the double platinum electrode from the detection system. However, immediately after the first drop of iodine solution is added, the redox reaction between iodine and iodide can occur in reverse. Current flows, which is measured and indicates the end of titration.

However, the curve at this time does not provide information as to what the reaction is about. Because of this, representation is usually chosen where time is plotted on the x-axis and consumption on the y-axis. First, the reagent is added quickly and the result increases sharply. Then, someone performs titration more slowly and more carefully, because the titrator is detecting the end point that is approaching. Adding a smaller amount of reagent makes the titration curve flatter until there is no more reagent added and titration proceeds.



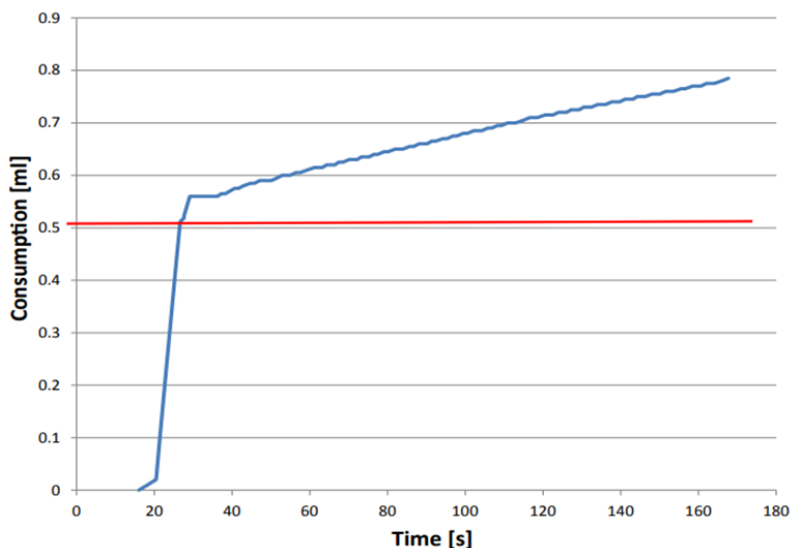
Gambar 94 Kurva titrasi KF

Panduan Titrasi

Jika ada reaksi sekunder selama titrasi, misalnya karena ada keton dan dua mol air terbentuk per mol ketal, lipatan yang terus menerus dapat dilihat, penyimpangan tidak turun dan titrasi tidak berhenti ketika tidak ada batas waktu. Gbr. 95 menunjukkan contoh untuk titrasi dengan titrasi sekunder.

8.3 Penanganan sampel

Sampel harus benar-benar larut untuk penentuan total kadar air yang aman. Tidak semua sampel dapat larut dalam metanol atau komponen pelarut dari reagen 2 komponen. Dalam kasus ini, reagen satu komponen difermentasi terlebih dahulu dan metanol diolah dengan penambah kelarutan. Untuk sampel polar, formamida sering digunakan. Untuk sampel non-polar, kloroform, xilena, atau alkohol rantai panjang digunakan



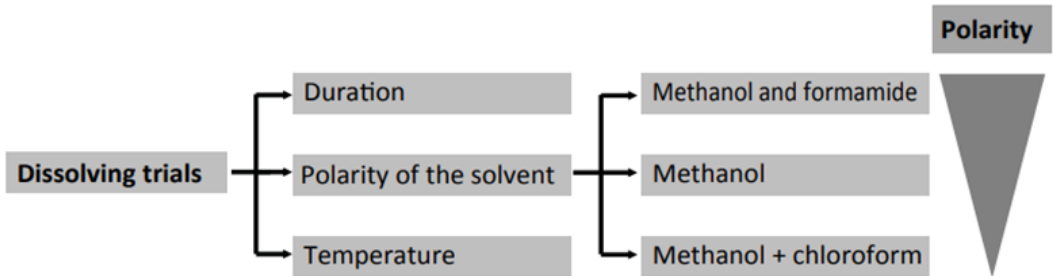
Gambar 95 Kurva titrasi dengan reaksi sekunder

Bahkan, sampel yang tidak segera melepaskan air, akan menunjukkan lipatan yang terus menerus. Ada berbagai cara untuk mengoptimalkan pelepasan air:

- Adaptasi pelarut, jika memungkinkan (Gbr. 96)
- Pemanasan larutan (hingga sekitar 50 °C) dengan menggunakan pengaduk magnetik yang dapat dipanaskan, atau bejana jaket ganda dan penangas air
- Persiapan/ekstraksi sampel eksternal
- Penggunaan homogenizer
- Penggunaan oven KF

Kemungkinannya sering kali dibatasi oleh kandungan air dan jenis sampel. Dengan demikian, ekstraksi eksterna tidak cocok jika kadar air sampel jauh lebih rendah daripada kadar air pelarut.

Namun, untuk beberapa sampel, oven pengering diperlukan untuk persiapan sampel. Contohnya adalah sampel plastik yang hampir tidak dapat larut, setidaknya tidak dalam pelarut yang sesuai untuk titrasi KF. Namun, oven hanya dapat digunakan secara terbatas jika sampel terurai sebelum melepaskan air atau jika komponen yang mudah menguap keluar dan mengembun di bagian oven yang lebih dingin.



Gbr. 96 Uji coba larutan dengan titrasi KF

Panduan Titrasi

8.4 Coulometri

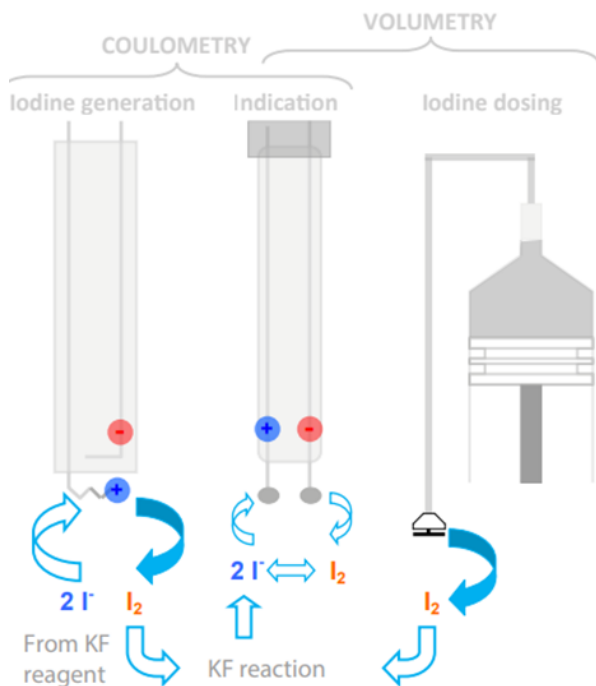
Penambahan reagen volumetrik sebaiknya diganti dengan yodium yang dihasilkan secara koulometri dengan kadar air yang rendah.

Koulometri didasarkan pada reaksi kimia yang sama, tetapi yodium tidak ditakar dengan buret, melainkan dihasilkan secara in situ di anoda elektroda generator melalui oksidasi iodida (Gbr. 97).

Pada katoda, hidrogen dihasilkan oleh reduksi. Jumlah yodium yang dihasilkan dihitung dari titrator menurut hukum Coulomb:

$$m = \frac{M \cdot Q}{z \cdot F}$$

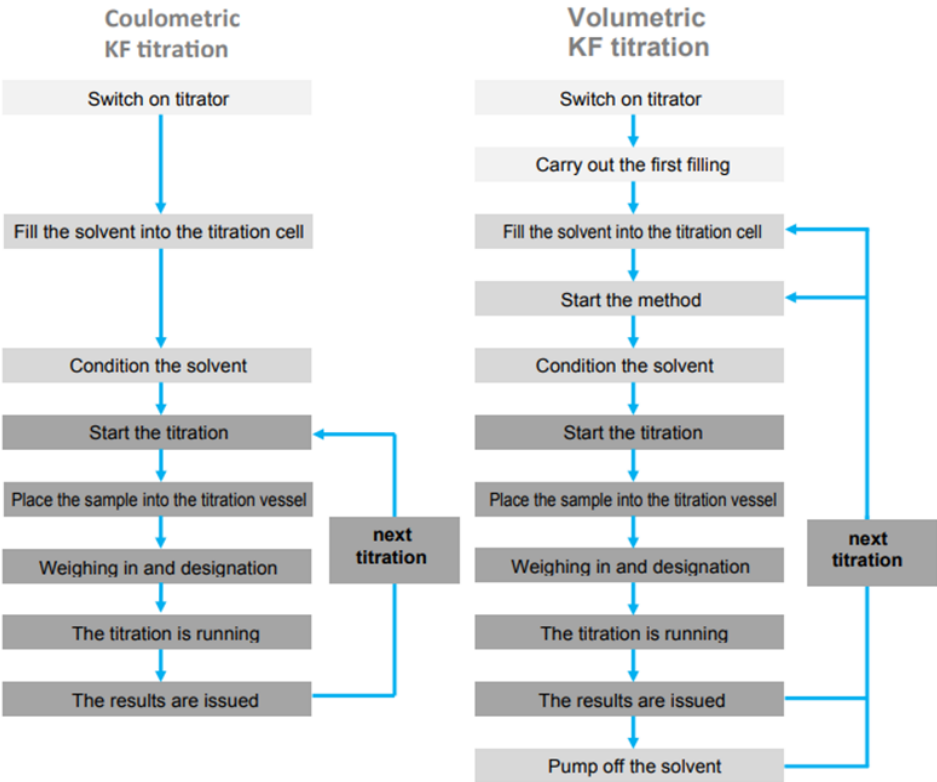
m massa air yang akan ditentukan
M massa molar
Q jumlah muatan yang diukur z valensi
F Konstanta Faraday (96.485,3
Coulomb/Mol)



Gambar 97 Perbandingan KF koulometri dan volumetri

Koulometri adalah metode absolut; penentuan titer tidak diperlukan dan juga tidak mungkin dilakukan. Volumetri KF dan koulometri adalah sama kecuali untuk penambahan iodin (Gbr. 98). Saat ini, sebagian besar digunakan generator elektrik, yang disalurkan dengan diafragma.

Hanya dengan jumlah air yang sangat sedikit, sampel yang sulit dan tuntutan akurasi yang sangat tinggi, elektroda dengan diafragma digunakan. Kemudian reagen yang sesuai tersedia untuk ruang katoda .



Gbr. 98 Alur kerja untuk titrasi KF koulometri/volumetrik

Panduan Titrasi

Sebagai perbandingan langsung, titrasi KF coulometric lebih sederhana, karena secara otomatis ada kondisi di latar belakang, sehingga sel titrasi tetap kering. Dengan titrasi volumetri, pengkondisian ditambahkan, yang diperlukan untuk setiap sampel sebelum titrasi (Gbr. 98 dan 99).

Kedua metode ini saling melengkapi dan jarang sekali salah satu metode dapat digantikan sepenuhnya oleh metode lainnya. Coulometri memiliki kelebihan dalam kemudahan pengoperasian dan penentuan jumlah air yang sangat kecil, sementara volume-coba dapat digunakan dengan lebih fleksibel.

Properti	Coulometri	Volumetry
Kadar air dan jumlah sampel	<ul style="list-style-type: none"> • - kandungan air kecil • - jumlah sampel kecil 	<ul style="list-style-type: none"> • - kandungan air sedang dan besar • - jumlah sampel yang disesuaikan
Jenis sampel	<ul style="list-style-type: none"> • - cairan • - gas (misalnya oven) • - sampel tetap dengan oven 	<ul style="list-style-type: none"> • padat • Cair
Penambahan sampel	<ul style="list-style-type: none"> • Langsung dengan Jarum • pengenalan gas dengan oven • ekstraksi eksternal • memanaskan sampel padat di dalam oven 	<ul style="list-style-type: none"> • padatan langsung • penghancuran sampel dengan homogenizer • bekerja dengan peningkatan suhu • dengan jarum suntik secara langsung
Operation	<ul style="list-style-type: none"> • sangat cepat • sangat sederhana 	<ul style="list-style-type: none"> • cepat • sederhana
Jangkauan kerja	<ul style="list-style-type: none"> • jarak μg • 10 μg hingga 5 mg air 	<ul style="list-style-type: none"> • mg jarak • 200 μg to 50 mg air
Keakuratan	<ul style="list-style-type: none"> • sangat baik untuk jumlah air yang sedikit > 400 μg air (+/- 0,5%) 	<ul style="list-style-type: none"> • sangat baik untuk jumlah air > 5 mg air (+/- 0,5% penentuan titer saat ini diperlukan)
Reproduksibilitas	<ul style="list-style-type: none"> > 400 μg air, RSA tipikal sekitar 1%. 	<ul style="list-style-type: none"> > 5 mg air, RSA tipikal sekitar 1%.

Fig. 99 Perbandingan penggunaan Kftitration koulometri dan volumetrik

BAGIAN 9

VERIFIKASI TITRASI

9.1 Ringkasan

Prasyarat penting untuk ketepatan titrasi adalah ketepatan konsentrasi titran. Titrasi adalah metode absolut, yaitu, kesimpulan secara langsung dikaitkan dengan konversi kimia.

Karena banyak titran yang tidak dapat ditimbang secara langsung atau konsentrasinya tidak selalu tetap sama, maka konten saat ini harus diperiksa dan didokumentasikan berulang kali. Hal ini dilakukan dengan cara penentuan titer titran.

Biasanya bahan referensi sekunder menurut NIST digunakan saat ini. Bahan-bahan ini disediakan oleh produsen dengan sertifikat yang menunjukkan konten, ketidakpastian, dan daya tahan yang tepat.

Semua titrasi yang titernya telah ditetapkan dengan standar tersebut dapat ditelusuri kembali ke NIST. Penentuan titer dijelaskan secara rinci di bagian 4 Pada prinsipnya, semua perangkat dan alat ukur harus divalidasi di laboratorium sehingga ketertelusuran dapat dijamin.

Definisi validasi menurut (DIN EN ISO 8402, 1994):

"Konfirmasi dengan memeriksa dan memberikan bukti obyektif bahwa persyaratan khusus untuk penggunaan khusus yang dimaksudkan telah terpenuhi... Informasi yang dapat diverifikasi berdasarkan fakta yang diperoleh melalui pengamatan, pengukuran, pengujian atau dengan cara lain."

Untuk validasi, perbandingan antara persyaratan dan pemenuhannya harus selalu tidak dapat ditawar menurut ISO 8402. Hal ini diverifikasi dengan pelaksanaan proses validasi.

9.2 Kualifikasi

Kualifikasi titrator pada dasarnya terjadi dengan memeriksa volumenya yang benar (unit pengukuran titrasi) menurut ISO 8655. Namun, untuk digunakan di laboratorium, perangkat tersebut juga harus memenuhi syarat melalui serangkaian proses- es (Gbr. 100). IQ dan OQ biasanya dapat dilakukan oleh pabrikan.

Setelah kualifikasi, perangkat dapat digunakan di laboratorium untuk rutinitas. Validasi tambahan diperlukan untuk metode ini. Ini terjadi dengan skema yang sama untuk semua metode analisis dan dijelaskan secara rinci dalam literatur [14, 15] untuk banyak metode.

Qualification	Description	What has to be done?	Aids/documentation
Design qualification (DQ)	The DQ specifies the functional and operational qualifications of an instrument.	<ul style="list-style-type: none"> • Describe the usage purpose • Select the instrument • Evaluate the manufacturer 	<ul style="list-style-type: none"> • Manuals, operating instructions • Standards and quality guidelines • Conformity guidelines • Manufacturer documents
Installation qualification (IQ)	The IQ ensures that an instrument in the delivery state corresponds to the specifications of the order. It also documents the installation of the selected work environment.	<ul style="list-style-type: none"> • Check delivery scope • Set up • Start up • Carry out a test 	<ul style="list-style-type: none"> • Operating instructions • Device support • Support of the manufacturer • IQ document
Operational qualification (OQ)	Within the scope of the OQ, it is verified that an instrument in the selected work environment functions in correspondence with the operational specifications.	<ul style="list-style-type: none"> • System suitability test • e.g. linearity with standard • Determination of the standard deviation • Calibration • Training 	<ul style="list-style-type: none"> • OQ forms • Standards • Certificates • Training certificates
Performance qualification (PQ)	The PQ verifies that an instrument continuously delivers the performance according to the specifications during normal use.	<ul style="list-style-type: none"> • Adapt analysis methods • Validate the methods 	<ul style="list-style-type: none"> • Log book • Application support • Seminars • Standards • SOPs
Maintenance qualification (MQ)	The MQ describes and documents the necessary maintenance.	<ul style="list-style-type: none"> • Cleaning and care • Re-qualifying • Maintenance • Titer checks 	<ul style="list-style-type: none"> • Maintenance contracts • Technical customer service • Test means monitoring

Gbr. 100 Kualifikasi tempat pengukuran titrasi

9.3 Validasi

Tingkat validasi tergantung pada seberapa banyak produk yang terkandung dalam sampel dan bagaimana pengaruh matriks sampel. Gbr. 101 mereproduksi skema validasi menurut USP (United States Pharmacopoeia). Dalam praktiknya, fokusnya adalah pada presisi dan linearitas, karena keduanya memberikan karakteristik seperti luas area, penetapan, dan batas deteksi.

Karakteristik	Kategori I (Konten penentuan)	Kategori II (Batas cek)	Kategori II (Kuant. Penentuan)	Kategori III (Kuant. determinasi)
Keakuratan	+	(+)	+	+
Batas verifikasi	-	+	-	+
Batas penentuan	-	-	+	+
Selektivitas	+	+	+	+
Jangkauan	+	(+)	+	+
Robustness	+	+	+	+
Peraturan USPXXII untuk validasi: σ Kategori I: Komponen utama σ Kategori II: Produk sekunder σ Kategori III: Parameter kinerja (pelepasan zat)				

Gbr. 101 Elemen validasi menurut USP

9.4 Memeriksa kebenaran titrasi

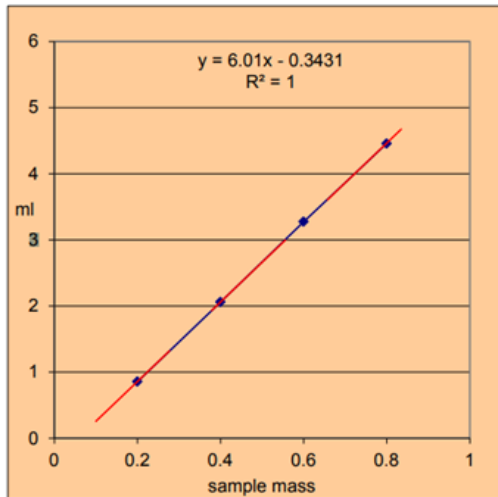
Akan ditunjukkan pada sebuah contoh bahwa upaya tambahan yang kecil dari uji linearitas dibandingkan dengan determinasi berganda sederhana memberikan banyak informasi.

Simpangan baku relatif (RSD) hampir 12% adalah hasilnya (Gbr. 102, a). Linieritas sekarang menunjukkan bahwa asumsi negatif 0,3 ml dihasilkan dari a 0,00 ml sampel. Hal ini mengindikasikan jumlah sampel yang cacat.

Pipet yang digunakan diperiksa menurut ISO 8655 dan kesalahan volume yang ditemukan, dimasukkan ke dalam data sebagai koreksi. Pada 0,2%, RSD berada dalam urutan besaran yang diharapkan setelah koreksi. Linieritas menunjukkan koefisien korelasi sebesar 1.000. Garis lurus melewati (hampir) titik nol (Gbr. 103).

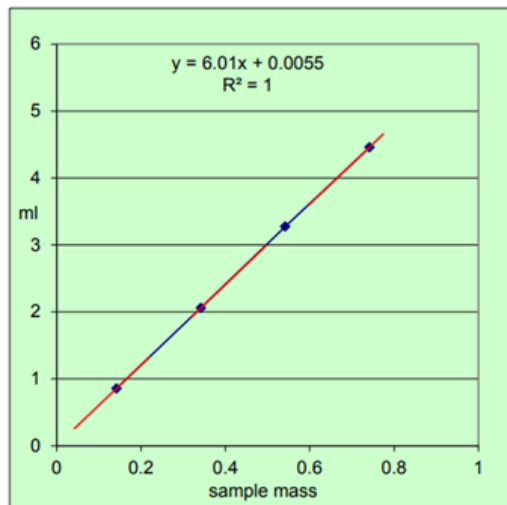
Panduan Titrasi

ml sample	ml result	"content"
0.2	0.8558	4.279
0.4	2.0596	5.149
0.6	3.2748	5.458
0.8	4.4574	5.572
Mean		5.114
SD		0.585
RSD		11.436



Gbr. 102 Linearitas hasil titrasi menunjukkan kesalahan serius

ml sample	ml result	"content"
0.142	0.8558	6.027
0.342	2.0596	6.022
0.542	3.2748	6.042
0.742	4.4574	6.007
Mean		6.025
SD		0.014
RSD		0.238



Gbr. 103 Linearitas setelah koreksi kesalahan volume

Untuk validasi yang disederhanakan, hanya beberapa karakteristik yang harus diperiksa dan hanya beberapa titrasi yang diperlukan. Pada contoh (Gbr. 104 dan 105), lima titrasi dilakukan, nilai rata-rata dan deviasi standar relatif RSD dihitung.

Kurva dianalisis dan hasilnya direpresentasikan dalam grafik:

Sumbu x = jumlah sampel

Sumbu y = konsumsi.

RSD sangat rendah yaitu 0,02%. Untuk penentuan titer, nilai hingga sekitar 0,5% akan diterima secara rutin. Nilai rata-rata juga tepat seperti yang Anda harapkan.

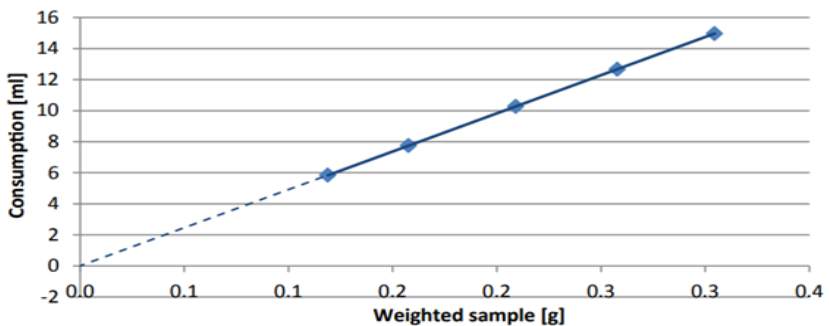
Titer determination NaOH 0.1 mol/l			
No.	Weighted sample [g]	Consumption [ml]	Titer NaOH
1	0.1189	5.8445	1.0060
2	0.1576	7.7489	1.0057
3	0.2090	10.2722	1.0061
4	0.2578	12.6710	1.0061
5	0.3045	14.9631	1.0063
MW titer			1.0060
SD titer			0.0002
RSD titer			0.0218

Gambar 104 Hasil penentuan titer

Linearitas

$$y = 49.128x + 0.005$$

$$R^2 = 1.000$$



Gbr. 105 Representasi linearitas dari penentuan titer

Panduan Titrasi

Kurva titrasi adalah elemen yang sangat penting untuk evaluasi hasil titrasi (Gbr. 106).

Kriterianya adalah sebagai berikut:

- Kurva titrasi yang tenang tanpa penyok dan "fluktuasi"
- Penurunan pertama yang curam
- Bentuk turunan yang rata
- Hanya satu puncak, tidak ada puncak sekunder

Jika kurva titrasi sudah benar, maka linearitas akan diperiksa.

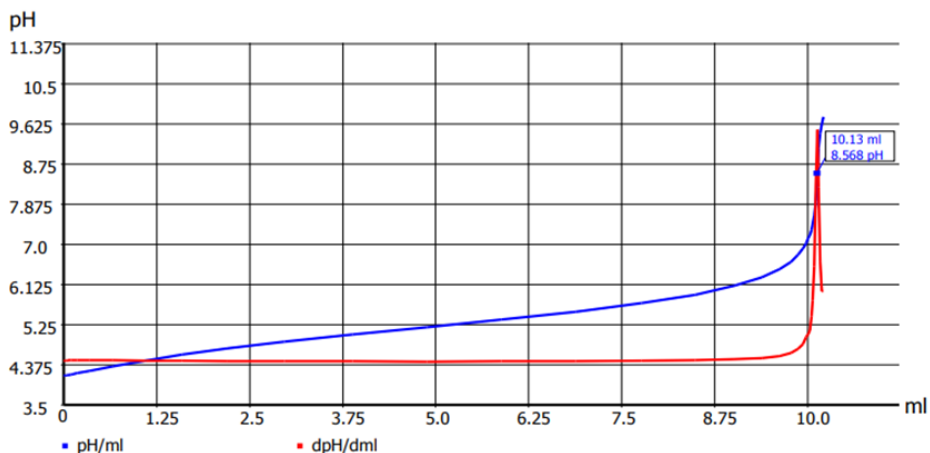
Karakteristiknya adalah sebagai berikut:

- Koefisien korelasi lebih baik dari 0,99(9)
- Antarmuka dengan sumbu y ($x = 0$) lebih kecil dari setetes titran (0,05 ml)
- Faktor kemiringan diperiksa jika perlu

Beberapa parameter seperti kebenarannya belum diperiksa. Ini dapat diperiksa dengan menambahkan standar yang dapat dipulihkan 100%.

Persiapan sampel harus diperhitungkan dalam berbagai titrasi. Tidak diperbolehkan mengambil beberapa bagian dari sampel yang telah disiapkan.

Gambar 107 menunjukkan contoh validasi coulometric KF. Uji volume tidak dimungkinkan karena kurangnya buret, tetapi uji linearitas juga dapat membuktikan fungsi perangkat yang benar di sini. Melalui uji linieritas dan zat referensi, kebenaran penentuan air diverifikasi sesuai dengan kriteria yang ditentukan.



Gambar 106 Contoh kurva penentuan titer

Protokol uji pabrikan uji TL KF Trace

Reagen KF:

Hydranal Coulomat AD, Fluka Analytical No. 34810
 LOT SZ BA 0760, Tanggal Prod. Mar.2010, Exp. Tanggal Februari 2015

Hydranal Coulomat CG, Fluka Analytical No. 34840
 LOT SZ BA 014 A, Tanggal Prod. Jan.2011, Exp. Tanggal Des. 2015

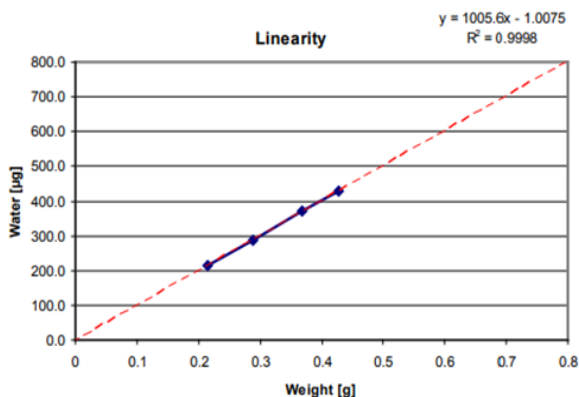
Materi referensi:

Standar Air Hydranal 1.0, Fluka Analytical No. 34849
 LOT SZ E 93380, Tanggal Prod. Maret 2010, Exp. Tanggal November

Temperature: 22.7°C

Specified value	1.000	[mg/g]
-----------------	-------	--------

No. Sample	Weight [g]	Result [µg]	Found [%]
1	0.2153	214.9	99.8
2	0.2879	288.8	100.3
3	0.3684	371.0	100.7
4	0.4269	427.1	100.0
Mean			100.220
RSD			0.241



Gbr. 107 Pemeriksaan titrator KF dengan bantuan uji linearitas

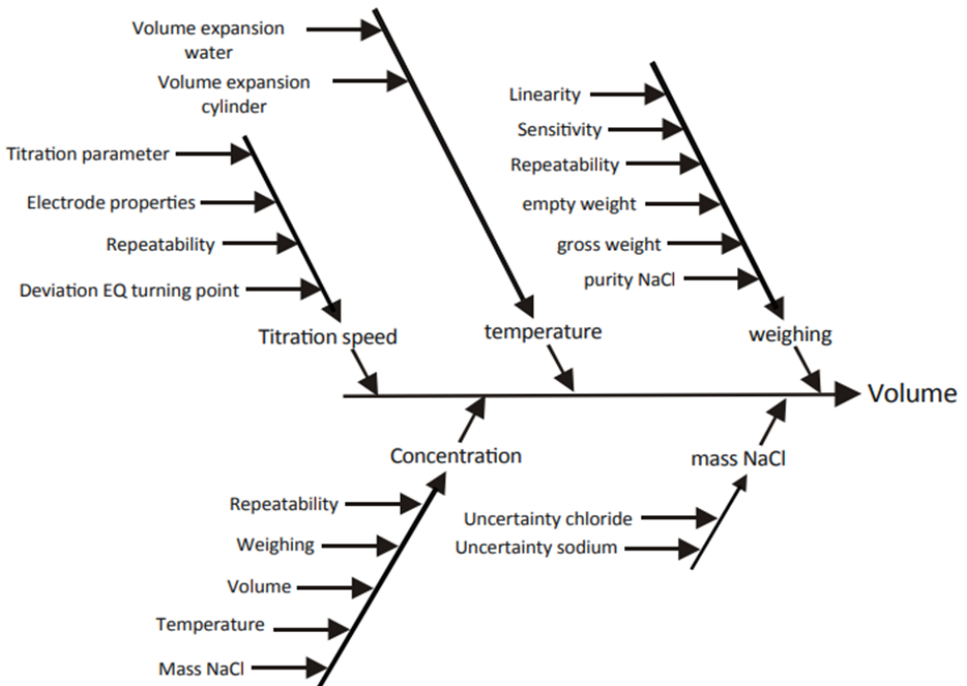
Panduan Titrasi

9.5 Ketidaktelitian pengukuran

Saat ini, akurasi suatu metode tidak lagi ditentukan, tetapi ketidakpastian "u" diperkirakan. Untuk itu, suatu metode diperiksa melalui diagram sebab-akibat (Gbr. 108) untuk semua parameter yang memiliki pengaruh pada hasil yang dihitung. Dalam titrasi, semua faktor dievaluasi yang secara langsung atau tidak langsung terkandung dalam rumus perhitungan

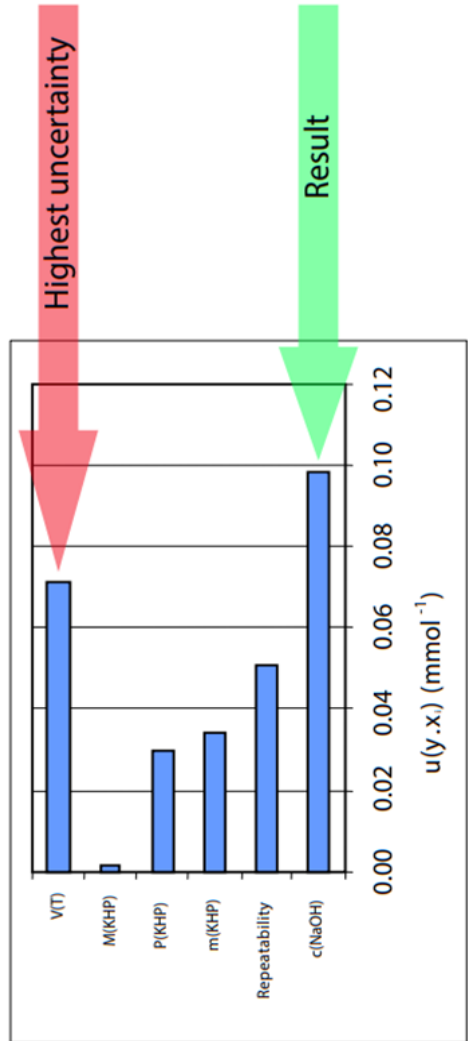
Variabel-variabel tersebut dikuantifikasi dan dikonversi ke dalam unit pengukuran yang sama. Kemudian kesalahan relatif dapat diplot seperti yang ditunjukkan pada Gbr. 109. Ketidakpastian "u" dari penentuan titer pada dasarnya tergantung pada ketepatan volume.

Ketidakpastian dikalikan dengan faktor $k = 2$ dan ditambahkan sebagai ketidakpastian yang diperluas pada nilai analisis, seperti misalnya dapat dilihat pada sertifikat bahan referensi.



Gbr. 108 Diagram sebab-akibat dari titrasi

	Description	Value	Standard uncertainty	Relative standard Uncertainty $u(x)/x$
rep	Repeatability	1	0.0005	0.0005
m_{KHP}	Weight of KHP	0.3888 g	0.00013 g	0.00033
P_{KHP}	Purity of KHPs	1	0.00029	0.00029
M_{KHP}	Molar mass of KHP	204.2212 g mol ⁻¹	0.0038 g mol ⁻¹	0.000019
V_T	Volume of the NaOH during KHP titration	18.64 ml	0.013 ml	0.0007



Gambar 109 Ketidakpastian titrasi dibandingkan menurut GUM [15]

BIBLIOGRAFI

- [1] Schulze, Simon, Martens-Menzel, Jander Jahr
"Maßanalyse: Theorie und Praxis der Titration mit chemischen und physikalischen Indikationen", Walter de Gruyter, Berlin/Boston, 18. Auflage, 2012
- [2] DIN EN ISO 8655-3:2002-12 Volumenmessgeräte mit Hubkolben
– Teil 3: Kolbenbüretten (ISO 8655-3:2002)
- [3] PTB-Mitteilungen 112 (2002) Heft 2, S. 139-149
- [4] Gernand, K. Steckenreuter, G. Wieland „Greater analytical accuracy through gravimetric determination of quantity“, Fresenius Z. Anal. Chem. (1989) 334:534-539
- [5] pH-Fibel, SI Analytics 2014
- [6] DIN 38409-H7 Summarische Wirkungs- und Stoffgrößen (Gruppe H)
– Teil 7: Bestimmung der Säure- und Basenkapazität
- [7] Gran, G.
Determination of the Equivalence Point in Potentiometric Titrations, Acta Chimica Scandinavica (1950) S. 559-577
- [8] Gran, G. (1952)
Determination of the equivalence point in potentiometric titrations –Part II, Analyst, 77, 661-671
- [9] ISO 22 719 First Edition, 2008-03-15,
Water quality – Determination of total alkalinity in sea water using high precision potentiometric titration
- [10] ASTM D3875 - 08 Standard Test Method for Alkalinity in Brackish Water, Seawater, and Brines
- [11] ASTM D1067 - 06 Standard Test Methods for Acidity or Alkalinity of Water

- [12] ASTM D513 - 06 Standard Test Methods for Total and Dissolved Carbon Dioxide in Water
- [13] Handbuch Forstliche Analytik (4. Ergänzung 2009), C 2.1.1-3
- [14] S. Kromidas, Handbuch Validierung in der Analytik, 2014
Wiley-VCH Verlag, ISBN-13: 978-3527329380
- [15] ISO/IEC Guide 98-3:2008: Uncertainty of measurement – Part 3:
Guide to the expression of uncertainty in measurement
- [16] Küster, Thiel, Ruland, „Rechentafeln für die Chemische Analytik“,
Gruyter; Auflage: 105., aktualis. A. (16. Oktober 2002)

SI Analytics

a xylem brand

Kami mengungkapkan kompetensi inti kami, yaitu produksi instrumen analitik, dengan nama SI Analytics. SI juga berarti produk utama merek kami: sensor dan instrumen.

Sebagai bagian dari sejarah SCHOTT® AG, SI Analytics memiliki pengalaman lebih dari 80 tahun dalam teknologi kaca dan dalam pengembangan peralatan analitik. Seperti biasa, produk kami diproduksi di Mainz dengan inovasi dan kualitas tingkat tinggi.

Kualitas terbukti - selama beberapa dekade.

Sebuah perusahaan independen di Mainz selama lebih dari 50 tahun sekarang dan mantan anak perusahaan SCHOTT® AG kami setia pada tradisi kami dan terus memproduksi sesuai dengan kebiasaan pembuat kaca Mainz.

Elektroda, titrator, dan viskometer kapiler kami akan terus menjadi alat yang tepat dalam aplikasi apa pun yang memerlukan keahlian dalam teknologi pengukuran analitik.

Pada tahun 2011 SI Analytics menjadi bagian dari perusahaan terbuka Xylem Inc., yang berkantor pusat di Rye Brook / N.Y., AS. Xylem adalah penyedia solusi air internasional terkemuka. SI Analytics 2016 menjadi bagian dari perusahaan baru Xylem Analytics Jerman, yang memproduksi di beberapa lokasi di Jerman.

Kami adalah Xylem Analytics Jerman

Xylem terdiri dari beberapa bisnis - Water Solutions, Applied Water Systems, Sensus dan Analytics. Merek berikut di bawah Xylem Analytics dan situsnya, seperti SI Analytics, adalah bagian dari Xylem Analytics Jerman.

WTW

- spektrometer
- Elektroda
- pengukur pH

www.wtw.com



ebro

- Alat ukur kualitas minyak
- Termometer presisi
- Data logger suhu, tekanan dan kelembaban

www.ebro.com



Xylem | *zīlām*

- 1) Jaringan pada tanaman yang membawa air ke atas dari akar;
- 2) perusahaan teknologi air global terkemuka.

Kami adalah tim global yang bersatu dalam tujuan yang sama: menciptakan solusi teknologi canggih untuk tantangan air dunia. Mengembangkan teknologi baru yang akan meningkatkan cara air digunakan, dilestarikan, dan digunakan kembali di masa mendatang merupakan inti dari pekerjaan kami. Produk dan layanan kami memindahkan, mengolah, menganalisis, memantau, dan mengembalikan air ke lingkungan, dalam pengaturan layanan utilitas publik, industri, perumahan, dan bangunan komersial. Xylem juga menyediakan portofolio terkemuka untuk pengukuran cerdas, teknologi jaringan, dan solusi analitik canggih untuk utilitas air, listrik, dan gas. Di lebih dari 150 negara, kami memiliki hubungan yang kuat dan lama dengan pelanggan yang mengenal kami karena kombinasi kuat kami dari merek produk terkemuka dan keahlian aplikasi dengan fokus kuat pada pengembangan solusi yang komprehensif dan berkelanjutan.

Untuk informasi lebih lanjut tentang bagaimana Xylem dapat membantu Anda, kunjungi www.xyleminc.com

SI Analytics

a xylem brand

Xylem Analytics Sales GmbH & Co. KG SI Analytics

Hattenbergstr. 10
55122 Mainz Germany

Phone: +49.(0)6131.66.5111

Fax: +49.(0)6131.66.5001

E-Mail: si-analytics@xyleminc.com Internet:

www.si-analytics.com

dipersembahkan oleh

SI Analytics is a trademark of Xylem Inc. or one of its subsidiaries.

© 2018 Xylem, Inc. 980 092US Version 03/2018