

DAFTAR NILAI
SEMESTER GANJIL REGULER TAHUN 2022/2023

Program Studi : Farmasi S1
Matakuliah : Praktikum Analisis Farmasi
Kelas / Peserta : B
Perkuliahan : Kampus ISTN Bumi Srengseng Indah
Dosen : Dr. Tiah Rachmatiah, M.Si., Apt
apt. Lia Puspitasari, M.Si.

Hal. 1/2

No	NIM	N A M A	ABSEN	TUGAS	UTS	UAS	MODEL	PRESENTASI	NA	HURUF
			0%	40%	30%	30%	0%	0%		
1	18330142	Marlina Griaswaty Nainggolan	100	75	90	75	0	0	79.5	A-
2	19330043	Anisya Putri Hanipashya	100	75	80	75	0	0	76.5	A-
3	19330113	Karmilawati Banjar Nahor	100	75	80	75	0	0	76.5	A-
4	19330129	Mariani Siagian	100	75	70	75	0	0	73.5	B+
5	20330027	Inesita Hernanda	100	75	80	75	0	0	76.5	A-
6	20330042	Chetryn Simatupang	100	75	100	60	0	0	78	A-
7	20330055	Dzicho Jauharsyah Thantawi	100	75	80	60	0	0	72	B+
8	20330059	Brathasena Surya Darmawan	100	75	80	60	0	0	72	B+
9	20330068	Alfioni Wulandari Jelita Efendi	100	75	70	60	0	0	69	B
10	20330075	Septiana Seicilia	100	75	90	60	0	0	75	A-
11	20330088	Salsabila Meisya Rahmawati	100	75	90	75	0	0	79.5	A-
12	20330091	Shalsabilla Karina Ferdiva	100	75	90	75	0	0	79.5	A-
13	20330097	Ocky Feryanto	100	75	90	75	0	0	79.5	A-
14	20330746	Diah Rizqi Amalia	100	75	90	75	0	0	79.5	A-
15	20330751	Baiq Intan Faradila Rahman	100	75	90	75	0	0	79.5	A-
16	20330753	Glenny Geofanny Borowy Lawalata	100	75	90	70	0	0	78	A-
17	21330701	Widiya Febriyanti	100	75	100	70	0	0	81	A
18	21330710	Amalia Nursakinatun Nisa	100	75	100	70	0	0	81	A
19	21330711	Netty Fetriyani	100	75	100	70	0	0	81	A
20	21330712	Maria Angela Pare Rani	100	75	100	70	0	0	81	A
21	21330713	Fatwa Nurfadilah	100	75	100	85	0	0	85.5	A
22	21330715	Aina UI Mardhiyyah	100	75	100	85	0	0	85.5	A
23	21330717	Ida Ayu Komang Putri	100	75	100	85	0	0	85.5	A
24	21330722	Miranda Dhea Oktaviany	100	75	100	85	0	0	85.5	A
25	21330725	Elwinda Sefrina	100	75	90	85	0	0	82.5	A

Rekapitulasi Nilai							
A	28	B+	3	C+	0	D+	0
A-	12	B	1	C	0	D	0
		B-	0	C-	0	E	0

Jakarta, 31 January 2023



Dr. Tiah Rachmatiah, M.Si., Apt

DAFTAR NILAI
SEMESTER GANJIL REGULER TAHUN 2022/2023

Program Studi : Farmasi S1
Matakuliah : Praktikum Analisis Farmasi
Kelas / Peserta : B
Perkuliahan : Kampus ISTN Bumi Srengseng Indah
Dosen : Dr. Tiah Rachmatiah, M.Si., Apt

Hal. 2/2

No	NIM	N A M A	ABSEN	TUGAS	UTS	UAS	MODEL	PRESENTASI	NA	HURUF
			0%	40%	30%	30%	0%	0%		
26	21330727	Alma Rayhan	100	75	100	85	0	0	85.5	A
27	21330732	Casandra Clarita Abrahams	100	75	100	90	0	0	87	A
28	21330733	Enggeriani	100	75	90	90	0	0	84	A
29	21330735	Paskah Regina Friskila Br Tobing	100	75	90	90	0	0	84	A
30	21330737	Cyndi Nur Vita Sari	100	75	90	90	0	0	84	A
31	21330738	Dyah Ayu Kusumastuti	100	75	100	90	0	0	87	A
32	21330741	Meilisa Rahmasari	100	75	90	90	0	0	84	A
33	21330743	Fedela Aulia Wansyah	100	75	90	100	0	0	87	A
34	21330746	Yulanda Febriani	100	75	90	100	0	0	87	A
35	21330747	Surya Yusuf Bhaktiyono	100	75	80	100	0	0	84	A
36	21330748	Martinus Herman Elinardo Karismadiansa	100	75	100	100	0	0	90	A
37	21330750	Mesa Eida	100	75	70	100	0	0	81	A
38	21330752	Dini Noer Khoir	100	75	90	100	0	0	87	A
39	21330759	Fita Ariva Triana Sahari	100	75	70	100	0	0	81	A
40	21330760	Dewi Ulansari	100	75	90	100	0	0	87	A
41	21330761	Yunia Sulystia	100	75	70	100	0	0	81	A
42	21330762	Preisilia Rogahang	100	75	90	100	0	0	87	A
43	21330763	Yuvita Amelinda	100	75	70	100	0	0	81	A
44	21330765	Meri Eriana Safitri	100	75	100	100	0	0	90	A

Rekapitulasi Nilai							
A	28	B+	3	C+	0	D+	0
A-	12	B	1	C	0	D	0
		B-	0	C-	0	E	0

Jakarta, 31 January 2023

Dosen Pengajar



Dr. Tiah Rachmatiah, M.Si., Apt

MODUL

PRAKTIKUM

ANALISIS FARMASI

Disusun Oleh :
apt.Dra.Herdini., M.Si

TATA TERTIB PRAKTIKUM

Mahasiswa yang diperkenankan melakukan praktikum adalah mereka yang terdaftar secara akademik, yang selanjutnya disebut sebagai **Praktikan**.

Berikut tata tertib Praktikan Analisis Farmasi :

1. Praktikan wajib hadir 10 menit sebelum praktikum dimulai, keterlambatan lebih dari 10 menit sejak praktikum dimulai, praktikan dianggap tidak hadir.
2. Jika berhalangan hadir, praktikan harus dapat memberikan keterangan tertulis terkait dengan alasan ketidakhadirannya.
3. Praktikan seperti No. 2 diatas, jika tidak mengganti praktikum pada hari lain, wajib meminta rekomendasi tertulis terlebih dahulu dari koordinator pengampu praktikum.
4. Praktikan memasuki ruang laboratorium dengan telah mengenakan jas praktikum.
5. Praktikan wajib membawa : laporan, lembar kerja praktikum, masker, dan alat-alat yang dibutuhkan pada saat praktikum.
6. Sewaktu-waktu Dosen dapat mengadakan *Pre Test* atau *Post Test*, untuk materi-materi yang akan atau yang telah dikerjakan.
7. Praktikan tidak diperbolehkan makan, minum, dan atau merokok di dalam laboratorium selama praktikum berlangsung.
8. Praktikan tidak diperbolehkan bersenda gurau yang mengakibatkan terganggunya kelancaran praktikum.

Sanksi terhadap pelanggaran tata tertib No. 7 dan 8 diatas adalah dikeluarkan dari laboratorium atau tidak diperkenankan melanjutkan

9. Praktikan bertanggung jawab atas peralatan yang dipinjamnya, kebersihan meja masing-masing, serta lantai disekitarnya.
10. Setelah menggunakan *reagen*, praktikan wajib meletakkan kembali pada tempat semula.
11. Jika akan meninggalkan ruang laboratorium, praktikan wajib meminta ijin kepada dosen.
12. Praktikan melakukan analisis sesuai bagiannya masing-masing, mencatat hasilnya pada lembar kerja praktikum, serta meminta "ACC" pada dosen.
13. Perhiasan, *Hand Phone* dan barang berharga lain merupakan tanggung jawab masing-masing praktikan.

KEAMANAN DAN KESELAMATAN KERJA DI LABORATORIUM

1. Rencanakan percobaan yang akan dilakukan sebelum memulai praktikum.
2. Sediakanlah alat-alat yang akan dipakai di atas meja. Alat-alat yang tidak digunakan sebaiknya disimpan didalam almari supaya tidak mengganggu dalam bekerja.
3. Gunakan peralatan kerja seperti masker, jas laboratorium untuk melindungi pakaian dan sepatu tertutup untuk melindungi kaki.
4. Zat yang akan dianalisis disimpan dalam tempat tertutup agar tidak kena kotoran yang mempersulit analisis.
5. Dilarang memakai perhiasan yang dapat rusak karena bahan kimia.
6. Dilarang memakai "*contact Lens/Soft Lens*" karena dapat rusak karena bahan kimia.
7. Dilarang memakai sandal atau sepatu terbuka atau sepatu berhak tinggi.
8. Hindari kontak langsung dengan bahan kimia.
9. Hindari mengisap langsung uap bahan kimia, tetapi kipasi uap tersebut dengan tangan ke muka anda.
10. Dilarang mencicipi atau mencium bahan kimia kecuali ada perintah khusus.
11. Bahan kimia dapat bereaksi langsung dengan kulit menimbulkan iritasi (pedih atau gatal).
12. Baca label bahan Kimia sekurang-kurangnya dua kali untuk menghindari kesalahan.
13. Jangan mengembalikan bahan kimia ke dalam botol semula untuk mencegah kontaminasi.
14. Biasakanlah mencuci tangan dengan sabun dan air bersih terutama setelah melakukan praktikum.
15. Bila kulit terkena bahan kimia, janganlah digaruk agar tidak tersebar.
16. Jagalah kebersihan meja praktikum, apabila meja praktikum basah segera keringkan dengan lap.
17. Hindarkan dari api bahan-bahan yang mudah terbakar seperti eter, kloroform, dsb.
18. Hati-hati dalam menggunakan bahan-bahan yang dapat menimbulkan luka bakar, misalnya asam-asam pekat (H_2SO_4 , HNO_3 , HCl), basa-basa kuat (KOH , $NaOH$, dan NH_4OH) dan oksidator kuat (air brom, iod, senyawa klor, permanganat)
19. Percobaan dengan penguapan menggunakan asam-asam kuat dan menghasilkan gas-gas beracun dilakukan di almari asam.
20. Jangan memanaskan zat dalam gelas ukur/labu ukur.
21. Menetralkan asam/basa, dengan :
 - Asam pada pakaian : dengan amonia encer
 - Basa pada pakaian : dengan asam cuka encer, kemudian amonia encer
 - Asam/basa pada meja/lantai : dicuci dengan air yang banyak
 - Asam, basa, dan zat-zat yang merusak kulit : dicuci dengan air, kemudian diberi vaselin
22. Bila terjadi kecelakaan yang berkaitan dengan bahan kimia, laporkan segera pada dosen atau asisten jaga.

BAB 1

TEKNIK ANALISIS KUALITATIF

A. Pendahuluan

Kimia analisa adalah bagian dari ilmu kimia yang mempelajari tentang cara-cara mengenal (identifikasi) dan penetapan kadar suatu zat. Kimia Analisa dapat dibagi menjadi : Kimia Analisa Kualitatif dan Kimia Analisa Kuantitatif.

Dasar analisa kualitatif :

1. Dasar utama analisa adalah bahwa suatu zat bisa diidentifikasi dengan tepat adalah jika berada dalam kondisi murni.
2. Perlu dilakukan pemisahan.
3. Organoleptis : bentuk, warna, bau , rasa.
4. Reaksi penggolongan.
5. Rreaksi warna.
6. Reaksi kristal.

Macam-macam metode analisis kualitatif :

1. Metode konvensional
 - a. Reaksi mikro dan semi mikro
 - b. Reaksi kristal
 - c. Reaksi warna
 - d. Sublimasi
2. Metode modern
 - a. Spektrometri :
 - uv – vis : λ_{\max} (nm)
 - IR : siddik jari (bilangan gelombang)
 - b. Kromatografi :
 - KLT : Rf, warna noda
 - HPLC, GC : waktu retensi

Syarat reaksi yang dapat digunakan untuk kimia farmasi kualitatif adalah : hasil reaksinya dapat dan mudah diamati, reaksinya sederhana dan cepat, reaksinya peka (sensitive, reaksi tidak terganggu oleh zat yang lain).

B. Kimia Analisis Kualitatif

Kimia analisis kualitatif membahas tentang identifikasi zat-zat. Untuk mengetahui unsur atau senyawa apa yang terdapat dalam suatu zat.

1. Cara Fisika
 - a. Organoleptik
Analisa dilakukan dengan menggunakan panca indra, yang dilihat berupa sifat-sifat fisiknya seperti warna, bentuk, bau (**Jangan dihirup langsung!!!**) dan rasa (**Hati-hati !!! Jangan ditelan !!!**)
 - b. Tetapan Fisika
Dilakukan dengan mengukur tetapan fisika seperti kelarutan, titik lebur, titik didih, bobot jenis, indeks bias, rotasi jenis, kekentalan dan lain-lain.

c. Mikroskopik

Mengenal (identifikasi) serbuk kristal atau bentuk kristal dengan menggunakan mikroskop.

2. Cara Kimia

Dengan menggunakan pereaksi tertentu, suatu zat dapat memberikan reaksi yang spesifik pembentukan gas, endapan, warna atau perubahan-perubahan tertentu.

C. Penggunaan

Analisis kualitatif digunakan pada banyak bidang dengan berbagai tujuan, antara lain : Identifikasi, Kontrol koalitas, Investigasi, Penelitian, Klinis, Penegakan hukum.

Aplikasi Analisa kualitatif dalam bidang kefarmasian, antara lain : Pembuktian kebenaran bahan, Identifikasi/pemberian, Jaminan mutu obat, Kontrol kualitas di pasaran, Diagnosis-radio farmasi, Riset kefarmasian.

PERCOBAAN I REAKSI PENGGOLONGAN

Reaksi penggolongan bertujuan untuk memeriksa adanya gugus fungsi serta membedakan golongan dari senyawa yang dianalisa.

A. Tes untuk -OH

1. Golongan Alkohol

- a. Reaksi warna Diazo
- b. Reaksi Ceri ammonium nitrat
- c. Reaksi Deninges
- d. Reaksi Landwher
- e. Pembentukan ester
- f. **Membedakan alkohol primer, sekunder, tersier**
 - 1) Tes Lucas
 - 2) Oksidasi
 - a) Dengan batang tembaga pijar
 - b) Aqua brom
 - c) Reaksi Nessler
- g. **Reaksi alkohol polivalen**, dengan Reaksi Cuprifil.

METANOL

Pemerian : cairan beracun, mudah terbakar, jernih, bercampur dengan air, etanol dan pelarut organik lainnya.

Identifikasi :

- a. Reaksi Diazo
Zat + Diazo A (4) + Diazo B (1) + NaOH ----→ merah frampos
- b. Reaksi Oksidasi
Zat + Aqua brom ----→ bau acetaldehid
- c. Esterifikasi
Zat + asam salisilat + H₂SO₄ pekat ----→ meti
I salisilat
- d. Zat + Logam Cu + H₂O₂----→ Bau Formaldehid

ETANOL

Pemerian : cairan mudah menguap, mudah terbakar, jernih, rasa terbakar, bercampur dengan air, dan pelarut organik lainnya.

Identifikasi :

- a. Reaksi Diazo
Zat + Diazo A (4) + Diazo B (1) + NaOH ----→ merah frampos
- b. Zat + Asam asetat ----→ bau Cutex
- c. Esterifikasi
Zat + asam salisilat + H₂SO₄ Pekat ----→ etil salisilat
Zat + asam benzoat + H₂SO₄ Pekat ----→ etil benzoate

Propilenglikol

Pemerian : cairan kental, higroskopis, rasa agak pedas, getir, dapat bercampur dengan air, aseton.

Identifikasi :

- a. Reaksi Mullikan
Zat + pirogalol 1% + H₂SO₄ pekat ----→ Violet
- b. Reaksi Deninges
Zat + KMnO₄ + H₂SO₄ + Aqua brom ----→ asam laktat
- c. Cuprifil
Zat + CuSO₄ + NaOH ----→ biru tua, stabil pada pemanasan

2. Golongan fenol

- a. Reaksi warna diazo
- b. FeCl₃
- c. Reaksi warna POUGET
- d. Reaksi untuk fenol monovalen, antara lain : reaksi Landolt, reaksi Spiro, dan reaksi Indofenol
- e. Reaksi untuk fenol polivalen, antara lain : Aqua brom, Fehling dan Agamoniakal.

C. Tes untuk gugus amin

1. Reaksi umum, antara lain : bau, sifat alkalis, dengan NaOH keluar gas NH₃
2. Amin primer dianalisa dengan : Reaksi Isonitril, Reaksi *Mosterd-oil*, Reaksi Indofenol, Reaksi Diazo, Reaksi p-DAB HCl, Reaksi Hinsberg.

D. Tes gugus karboksilat

- a. Perubahan warna indikator
- b. Pembentukan ester
- c. Pengendapan S dari thiosulfat
- d. Reaksi khusus

E. Uji gugus amida

Reaksi Biuret

F. Reaksi warna

Suatu sampel ditambah pereaksi tertentu akan menimbulkan warna. Biasanya dilakukan di plat tetes atau tabung reaksi.

G. Reaksi kristal

Reaksi kristal dapat dilakukan dengan Sublimasi, Aseton – air, Fe-kompleks, Bi-kompleks, Cu-kompleks, Asam encer, asam pikrat, HgCl₂, Dragendorf, Maeyer, Bouchardat, dll.

H. Reaksi Penentuan

Berdasarkan organoleptis, reaksi penggolongan, reaksi warna dan reaksi kristal yang spesifik untuk masing-masing zat, maka dapat disimpulkan zat yang diidentifikasi.

PERCOBAAN II
ALKALOID & ANALGETIK

Alkaloid adalah senyawa yang mempunyai struktur heterosiklik yang mengandung atom N di dalam intinya dan bersifat basa, karena itu dapat larut dalam asam-asam dan membentuk garam.

A. Reaksi warna

1. H₂SO₄ pekat
2. HNO₃ pekat
3. Reaksi Erdmann : 12 ml H₂SO₄ pekat + 8 tetes HNO₃ pekat
4. Marquis : 2 tetes formalin + H₂SO₄ pekat
5. Reaksi Frohde : (Amm. Molibdat 0,5% dalam air) + H₂SO₄ pekat
6. Hoshida : campuran Frohde dan Marquis (Amm. Molibdat 0,3 gram + Formalin 40% 0,5 ml + H₂SO₄ pekat 60 cc)
7. Mandelin (Amm. Vanadat 10% H₂SO₄ pekat)
8. FeCl₃

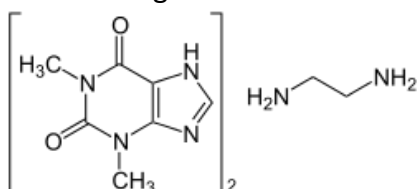
B. Reaksi Pengendapan/Kristal

1. Mayer
2. Bouchardat
3. Asam pikrat 10%
4. Dragendorf
5. HgCl₂
6. K₄Fe(CN)₆
7. K₃Fe(CN)₆
8. Asam fosfomolibdat : Amm. Molibdat dalam NaOH berlebih, NH₄OH nya diuapkan diatas w.b., kemudian dilarutkan dengan air.

C. Identifikasi

1. Aminophyllin

Rumus Bangun



- a. Zat bila dibakar → bau pandan
- b. Floresensi : biru lemah (dalam air/H₂SO₄ encer)
- c. Zat + Cu asetat → ungu + K₂Hg₄ → putih
- d. Zat + HCl → teofilin
- e. Zat + Aqua Brom → kristal putih

- f. Zat + Nessler → putih
- g. Zat+ Mayer → ungu
- h. Zat + Cu. Asetat → ungu
- i. Reaksi Murexide : positif
- j. Reaksi Parri : negatif
- k. Reaksi kristal dengan Dragendorf, Fe Kompleks.

2. Coffein

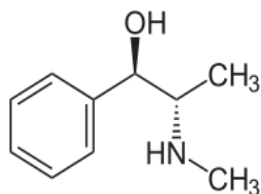
Rumus Bangun



- a. Reaksi Murexide : Zat + 1 tetes H₂O₂ 3% atau KClO₃ padat + 1 tetes HCl 25% panaskan → agak jingga + NH₄OH → ungu
- b. Larutan zat dalam air + I₂ tidak terjadi + HCl → coklat, larut dalam NaOH berlebihan
- c. Reaksi Parri → positif
- d. Reaksi Francois → biru
- e. Zat + Air + NaOH 5 tetes panaskan + AgNO₃ → hitam
- f. Lar. Jenuh zat + HgCl₂ 5% → putih, panaskan → kristal jarum
- g. Reaksi Zwikker : (1 ml pyridin 10% + lar. CuSO₄). Zat + pereaksi → kristal batang panjang tidak berwarna (mikroskop)

3. Ephedrin

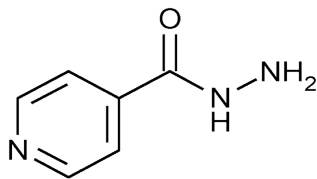
Rumus Bangun



- a. Mayer : negatif
- b. Bouchardat : positif
- c. Reaksi Iodoform : positif
- d. Zat + H₂SO₄ (e) + NaCl → 6 tetes NaOH 0,1 N, panaskan di wb → merah, setelah dingin → violet
- e. Zat + NaOH dipanaskan + Aqua Iod → Iodoform
- f. Reaksi Chen dan Kao : Zat + 1 ml air + 1 tetes garam CuSO₄ + 1 ml NaOH 4 N → violet, kocok dengan eter → merah ungu
- g. Zat + CuSO₄ encer + NaOH → ungu
- h. Zat + asam sulfanilat + NaNO₂ → merah tua/jingga
- i. Reaksi kristal dengan Dragendorf, K-oxalat padat.

4. Isoniazid

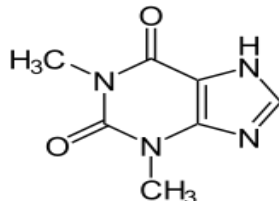
Rumus Bangun



- Zat + $\text{AgNO}_3 \rightarrow$ mereduksi
- Zat + vanilin + metanol + HCl \rightarrow kuning hijau
- Zat + $\text{KMnO}_4 \rightarrow$ netral perlahan warna,
 - Asam : (-)
 - Basa : cepat hijau
- Zat + asam fosfomolibdat + $\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$ biru
- Zat + Roux \rightarrow merah coklat
- Zat + DAB HCl \rightarrow jingga kuning
- Zat + NaOH panaskan keluar NH_3
- Zat dalam metanol + HCl + DAB \rightarrow merah coklat kadang-kadang kuning
- Reaksi kristal dengan Dragendorff, HgCl_2 , Fe. Kompleks, Asam Pikrat

5. Theofillin

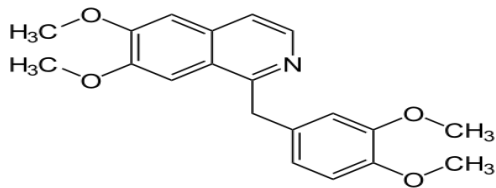
Rumus Bangun



- Reaksi Millon \rightarrow positif
- Reaksi Parri \rightarrow positif
- Zat + Air + NaOH 5 tetes panaskan + $\text{AgNO}_3 \rightarrow$ gel jernih tidak dapat dituang
- Zat + aqua Brom \rightarrow putih
- Zat + 1 tetes HCl + 1 tetes H_2O_2 , panaskan diatas w.b., sisa berwarna coklat + 1 tetes $\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$ merah ungu
- 10 mg asam sulfanilat + 5 tetes HCl dilutus dinginkan dalam es. Kedalam larutan dicampurkan 10 mg zat dalam 1 ml NaOH dipanaskan, dinginkan dalam es \rightarrow merah
- 10 mg zat + 1 ml HCl + 10 mg KClO_4 , uapkan sampai kering \rightarrow sisa merah coklat + 1 $\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$ merah violet (Murexide)
- Reaksi Kristal :
 - Zat + 1 ml HCl dilutus + $\text{HgCl}_2 \rightarrow$ kristal
 - Zat + 1 ml HCl dilutus + Dragendorff panaskan sebentar \rightarrow kristal
 - Zat + $\text{NH}_4\text{OH} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow$ kristal roset

6. Papaverin

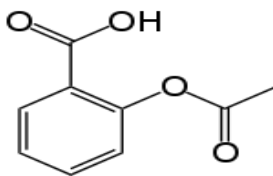
Rumus Bangun



- Zat + Erdmann → ungu, hijau biru pada kondisi dingin
- Zat + Marquis → coklat
- Zat + Frohde → violet merah sampai coklat
- Zat + $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{p})$ → ungu kadang hijau biru
- Bosmann : lar zat + $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{e})$ + KMnO_4 , kocok dengan CHCl_3 → larutan CHCl_3 violet

7. Asetosal

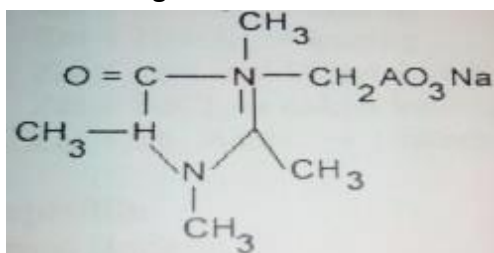
Rumus Bangun



- Zat + FeCl_3 → ungu
- Zat + Marquis → merah darah
- Zat + Frohde → ungu seketika
- Zat dalam alkohol + zwikker → sangat halus
- Zat + H_2O + CaCO_3 → kocok, saring. Filtrat + FeCl_3 → coklat muda
- Sublimasi : lihat kristal dibawah mikroskop

8. Antalgin

Rumus Bangun

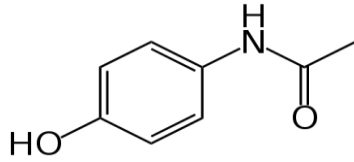


- Zat + Mayer → positif
- Zat + Bouchardat → positif
- Zat + HNO_3 → biru, hijau kuning
- Zat + FeCl_3 → biru, hijau kuning
- Zat + HCl + NaOCl → biru, hijau
- Zat direduksi dengan KMnO_4 → warna hilang
- Diazotasi : zat HCl + NaNO_2 + beta Naftol → jingga berubah coklat berubah hijau

- h. Zat + $\text{AgNO}_3 \rightarrow$ terbentuk kristal
- i. Reaksi kristal : Fe Kompleks

9. Acetaminophen

Rumus Bangun



- a. Zat + $\text{FeCl}_3 \rightarrow$ biru ungu
- b. Zat + HCl didihkan + air dinginkan \rightarrow tidak terbentuk endapan
- c. Zat + p-DAB HCl, terbentuk endapan kuning
- d. Zat + Diazo A dan B, terbentuk larutan warna jingga

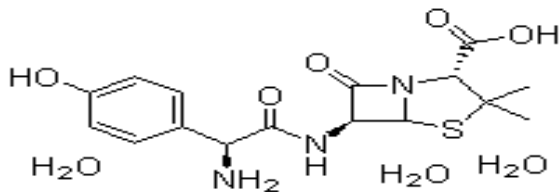
PERCOBAAN III
ANTIBIOTIK & ANTIHISTAMIN

Antibiotika adalah suatu zat kimia yang dihasilkan oleh mikroorganisme hidup yang berkhasiat bakteriostatik atau bakterisida terhadap mikroorganisme hidup lainnya.

Antihistamin adalah suatu senyawa obat yang dapat mengurangi efek farmakologis dengan cara memblokir masuknya histamin ketempat reseptor dalam sel.

1. Amoxicillin

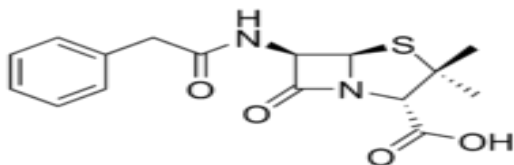
Rumus Bangun



- Zat + H₂SO₄ → kuning
- Zat + HNO₃ → kuning
- Zat + pereaksi Diazo A & B → merah
- Zat + FeCl₃ → coklat kuning
- Zat + Pb. Asetat → hitam

2. Ampisillin

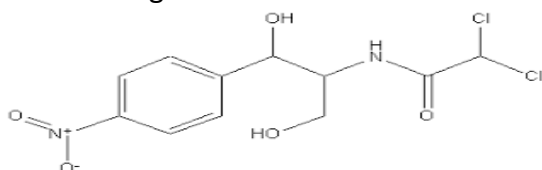
Rumus Bangun



- Lar Zat dalam air + Fehling → merah
- Zat + FeCl₃ → coklat
- Lar Zat dalam air + CuSO₄ dalam NaOH → ungu
- Reaksi kristal : aseton air, Mayer, Dragendorf

3. Kloramfenikol

Rumus Bangun

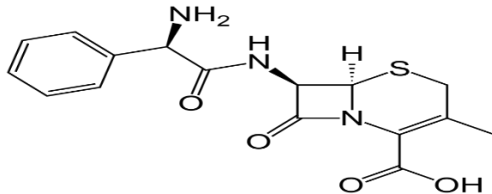


- Zat dalam air + H₂SO₄ → negatif
- Zat dalam air + 5 tetes Cu(NH₃)₂(NO₃)₂, diamkan 5 menit, panaskan 2 menit → coklat abu-abu

- c. Zat dalam air + $\text{AgNO}_3 \rightarrow$ tidak terbentuk endapan
- d. Zat dalam air + 2 ml NaOH 40% Pyridin, panaskan perlahan \rightarrow lapisan pyridin merah, lapisan air kuning ppt

4. Sefaleksin

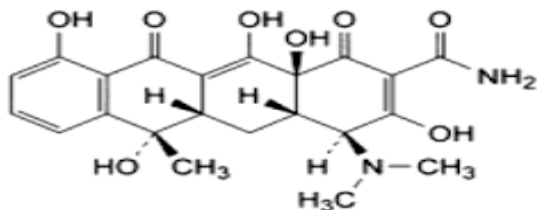
Rumus bangun



- a. Zat dalam air + Hidroksilamin HCl + NaOH, biarkan 5 menit + HCl + $\text{FeCl}_3 \rightarrow$ ungu merah
- b. Zat dalam air + larutan Potasium Cupril tartrat \rightarrow ungu/hijau yang kemudian bila didiamkan menjadi warna kuning/coklat
- c. Zat dalam air + $\text{FeCl}_3 \rightarrow$ tidak berwarna
- d. Zat + larutan parapormaldehid dalam $\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow$ kuning, kemudian bila dipanaskan dengan w.b. 2 menit dan langsung didinginkan tetap berwarna kuning

5. Tetrasiklin

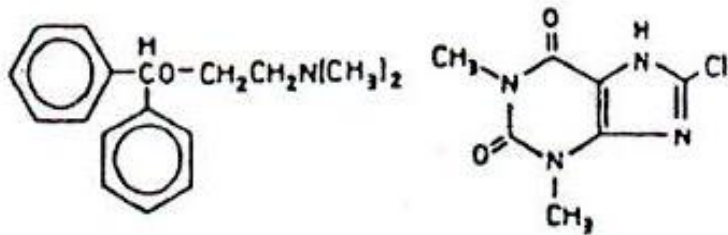
Rumus Bangun



- a. Zat + Marquis \rightarrow merah anggur
- b. Zat + Prohde \rightarrow merah anggur
- c. Zat + HNO_3 pekat \rightarrow negatif
- d. Zat + aqua brom \rightarrow kuning
- e. Zat + Nessler \rightarrow hitam seketika
- f. Zat + Millon \rightarrow rosa
- g. Zat + $\text{AgNO}_3 \rightarrow$ reduksi
- h. Zat + vanilin- $\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow$ ungu hijau
- i. Zat + H_2SO_4 pekat \rightarrow ungu hijau

6. Menhidrinat

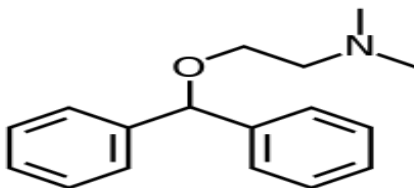
Rumus Bangun



- Zat + H_2SO_4 pekat \rightarrow jingga hingga merah
- Zat + HCl pekat \rightarrow rosa lemah
- Zat + HNO_3 pekat \rightarrow negatif
- Zat + aqua brom \rightarrow negatif
- Zat + Marquis \rightarrow kuning sampai coklat
- Zat + Prohde \rightarrow kuning jingga
- Zat + $FeCl_3$ \rightarrow merah coklat
- Zat + Roux \rightarrow coklat
- Reaksi kristal : Asam Pikrat, aseton air

7. Dipenhidramin

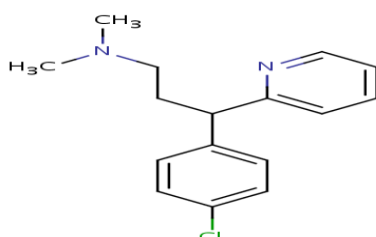
Rumus Bangun



- Zat + H_2SO_4 pekat \rightarrow jingga hingga merah
- Zat + $KMnO_4$ dipanaskan \rightarrow bau dimetilamin
- Zat dalam $HNO_3 + H_2SO_4$ \rightarrow merah violet, + air + kloroform, kocok \rightarrow lapisan kloroform violet
- Zat + aqua Iod \rightarrow hitam keunguan
- Zat + Marquis \rightarrow kuning
- Zat + Mayer \rightarrow ungu muda
- Reaksi kristal : Asam Pikrat, aseton air

8. Clotrimeton

Rumus Bangun



- a. Zat + Cuprifil → positif
- b. Zat + Marquis → kuning
- c. Zat + Prohde → kuning
- d. Zat + p-DAB HCl → biru hijau
- e. Reaksi kristal : Asam Pikrat, aseton air

9. Eritromisin

Rumus Bangun

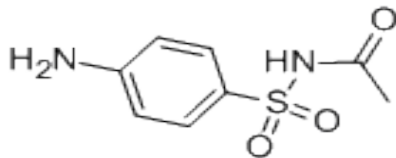
- a. Zat + Marquis → hitam
- b. Zat + FeCl_3 → kuning/jingga
- c. Zat + Cuprifil → ungu (kental)

PERCOBAAN IV SULFONAMIDA

Sulfonamida digunakan sebagai kemoterapeutika, antibiotika, desinfektan dan diuretika. Zat ini bersifat amfoter, mudah larut dalam aseton, umumnya tidak larut dalam air dingin.

1. Sulfoacetamid

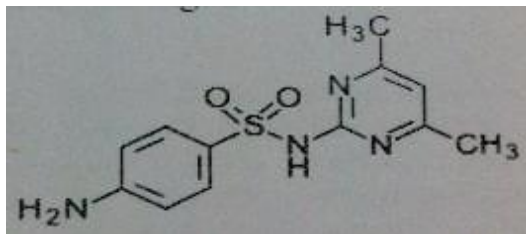
Rumus Bangun



- Reaksi Roux : hijau zamrud
- Zat + p-DAB-HCl \rightarrow hijau tua segera kuning jingga
- Zat + $\text{KBrO}_3 \rightarrow$ kuning jingga \rightarrow coklat tua
- Esterifikasi : Zat + etanol + H_2SO_4 pekat \rightarrow etil asetat
- Reaksi Parri : positif
- Reaksi kristal : p-DAB-HCl, aseton air, asam pikrat

2. Sulfadiazin

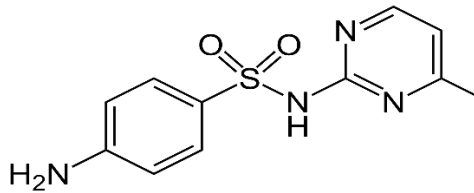
Rumus Bangun



- Reaksi Roux : segera ungu ---- biru hijau
- Zat + p-DAB-HCl \rightarrow kuning tua, jingga
- Zat + $\text{CuSO}_4 \rightarrow$ ungu kristal
- Zat dalam 2 ml NaOH 0,1 N + 10 ml air + 0,5 ml $\text{CuSO}_4 \rightarrow$ hijau dan hitam ---- kelabu ungu
- Reaksi Indofenol : merah rosa
- Reaksi Raybin : zat + H_2SO_4 pekat \rightarrow merah carmin + asam asetat glasial + $\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$ biru berfluoresensi kuning hijau
- Esterifikasi : zat + etanol + H_2SO_4 pekat \rightarrow etil asetat
- Reaksi Parri : positif
- Reaksi kristal : sublimasi, Na. posfat, potasium triiodida

3. Sulfamerazin

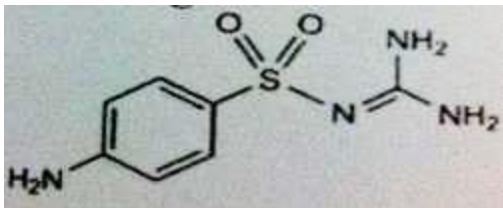
Rumus Bangun



- Reaksi Roux : violet – ungu biru – biru hijau – hijau
- Zat + p-DAB-HCl → jingga merah
- Zat + CuSO_4 → kelabu coklat
- Reaksi Vanilin → merah stabil
- Reaksi Indofenol : pink
- Reaksi Raybin : positif
- Reaksi kristal : sublimasi, aseton air, asam pikrat, dragendorf, Fe. Kompleks. Bouchardat

4. Sulfaguanidin

Rumus Bangun

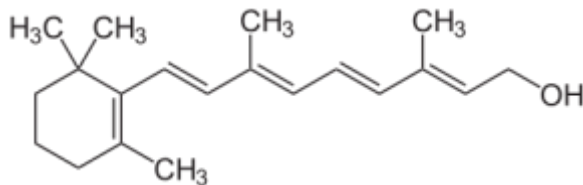


- Reaksi Roux : kuning hijau ---- hijau kotor
- Zat + p-DAB-HCl → jingga
- Zat + CuSO_4 → alkalis : biru ungu, netral : negatif
- Zat + KBrO_3 → ungu kecoklatan
- Reaksi Pyrolisa : ungu + gas NH_3
- Zat + 3 tetes HCl encer + air + 2 tetes NaNO_3 0,1% + 5 tetes diphenyl amin 1% dalam spiritus → merah ungu, tarik dengan kloroform → hijau kuning
- Reaksi kristal : sublimasi, asam picrolonat

PERCOBAAN V
VITAMIN & LAIN-LAIN

1. Vitamin A

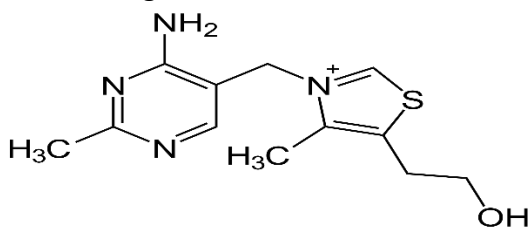
Rumus Bangun



- a. Fluoresensi : hijau kuning pupus
- b. Zat + AgNO₃ → rosa
- c. Zat dalam air → jingga
- d. Zat + Fosfomolibdat → biru
- e. Reaksi Carr dan Price : Zat dalam kloroform + SbCl₃ dalam kloroform → ungu coklat

2. Vitamin B1

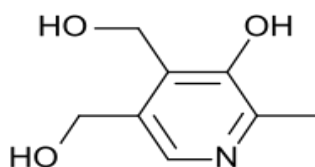
Rumus Bangun



- a. Formaldehyde Azo test : Zat + azo benzen + H₂SO₄ + NaOH + formaldehid → merah
- b. Zat + HgCl₂ → putih
- c. Zat + Nessler → kuning hitam
- d. Zat + NaOH → kuning hijau + KMnO₄ → hijau
- e. Zat + ninhidrin → kuning stabil
- f. Zat + Fosfomolibdat → biru
- g. Reaksi kristal : Fe. Kompleks, asam pikrat, Bouchardat

3. Vitamin B6

Rumus Bangun

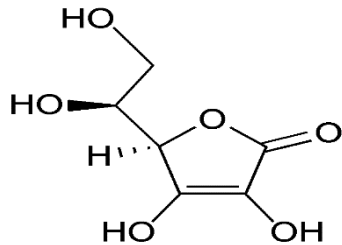


- a. Formaldehyde Azo test : Zat + azo benzen + H₂SO₄ + NaOH + fformaldehid → merah
- b. Zat + FeCl₃ → merah coklat
- c. Zat + Nessler → kuning hitam
- d. Zat + NaOH → kuning hijau + KMnO₄ → hijau
- e. Zat + ninhidrin → kuning stabil

- f. Zat + Fosfomolibdat → biru
- g. Zat + Diazo A & B + NaOH → kuning ---- jingga merah
- h. Reaksi kristal : Fe. Kompleks, asam pikrat, Bouchardat

4. Vitamin C

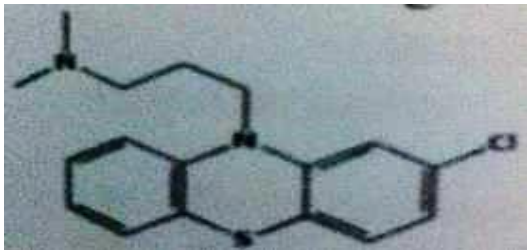
Rumus Bangun



- a. Zat + Nessler → hitam
- b. Zat + KMnO₄ dalam suasana dingin → warna ungu direduksi menjadi hitam
- c. Zat + air + NaHCO₃ + FeSO₄, kocok, diamkan → warna ungu
- d. Zat + Fosfomolibdat → ungu
- e. Zat + FeCl₃ → ungu
- f. Zat + HNO₃ + AgNO₃ → abu-abu
- g. Zat dalam air + Potasium Cupril Tartrat → jingga, dipanaskan → coklat merah

5. Chlorpromazine

Rumus Bangun



- a. Zat + H₂SO₄ pekat → rosa ---- rosa violet
- b. Zat + aqua brom → hitam ungu hijau
- c. Zat + FeCl₃ → rosa ---- rosa kecoklatan
- d. Reaksi Bleinstein : positif
- e. Reaksi Iodoform : positif
- f. Reaksi Roux : merah coklat
- g. Reaksi kristal : Fe kompleks, Dragendorf

KIMIA ANALISIS KUANTITATIF

Analisis kuantitatif fokus kajiannya adalah penetapan banyaknya suatu zat tertentu (analit) yang ada dalam sampel. Analisis kuantitatif terhadap suatu sampel terdiri atas empat tahapan pokok :

1. Pengambilan atau pencuplikan sampel (*sampling*).
2. Mengubah analit menjadi suatu bentuk sediaan yang sesuai untuk pengukuran.
3. Pengukuran.
4. Perhitungan dan penafsiran pengukuran.

Langkah pengukuran dalam suatu analisis dapat dilakukan dengan cara-cara kimia, fisika, biologi. Teknik laboratorium dalam analisis kuantitatif digolongkan ke dalam titrimetri (volumetri), gravimetri dan instrumental. Analisis titrimetri berkaitan dengan pengukuran volume suatu larutan dengan konsentrasi yang diketahui yang diperlukan untuk bereaksi dengan analit. Istilah analisis instrumental berhubungan dengan pemakaian peralatan istimewa pada langkah pengukuran.

Metode yang baik dalam suatu analisis kuantitatif seharusnya memenuhi kriteria, yaitu :

1. Peka (*sensitive*)
2. Presisi (*precise*)
3. Akurat (*accurate*)
4. Selektif
5. Praktis

Pemilihan metode yang memenuhi semua syarat di atas hampir tidak mungkin kita peroleh, sehingga perlu kita pilih kriteria yang sesuai dengan keadaan sampel yang kita uji. Faktor-faktor yang mempengaruhi pemilihan metode analisis adalah tujuan analisis, macam dan jumlah bahan yang dianalisis, ketetapan dan ketelitian yang diinginkan, lamanya waktu yang diperlukan untuk analisis, dan peralatan yang tersedia.

A. Alat-alat

1. Neraca (timbangan) analitik, syarat neraca yang baik, adalah sebagai berikut : akurat/teliti, stabil dan peka.
2. Alat ukur volume
Pada analisa volumetri alat ukur volume yang sering digunakan adalah :
 - a. Labu tentukur (*volumetric flask*)
 - b. Buret, berbentuk tabung dengan garis skala seperti pada pipet ukur dengan penampang yang sama dari atas ke bawah. Dibagian bawah dilengkapi dengan kran yang terbuat dari gelas atau teflon. Kapasitas yang sering digunakan 25 dan 50 ml, dengan pembagian skala 0,05 atau 0,1 ml.
 - c. Pipet, dibagi menjadi dua macam, yaitu :

- Pipet volume (*volumetric/transfer pipette*), sering disebut pipet gondok berbentuk pipa dibagian tengahnya terdapat pipa bulat dan pipa atas terdapat garis melingkar sebagai batas pengisian. Pipet ini digunakan untuk pengambilan cairan sebanyak volume yang teliti sesuai kapasitas pipet.
- Pipet ukur (*graduated/measuring pipette*), berbentuk tabung dengan garis skala seperti pada buret yang menyatakan banyaknya volume terukur. Titik nol terletak diatas sedang paling bawah menunjukkan kapasitasnya.

Cara Membersihkan Alat Gelas

Karena alat ukur volume hanya akurat bila dalam keadaan bersih, maka harus bebas dari pengotor minyak/lemak. Dapat diuji dengan menuang air suling dari alat, maka cairan yang tertinggal tidak boleh terputus-putus.

Untuk membersihkan lemak dapat digunakan detergen/'teepol', tuang larutan kedalam alat biarkan 2 menit.

Atau gunakan larutan jenuh kalium bikromat 5% dalam Asam sulfat pekat, isikan kedalam alat biarkan selama 1 malam. Keluarkan larutan bilas dengan air kran dan terakhir dengan air suling lalu keringkan, campuran pencuci setelah dipakai saring dan simpan.

B. Teknik Analisis Kuantitatif

1. **Pengendapan zat yang tidak akan dianalisis.** Gunakan pereaksi secukupnya sampai tidak terjadi endapan lagi. Untuk mengetahui apakah pereaksi sudah berlebihan atau tidak, dapat dilakukan dengan menguji cairan yang bening diatas endapan lagi menunjukkan pereaksi sudah berlebihan.
2. **Penimbangan.**Gunakan sendok untuk mengambil zat yang akan ditimbang. Pilih timbangan yang tepat sesuai kapasitasnya. Jangan menimbang zat melebihi kapasitas maksimal timbangan yang digunakan. Catat hasil timbangan.

Perhatikan contoh perintah penimbangan berikut :

"Timbang lebih kurang..." artinya : jumlah yang harus ditimbang tidak boleh kurang dari 90% dan tidak boleh lebih dari 110% dari jumlah yang harus ditimbang.

"Timbang dengan saksama..." artinya : deviasi penimbangan tidak boleh lebih dari 0,1% dari jumlah yang ditimbang.

Misalnya dengan pernyataan timbang seksama 500 mg, berarti batas kesalahan penimbangan tidak boleh lebih dari 0,5 mg. Oleh karena itu, penimbangan harus dilakukan dengan neraca analitik kepekaan minimal 0,5 mg.

Penimbangan saksama dapat juga dinyatakan dengan menambahkan angka 0 ddibelakang koma pada akhir bilangan bersangkutan.

Misalnya, dengan pernyataan timbang 200,0 mg dimaksudkan bahwa penimbangan harus dilakukan dengan batas kesalahan penimbangan tidak boleh lebih dari 0,2 mg.

3. **Pengukuran.** Pengukuran volume larutan bisa menggunakan gelas ukur, kecuali jika dinyatakan perintah "*ukur dengan saksama..."*", dimaksudkan bahwa pengukuran

dilakukan dengan memakai pipet standar dan harus digunakan sedemikian rupa sehingga kesalahannya tidak melebihi batas yang ditetapkan.

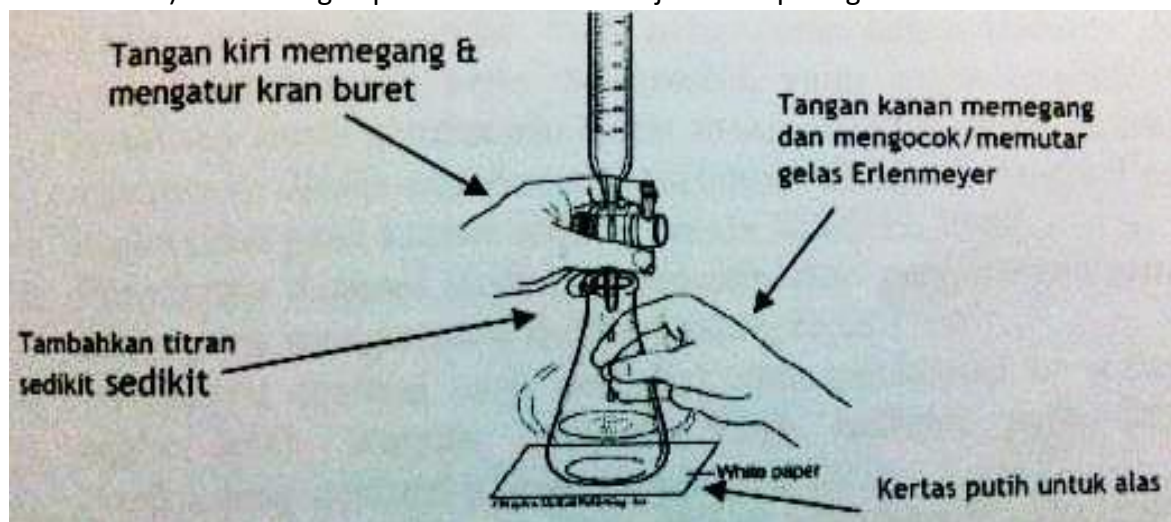
Pengukuran saksama dapat juga dinyatakan dengan menambahkan angka 0 di belakang angka koma terakhir bilangan yang bersangkutan. Misalnya dengan pernyataan pipet 10,0 ml bahwa pengukuran harus dilakukan dengan saksama.

4. **Penggunaan buret**

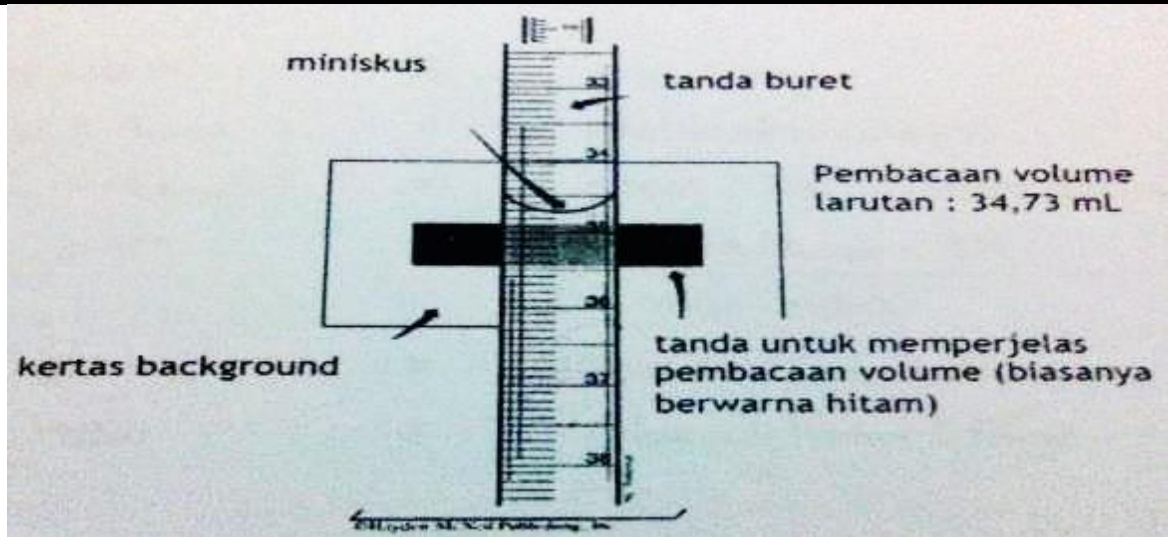
- Periksa terlebih dahulu apakah buret dalam kondisi baik (tidak pecah atau bocor), berikan sedikit saja vaselin pada kran agar pengaturan penetesannya mudah dilakukan.
- Bersihkan buret sebelum digunakan dengan air, bilaslah buret tersebut dengan sedikit zat kimia yang akan dimasukkan ke dalamnya.
- Masukkan zat kimia yang akan digunakan ke dalam buret tersebut dengan menggunakan corong. Lakukan pengisian sampai seluruh bagian buret terisi (perhatikan bagian bawahnya!) dan tidak terdapat gelembung gas pada buret.
- Pasang buret pada statif dan klem agar posisinya stabil dan tegak lurus.
- Untuk pembacaan skala digunakan kertas hitam-putih, pegang dibelakang buret sedikit dibawah permukaan garis lengkung (miniskus).
- Pada buret *Schellbach* dinding belakang bagian dalam diberi garis biru diatas dasar putih, pembacaan tepat pada bagian lancip dari garis biru.

5. **Pemilihan buret.** Lakukan titrasi orientasi terlebih dahulu menggunakan buret kapasitas 50,0 ml. Untuk selanjutnya, pada titrasi replikasi pemilihan buret harus berdasarkan ketentuan : Volume terukur yang teliti adalah sebanyak 20-80% dari kapasitas buret. Jadi, jika dari hasil orientasi didapat volume titrasi 10,0 ml, maka titrasi selanjutnya gantilah dengan buret kapasitas 25,0 ml.

6. **Cara titrasi.** Zat yang akan dititrasi disebut sebagai **titrat** (ditampung dalam erlenmeyer), sedangkan larutan yang digunakan untuk menitrasi disebut sebagai **titran** (dimasukkan ke dalam buret). Posisi tangan pada saat titrasi ditunjukkan seperti gambar dibawah.



7. **Pembacaan volume titrasi.** Mata harus sejajar miniskus, gunakan miniskus bahwa untuk menentukan volume titrasi. Jangan lupa perhatikan skala buret, karena masing-masing kapasitas buret memiliki skala yang berbeda.



8. **Penetapan dalam duplo.** Lakukan penetapan paling sedikit dua kali. Jika kesesuaian hasilnya lebih dari 0,4 hasil tersebut tidak dapat dirata-rata. Jika digunakan volume larutan sampel yang sama, maka pembacaan buret tidak boleh berselisih lebih dari 0,05 ml. Jika syarat-syarat ini tidak tercapai, maka harus dilakukan titrasi ulang sampai diperoleh selisih yang tidak lebih dari 0,05 ml.

9. **Penulisan angka penting**

Angka penting adalah semua digit dalam suatu bilangan (diperoleh dari pengukuran) yang bersifat pasti plus satu yang mengandung suatu ketidakpastian (perkiraan).

Penulisan angka hasil pengukuran, pada hakekatnya berkaitan dengan ketelitian alat yang dipakai. Cara penulisan angka penting mengikuti kaidah sebagai berikut :

- Secara umum, penulisan hasil pengukuran hanya terdapat satu angka yang harganya tak tentu (*uncertain*), yaitu angka terakhir. Contoh : penulisan hasil pembacaan buret makro dengan skala terkecil 0,1 ml seharusnya ditulis dua desimal, misalnya 12,65 ml. Angka 5 merupakan angka tidak pasti karena terletak antara 12,60-12,70 ml.
- Banyaknya desimal hasil penjumlahan atau pengurangan sama dengan faktor yang mengandung desimal paling sedikit.
- Banyaknya desimal hasil perkalian atau pembagian sama dengan satu angka lebih banyak daripada yang terdapat pada faktor yang mengandung desimal paling sedikit.
- Penulisan hasil akhir yang memerlukan pembulatan angka desimal, maka angka desimal 5 atau lebih dibulatkan ke atas, sedangkan angka desimal <5 dibulatkan ke bawah.
- Untuk penulisan angka pada kadar sampel gunakan 4 desimal.

C. **Cara Perhitungan Kadar**

Secara teoritis, titrasi dihentikan pada saat tercapai titik ekuivalensi. Pada saat titik tersebut, jumlah gram ekuivalensi (grek) titrat sama dengan jumlah gram ekuivalensi (grek) titran, sehingga dapat diturunkan rumus sebagai berikut :

	grek titran	=	grek titrat
	$V_{titran} \times N_{titran}$	=	mol x ekuivalensi
	$V_{titran} \times N_{titran}$	=	gram / BM x ekuivalensi
	gram	=	$\frac{V_{titran} \times N_{titran} \times BM}{\text{ekuivalensi}}$
	gram _{zat}	=	$V_{titran} \times N_{titran} \times BE_{zat}$
atau	mg _{zat}	=	$ml_{titran} \times N_{titran} \times BE_{zat}$

Jadi

$$\text{kadar} = \frac{mg_{zat}}{mg_{sampel}} \times 100 \text{ \% b/b}$$

$$\text{kadar} = \left(\frac{ml_{titran} \times N_{titran} \times BE_{zat}}{mg_{sampel}} \times 100 \right) \% \text{ b/b}$$

jika sampel dalam bentuk cairan, maka kadar dinyatakan dalam %b/v, sehingga rumus kadar menjadi:

$$\text{kadar} = \frac{mg_{zat}}{ml_{sampel} \times 1000} \times 100 \text{ \% b/v}$$

$$\text{kadar} = \left(\frac{ml_{titran} \times N_{titran} \times BE_{zat}}{ml_{sampel} \times 1000} \times 100 \right) \% \text{ b/v}$$

D. Satuan dan Rumus yang diperlukan :

1. Molaritas

Molaritas (M) adalah : banyaknya mol zat terlarut dalam tiap liter larutan

$$M = \text{mol/L} = \text{g/BM.V}$$

g = banyaknya zat terlarut (gram)

BM = berat molekul

V = volume larutan (liter)

2. Normalitas

Normalitas (N) adalah : banyaknya ekivalen zat terlarut tiap liter larutan

$$N = ek/V$$

$$ek = g/BE$$

$$BE = BM/n$$

$$N = g/BE.V = g.n/BM.V$$

PERCOBAAN VI TITRASI ASAM BASA

Titration asam basa adalah titration yang menggunakan prinsip reaksi ion H^+ dengan OH^- yang membentuk H_2O yang bersifat netral. Tujuan titration, misalnya dari suatu larutan basa dengan larutan standard suatu asam adalah untuk menetapkan jumlah asam yang secara kimiawi tepat ekuivalen dengan jumlah basa yang ada.

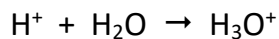
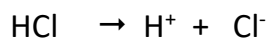
Teori –teori asam basa :

1. Teori Arrhenius

Asam adalah suatu senyawa yang bila dilarutkan dalam air akan melepaskan ion H^+ .

Basa adalah suatu senyawa yang bila dilarutkan dalam air akan melepaskan ion OH^- .

HCl dan HNO_3 adalah asam-asam kuat yang bila dilarutkan dalam air akan terdisosiasi sempurna melepaskan ion H^+ .



H^+ tidak terdapat bebas dalam air melainkan terikat dengan H_2O membentuk H_3O^+ .

2. Teori Bronsted Lowry

Asam adalah suatu senyawa yang dapat memberikan proton (donor proton).

Basa adalah suatu senyawa yang dapat menerima proton (akseptor proton).

Jadi asam dapat berbentuk :

- Molekul, misalnya : H_2SO_4 , H_2PO_4 , CH_3COOH
- Anion, misalnya : HSO_4^- , $H_2PO_4^-$
- Kation, misalnya : NH_4^+

Basa dapat berbentuk :

- Molekul, misalnya : NH_3
- Anion, misalnya CH_3O^-
- Kation, misalnya : $Fe(H_2O)_5(OH)^{++}$

3. Teori Lewis

Asam adalah suatu senyawa yang dapat menerima sepasang electron sunyi (akseptor elektron sunyi).

Basa adalah suatu senyawa yang dapat memberikan pasangan elektron sunyi (donor elektron sunyi).

Penetapan kadar obat banyak menggunakan titrasi asam basa. Dalam Farmakope Indonesia IV diantaranya adalah asam benzoate, asam fosfat, asam ntrat, asam tartrat, asam salisilat, dll.

Penetapan Kadar Asetosal (Farmakope Indonesia Edisi IV)

Sampel : Asetosal $C_9H_8O_4$, BM : 180,16

Pembuatan air bebas CO_2 .

Air dipanaskan hingga mendidih, kemudian dibiarkan mendidih selama 10 menit. Erlenmeyer langsung ditutup dan didinginkan.

Pembuatan Etanol Netral.

Etanol netral digunakan untuk estimasi. Etanol 5 ml ditambahkan indikator 1 tetes, lalu dititrasi dengan NaOH sampai warna merah muda, lalu dibuat sesuai kebutuhan tanpa penambahan indikator. Selanjutnya digunakan untuk titrasi sampel.

Larutan NaOH 0,1 N

Sebanyak 4 g NaOH padat dilarutkan dalam 1 liter air suling.

Pembakuan NaOH 0,1 N

Sebanyak 0,5 g KHP dimasukkan kedalam Erlenmeyer, kemudian ditambahkan 7,5 ml air bebas CO_2 dan indikator pp 2 tetes. Titrasi dengan NaOH 0,1 N sampai timbul warna merah muda. Catat berapa volume NaOH terpakai. Lakukan titrasi 3 kali. Hitung normalitas NaOH.

Penetapan Kadar Asetosal

Sebanyak 500 mg sampel mengandung asetosal dilarutkan didalam 10 ml etanol netral, kemudian ditambahkan 2 tetes indikator pp dan dititrasi dengan NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda.

Perhitungan

1ml NaOH 0,1 N setara dengan 18,02 $C_9H_8O_4$

PERCOBAAN VII TITRASI BEBAS AIR (TBA)

Titration Bebas Air (TBA) merupakan prosedur titimetri yang paling umum yang digunakan. Metode ini mempunyai 2 keuntungan, yaitu cocok untuk asam atau basa yang sangat lemah dan pelarut yang digunakan adalah pelarut organik yang juga mampu melarutkan analit organik. Prosedur yang paling umum digunakan untuk titrasi basa organik adalah dengan menggunakan titran asam perklorat dalam asam asetat.

Berbagai macam pelarut organik dapat digunakan untuk mengganti air karena pelarut ini kurang berkompetisi secara efektif dengan analit dalam hal menerima atau memberi proton.

1. Titrasi Bebas Air Basa Lemah

Asam asetat merupakan penerima proton yang sangat lemah sehingga tidak berkompetisi secara efektif dengan basa lemah dalam hal menerima proton. Hanya asam yang sangat kuat yang mampu memprotonasi asam asetat. Asam perklorat dalam larutan asam asetat merupakan asam yang paling kuat diantara asam-asam yang umum digunakan untuk titrasi basa lemah dalam medium bebas air. Dalam TBA biasanya ditambah dengan asam asetat anhidrida dengan tujuan untuk menghilangkan air yang ada dalam asam perklorat. Sebagai indikator dapat digunakan kristal violet, kuinaldin merah, oraset biru.

2. Titrasi Bebas Air Asam Lemah

Untuk TBA asam lemah, pelarut yang digunakan adalah pelarut yang tidak berkompetisi secara kuat dengan asam lemah dalam hal memberikan proton. Alkohol dan pelarut aprotik merupakan pelarut yang dapat menurunkan ionisasi asam dan basa. Termasuk ke dalam kelompok ini adalah pelarut non polar seperti benzena, CCl_4 serta hidrogen alifatik.

Penetapan Kadar Papaverin HCl

Sampel : Papaverin HCl, $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{NO}_4 \cdot \text{HCl}$, BM : 375,86

Pembuatan larutan

Larutan asam perklorat 0,05N

Masukkan 450 ml asam asetat glasial ke dalam labu tentukur 1 liter, kemudian tambahkan 4,25 ml asam perklorat 70%, dan tambahkan 15 ml asam asetat anhidrida, kemudian diaduk. Dinginkan pada suhu kamar, kemudian tambahkan asam asetat glasial sesukunya hingga 1000 ml, biarkan selama 24 jam.

Indikator kristal violet

Sebanyak 1 gram kristal violet dilarutkan dalam asam asetat glasial bebas air hingga 100 ml

Pembakuan larutan

Pembakuan larutan asam perklorat 0,05 N

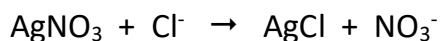
Sebanyak 100 mg Kalium biftalat dimasukkan ke dalam erlenmeyer, tambahkan 10 ml asam asetat glasial, aduk sampai larut, selanjutnya ditambah 2 tetes indikator kristal violet. Titrasi dengan larutan HClO_4 0,05 N sampai timbul warna biru tua.

Penetapan Kadar Papaverin HCl

Sebanyak 250 mg sampel dilarutkan dalam 10 ml asam asetat glasial, tambahkan 3 ml Hg(II) asetat 0,05 N dan 2 tetes indikator kristal violet. Titrasi dengan HClO_4 0,05 N sampai terjadi perubahan warna dari ungu menjadi biru.

PERCOBAAN VIII ARGENTOMETRI

Argentometri adalah metode titrasi yang didasarkan pada reaksi pengendapan dengan perak nitrat sebagai titran. Argentometri digunakan untuk menentukan kadar halogenida dan senyawa lain yang membentuk endapan dengan AgNO_3 pada suasana tertentu. Titrasi argentometri disebut juga dengan titrasi pengendapan karena pada argentometri memerlukan senyawa yang relatif tidak larut atau endapan. Reaksi yang mendasari titrasi argentometri adalah :



Indikator menyebabkan terjadinya reaksi pada titik akhir dengan titran sehingga terbentuk endapan yang berwarna merah bata.

Ada 3 metode titrasi argentometri berdasarkan indikator yang digunakan :

1. Metode Mohr

Metode ini dapat digunakan untuk menetapkan kadar klorida dan bromida dalam suasana netral (pH 6-10) dengan larutan baku perak nitrat dengan penambahan larutan kalium kromat sebagai indikator. Pada permulaan titrasi akan terjadi endapan perak klorida dan setelah tercapai titik ekuivalen, maka penambahan sedikit perak nitrat akan bereaksi dengan kromat membentuk endapan perak kromat yang berwarna merah.

2. Metode Volhard

Metode ini didasarkan pada pengendapan perak tiosianat dalam larutan asam nitrat, dengan menggunakan ion besi (III) sebagai indikator. Metode ini digunakan untuk titrasi langsung perak dengan larutan tiosianat atau titrasi tak langsung ion klorida, bromida, iodida, tiosianat dengan titrasi kembali setelah ditambah larutan baku AgNO_3 berlebih.

Anion asam lemah seperti oksalat, karbonat dan arsenat dengan garam perak yang larut dalam asam, dapat ditentukan dengan pengendapan pada pH lebih tinggi dan penyaringan garam peraknya. Endapan kemudian dilarutkan dalam asam nitrat dan perak dititrasi langsung dengan tiosianat. Titik akhir titrasi ditunjukkan dengan adanya perubahan warna dari kuning menjadi merah.

3. Metode Fajans

Pada metode ini digunakan indikator adsorpsi, yang mana pada titik ekuivalen, indikator teradsorpsi oleh endapan. Indikator ini tidak memberikan perubahan warna kepada larutan, tetapi pada permukaan endapan.

Hal-hal yang harus diperhatikan pada metode ini adalah, endapan harus dijaga sedapat mungkin dalam bentuk koloid, larutan tidak boleh terlalu encer karena endapan yang terbentuk sedikit sekali sehingga mengakibatkan perubahan warna indikator tidak jelas, dan ion indikator harus bermuatan berlawanan dengan ion pengendap. Ion indikator harus tidak teradsorpsi sebelum tercapai titik ekuivalen, tetapi harus teradsorpsi kuat setelah tercapai titik ekuivalen.

Penetapan Kadar Vit.B6 (Piridoxin HCl)

Pembuatan Larutan

Larutan Perak Nitrat 0,05 N

Sebanyak 4,250 gram Kristal AgNO_3 dilarutkan dalam labu tentukur 500 ml dengan aquadest sampai tanda batas.

Larutan Natrium klorida 0,05 N

Sebanyak 1,461 gram Kristal NaCl dilarutkan dalam labu tentukur 500 ml sampai tanda batas

Pembakuan Larutan

Pembakuan larutan AgNO_3 0,05 N dengan NaCl 0,05 N

Pipet dengan tepat 10,0ml larutan NaCl 0,05 N, masukkan dalam Erlenmeyer, dan tambahkan 1 ml indikator K_2CrO_4 0,1 M. Titrasi dengan larutan AgNO_3 0,05 N sampai endapan berwarna merah bata.

Penetapan Kadar Piridoxin HCl (BM = 205,64)

Sebanyak 250 mg sampel dilarutkan dalam 10 ml aquadest, tambahkan 1 ml indikator K_2CrO_4 . Titrasi dengan larutan AgNO_3 0,05 N sampai endapan berwarna merah bata.

PERCOBAAN IX KOMPLEKSOMETRI

Titration kompleksometri didasarkan pada terbentuknya kompleks antara suatu ligan dengan suatu logam. Syarat suatu senyawa kompleks yang dapat digunakan untuk titration kompleksometri adalah :

1. Jangka waktu pembentukan kompleks tidak terlalu lama
2. Kompleks yang terbentuk harus stabil
3. Reaksi harus berjalan kuantitatif
4. Tidak terbentuk reaksi samping
5. Adanya suatu perubahan yang nyata untuk menentukan titik akhir titration yang dapat ditunjukkan oleh suatu indikator atau secara potensiometri

Ada 2 bentuk ikatan kompleks yang terjadi yaitu kompleks biasa dan kompleks khelat.

Kompleks khelat diawali oleh seorang ahli kimia yang bernama Schwarzenbach yang menyadari bahwa ion asetat mampu membentuk kompleks aseto yang rendah kestabilannya dengan kebanyakan kation logam. Karena itu dibentuk suatu asam aminokarboksilat yang merupakan zat pengompleks dengan sifat stabil. Salah satunya adalah Etilen Diamin Tetra Asetat (EDTA) yang akan membentuk kompleks 1:1 yang stabil dengan semua logam kecuali logam alkali.

EDTA merupakan pengompleks yang paling luas dipakai dengan beberapa alasan diantaranya :

1. Senyawa dengan aksi pengompleks yang sangat kuat
2. Titik akhir titration dapat diamati dengan jelas
3. Tersedia secara komersial

Penetapan Kadar Kalsium Laktat, $C_6H_{10}CaO_6 \cdot 5H_2O$, BM 308,3

Larutan pereaksi dan pembuatannya :

Larutan dinatrium etilendiamina (Na_2EDTA) 0,05 M

Sebanyak 18,61 gram Na_2EDTA dilarutkan dengan air suling, cukupkan sampai volume 1 liter

Larutan Magnesium sulfat, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, BM 246,47

Sebanyak 12,398 magnesium sulfat dilarutkan dengan aquadest, cukupkan sampai volume 1 liter sampai tanda batas.

Indikator Kalkon

100 mg kalkon dicampur dengan 10 gram Na_2SO_4 anhidrat P

Larutan Dapar Salmiak

Sebanyak 70 gram NH_4Cl dilarutkan didalam 300 ml NH_4OH 25%, encerkan dengan aquadest sampai pH yang dikehendaki (pH 10), kemudian diencerkan dengan aquadest sampai 1 liter.

Pembakuan Larutan Na_2EDTA

Sebanyak 10,0-ml $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ diatur keasamannya dengan menambahkan dapar salmiak pH $9-10 \pm 5$ ml, kemudian tambahkan indicator kalkon 40-50 mg, titrasi dengan larutan Na_2EDTA 0,05 M sampai terbentuk warna merah jadi biru.

Penetapan Kadar Kalsium Laktat

Timbang sampel $\pm 100-150$ mg larutkan didalam 30 ml air, asamkan sedikit dengan HCl encer. Kemudian encerkan dengan 100ml aquadest sampai larut. Tambahkan ± 1 ml NaOH 30% tetes per tetes (cek pH = 12-13) dan tambahkan indicator kalkon 40-50 mg, titrasi dengan Na_2EDTA dari warna merah jambu sampai warna biru.

Perhitungan

1 ml Na_2EDTA 0,05M setara dengan 10,91 mg kalsium laktat

PERCOBAAN X
TITRASI NITRIMETRI
(REAKSI DIAZOTASI)

A. Tujuan

Praktikan mampu mengidentifikasi zat dalam suatu sampel serta mampu menetapkan kadarnya menggunakan prinsip reaksi diazotasi.

B. Prinsip Reaksi

Pembentukan garam diazotanium

C. Teori

Metode nitrimetri ini berdasarkan pada reaksi antara amina aromatik primer dengan natrium nitrit dalam suasana asam membentuk garam diazonium (dikenal dengan reaksi diazotasi).



Nitrimetri adalah penetapan kadar suatu zat dengan jalan titrasi menggunakan larutan natrium nitrit sebagai titran. Titrasi ini digunakan untuk penetapan kadar Amin Primer Aromatik berdasarkan reaksi pembentukan garam diazonium dengan asam nitrit pada suhu dibawah 15°C. Reaksi diazotasi dapat dipercepat dengan menambahkan kalium bromida.

Reaksi yang terjadi sangat cepat, maka titrasi harus dilakukan perlahan-lahan. Untuk menjaga kondisi suhu dapat digunakan bongkahan es atau sirkulator. Diatas suhu 15°C garam diazonium yang terbentuk akan terhidrolisa menjadi fenol dan reaksi tidak berlangsung kuantitatif.

Titik akhir titrasi tercapai apabila terjadi warna biru seketika bila larutan dioleskan pada pasta kanji/kertas kanji iodida. Dan bila larutan dibiarkan 1 menit, dan larutan dioleskan pada pasta kanji/kertas kanji iodida akan menunjukkan hasil yang sama.



Penetapan titik akhir dapat juga ditunjukkan dengan campuran tropeolin-oo dan biru metilen sebagai indikator dalam. Titik akhir dapat juga ditunjukkan secara potensiometri dengan menggunakan elektroda kalomel platina.

D. Prosedur

1. Pembuatan Larutan Titer 0,1 N

Timbang seksama 7,5 gram NaNO₂, larutkan dalam 1000 ml air.

2. 1. Pembuatan Indikator

- Indikator Luar : pasta KI-amilum
 - 750 mg KI larutkan dalam 5 ml aquadest
 - 5 gram amylum larutkan dalam 35 ml air.
 - Tuangkan kedua campuran ke dalam 100 ml air mendidih, campur hingga rata dan dinginkan. Oleskan pada lempeng porselin.
 - Indikator dalam : Tropeolin OO dan metilen blue 0,1%
Etiapperobaan ditambahkan sebeum titrasi 5 tetes larutan tropeolin oo 0,1% dan 3 tetes metilen blue 0,1%. Amati perubahan wana dari merah violet menjadi biru.
3. Pembakuan Larutan Titer NaNO_2 0,1 N
Timbang saksama 100 mg asam sulfanilat/sulfanilamid, masukkan dalam erlenmeyer. Tambahkan 5 ml HCl pekat dan 1 gram KBr, tambahkan 20 ml air, aduk hingga larut. Masukkan ke dalam penangas es dinginkan sampai suhu kurang dari 15°C . Titrasi dengan NaNO_2 dengan indikatorpasta KI-amilum sampai bila sedikit larutan titrasi digoreskan pada pasta KI-amilum segera menjadi biru (setelah sebelumnya larutan titrasi didiamkan selama ± 2 menit) . Lakukan titrasi triplo, hitung N NaNO_2 .
4. Penetapan Kadar Sulfadiazin
Timbang seksama 200 mg sampel, masukkan dalam erlenmeyer. Tambahkan 20 ml aquadest, aduk hingga larut. Tambahkan HCl pekat dan 1 gram KBr, masukkan dalam penangas es dinginkan sampai suhu $\leq 15^\circ\text{C}$. Titrasi dengan NaNO_2 0,1 N, sampai terjadi warna biru setelah digoreskan pada pasta KI-amilum (setelah sebelumnya larutan titrasi didiamkan selama ± 2 menit). Lakukan titrasi triplo, hitung kadar sampel sulfadiazine.

PERCOBAAN XI
TITRASI OKSIDASI-REDUKSI
(REAKSI REDOKS)

A. TUJUAN UMUM

Praktikan mampu mengidentifikasi zat dalam suatu sampel serta mampu menetapkan kadarnya menggunakan prinsip reaksi oksidasi dan reduksi.

B. MATERI TERKAIT

Oksidasi adalah pelepasan satu atau lebih elektron dari suatu atom, ion atau molekul. Sedang reduksi adalah penangkapan satu atau lebih elektron oleh suatu atom, ion atau molekul. Tidak ada elektron bebas dalam sistem kimia, dan pelepasan elektron oleh suatu zat kimia selalu disertai dengan penangkapan elektron oleh bagian yang lain, dengan kata lain reaksi oksidasi selalu diikuti reaksi reduksi.

Dalam reaksi oksidasi reduksi (redoks) terjadi perubahan valensi dari zat-zat yang mengadakan reaksi. Disini terjadi transfer elektron dari pasangan pereduksi ke pasangan pengoksidasi. Kedua reaksi paro dari suatu reaksi redoks umumnya dapat ditulis sbb :



Di mana **red** menunjukkan bentuk tereduksi (disebut juga reduktan atau zat pereduksi), **oks** adalah bentuk teroksidasi (oksidan atau zat pengoksidasi), **n** adalah jumlah elektron yang ditransfer dan **e** adalah elektron.

Reaksi redoks secara luas digunakan dalam analisa titrimetri dari zat-zat anorganik maupun organik. Untuk menetapkan titik akhir pada titrasi redoks dapat dilakukan secara potensiometrik atau dengan bantuan indikator.

Analisis volumetri yang berdasarkan reaksi redoks diantaranya adalah bromatometri, yodometri, yodimetri, yodatometri, permanganometri dan serimetri.

PERCOBAAN XII
TITRASI PERMANGANOMETRI

A. Tujuan

Penetapan kadar sampel berdasarkan atas reaksi reduksi oksidasi dengan KMnO_4 .

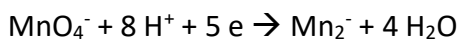
B. Prinsip reaksi

Oksidasi-Reduksi

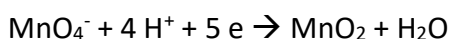
C. Teori

Kalium permanganat merupakan oksidator kuat yang dapat bereaksi dengan cara berbeda-beda tergantung pada pH larutannya. Titrasi permanganometri digunakan untuk menetapkan kadar reduktor dalam suasana asam sulfat encer. Dalam suasana penetapan basa atau asam lemah akan terbentuk endapan coklat yang MnO_4 yang mengganggu.

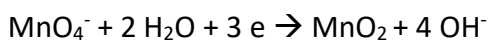
a. Dalam asam sulfat encer :



b. Dalam asam lemah :



c. Dalam larutan netral atau basa :



Pada prinsipnya Titrasi permanganometri dilakukan dengan bantuan pemanasan ($\pm 70^\circ\text{C}$) untuk mempercepat reaksi. Pada awal reaksi titrasi warna merah mantap untuk beberapa saat menandakan reaksi berlangsung lambat.



Pada penambahan titran selanjutnya, warna merah hilang makin cepat karena ion Mangan (II) yang terjadi berfungsi untuk mempercepat reaksi. Selanjutnya titran dapat ditambahkan lebih cepat sampai titik terakhir, yaitu sampai pada tetesan dimana warna merah jambu pucat mantap. Titrasi permanganometri tidak memerlukan indikator karena larutan KMnO_4 sendiri sudah berfungsi sebagai indikator.

D. Prosedur

1. Pembuatan larutan titer KMnO_4 0,1 N

Masukkan 3,161 gram KMnO_4 dalam labu tentukur encerkan dengan air hingga 1000,0 ml, dididihkan selama 15-30 menit, dinginkan pada suhu kamar. Simpan dalam botol coklat.

2. Pembakuan larutan titer KMnO_4 0,1 N

Timbang seksama 150 mg asam oksalat. Masukkan dalam Erlenmeyer 100 ml, tambahkan dengan 15 ml H_2SO_4 2N. Titrasi dengan KMnO_4 0,1 N hingga warna merah jambu mantap.

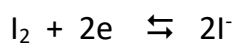
3. Penetapan kadar

Timbang seksama 150 mg sampel, tambahkan 10 ml asam sulfat encer. Titrasi dengan larutan KMnO_4 0,1 N. Lakukan titrasi triplo. Hitung kadar sampel.

PERCOBAAN XIII TITRASI IODIMETRI

Iodimetri tergolong kepada reaksi reduksi oksidasi (redoks). Iodimetri adalah suatu metode analisis kuantitatif yang mana suatu agen pereduksi dititrasi langsung dengan iodium (I_2). Titrasi yang melibatkan iodium dapat dilakukan dengan 2 cara yaitu titrasi langsung (iodimetri) dan titrasi tidak langsung (iodometri).

Iodium merupakan oksidator yang relative kuat dengan nilai potensial oksidasi sebesar +0,535 V. Pada saat reaksi oksidasi, iodium akan direduksi menjadi iodide sesuai dengan reaksi :



Iodium akan mengoksidasi senyawa yang mempunyai potensial reduksi yang lebih kecil dibanding iodium. Vitamin C mempunyai potensial reduksi yang lebih kecil daripada iodium sehingga dapat dilakukan titrasi langsung dengan iodium. Larutan baku iodium yang telah dibakukan dapat digunakan untuk membakukan larutan natrium tiosulfat. Deteksi titik akhir pada iodimetri ini dilakukan dengan menggunakan indikator amilum yang akan memberikan warna biru pada saat tercapainya titik akhir.

A. Prosedur

1. Pembuatan larutan titer I_2 0,1 N

Larutkan 18 gram KI dalam 30 ml air dalam labu tertutup. Timbang sekitar 12,69 gram I_2 dalam gelas arloji, tambahkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan KI. Tutup labu dan kocok hingga Iodium larut. Diamkan larutan dalam suhu kamar dan tambahkan air hingga 1000,0 ml.

2. Pembuatan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N

Timbang lebih kurang 26 gram natrium tiosulfat dan 200,0 mg natrium karbonat dalam air bebas karbon dioksida segar secukupnya hingga 1000,0 ml.

3. Larutan KIO_3 0,1 N

Sebanyak 3,586 gram KIO_3 dilarutkan dalam labu tentukur 1 liter dengan aquadest sampai tanda batas.

4. Pembuatan Indikator Amilum 0,5%

0,5 gram amylum disuspensikan dalam 5 ml aquadest. Tambahkan sedikit-sedikit sambil diaduk kedalam 95 ml air mendidih. Panaskan terus sampai larutan bening.

5. Pembakuan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N dengan KIO_3 0,1 N

Pipet dengan tepat 10,0-ml larutan KIO_3 0,1 N dan masukkan dalam Erlenmeyer, tambahkan larutan 0,8 gram KI dalam air dan tambahkan 1 ml HCl pekat. Tutup Erlenmeyer dan simpan dalam tempat gelap selama lebih kurang 5 menit agar reaksi berjalan sempurna. Kemudian titrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N sampai larutan

berwarna kuning muda. Tambahkan 1 ml indikator amilum 0,5% dan lanjutkan titrasi sampai warna biru hilang. Hitung N tiosulfat

6. Pembakuan larutan titer I_2 dengan $Na_2S_2O_3$

- Pipet 10,0-ml larutan $Na_2S_2O_3$ yang telah dibakukan, masukkan dalam erlenmeyer, titrasi dengan larutan I_2 sampai larutan berwarna kuning muda. Kemudian tambahkan 1ml amilum 0,5%, dan lanjutkan titrasi sampai terbentuk warna biru. Lakukan triplo. Hitung normalitas I_2 .

7. Penetapan kadar metampiron

- Timbang saksama 200 mg sampel, masukkan dalam erlenmeyer 100 ml tambahkan 5 ml larutan HCl 0,02 N dan 1 ml indikator amilum 0,5%. Titrasi dengan I_2 0,1 N sampai terbentuk warna biru yang mantap selama 2 menit. Lakukan titrasi triplo

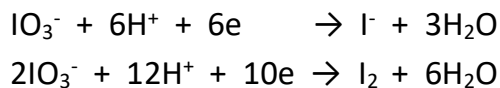
8. Perhitungan :

1 ml larutan iodium 0,1 N setara dengan 16,67 mg metampiron

PERCOBAAN XIV IODATOMETRI

Iodatometri adalah suatu metode titrasi oksidimetri menggunakan kalium iodat (KIO_3) sebagai oksidatornya. Titrasi iodatometri merupakan salah satu titrasi redoks. Titrasi redoks didasarkan pada perpindahan elektron antara titran dengan sampel yang diuji. Larutan kalium iodat dibuat dengan melarutkan sejumlah tertentu kalium iodat dalam air secukupnya. Kalium iodat merupakan baku primer karena mempunyai kemurnian yang tinggi dan bersifat stabil.

Larutan baku kalium iodat tidak menggunakan normalitas tapi molaritas. Normalitas kalium iodat dapat bermacam-macam tergantung reaksi yang terjadi. Hal ini dapat dilihat pada 2 reaksi dibawah ini :



Pada penetapan kadar dengan kalium iodat digunakan pelarut organik seperti kloroform atau karbon tetraklorida untuk menetapkan titik akhir. Permukaan kloroform menjadi berwarna pada permulaan titrasi, setelah semua zat pereduksi sudah dioksidasi maka iodat dan iodidanya bereaksi dengan I^- sehingga warna dari lapisan kloroform akan hilang.

Penetapan Kadar Asam Askorbat

Sampel : asam askorbat atau vitamin C, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$, BM 176,13

Pembuatan larutan pereaksi dan indikator

Larutan kalium iodat 1 M KIO_3

Sebanyak 4,28 gram kalium iodat dilarutkan dengan air suling dalam labu tentukur 1 liter (jika perlu dengan pemanasan). Cukupkan air suling sampai tanda batas.

Penetapan Kadar Asam Askorbat

Larutkan sampel dalam 15 ml air suling, lalu tambahkan sebanyak 7,5 ml HCl 2 N dan 5 ml kloroform. Selanjutnya ditambahkan 5 ml KIO_3 1 M dan dititrasi dengan larutan thiosulfat (dibakukan dengan KIO_3 , prosedur lihat iodimetri) sampai warna ungu hilang.

Perhitungan

1meq KIO_3 setara dengan $\frac{1}{2}$ mmol asam askorbat

PERCOBAAN XV TITRASI BROMOMETRI

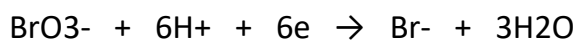
2 cara dapat dilakukan yaitu :

- Langsung :

KBrO₃ dalam suasana asam bersifat oksidator dan zat yang akan dititrasi dapat bereaksi secara langsung dengan KBrO₃.

Cara :

Zat dilarutkan dalam suasana asam, lalu dititrasi dengan KBrO₃ (KBrO₃ akan mengoksidasi zat).



1 grol = 6grek

Pada titik akhir titrasi (TAT) (setelah semua zat bereaksi dengan KBrO₃), BrO₃⁻ akan mengoksidasi Br⁻ menjadi Br₂ yang bebas → warna larutan menjadi kuning → tanda berakhirnya titrasi.

Cara lain untuk mengetahui titik akhir titrasi dengan menggunakan indikator → TAT lebih jelas.

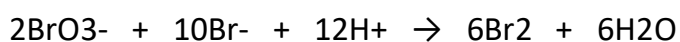
Indikator :

1. Irreversible (indikator teroksidasi oleh Br₂) : metil red, metil orange, fuchsin dll)
 2. Reversible (Br₂ akan tersubstitusi) : quinoline yellow, p-etoksi-crysoidin)
- Jadi yang diperlukan untuk titrasi bromatometri :
 1. Larutan titer/ baku primer KBrO₃ 0,1 N
 2. Indikator

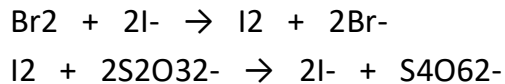
- Tidak langsung

Untuk zat₂ yang yidak dapat bereaksi dengan KBrO₃ secara langsung, tetapi dapat bereaksi dengan Br₂ yang terbentuk sebagai hasil reaksi.

Cara : zat dilarutkan dalam suasana asam, lalu ditambah KBr dan larutan KBrO₃ sehingga terbentuk Br₂.



Br₂ yang terbentuk akan beraksi dengan zat, sedangkan kelebihan Br₂ ditentukan secara iodometri, dengan menambahkan KI kedalam larutan, I₂ yang terbentuk dititrasi dengan tiosulfat, indikator kanji.



Jadi yang diperlukan untuk titrasi bromometri :

1. Larutan KBrO_3 0,1 N
2. Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N
3. KBr
4. KI
5. Indikator amilum

Reaksi yang mungkin terjadi pada bromometri :

1. Substitusi \rightarrow fenol & turunannya, amin aromatis & turunannya
2. Adisi \rightarrow Barbitol, kafein dll
3. Oksidasi : vit.C, INH

Pembuatan larutan baku KBrO_3 0,1 N (lihat FI)

Larutkan 2,783 g KBrO_3 dalam 1000,0 ml aquadest

Penetapan Kadar INH

1. Larutkan \pm 0,150 g yang ditimbang saksama dalam aquadest dan diadkan sampai 100,0 ml. Pipet 20,0 ml larutan, tambahkan 100 ml aquadest, 20 ml HCl , 0,2 g KBr dan 2 tetes larutan etoksi krisoidin. Titrasi perlahan dengan 0,1 N KBrO_3 , kocok kuat sampai warna merah hilang.
 $1\text{ ml } 0,1\text{ N } \text{KBrO}_3 \infty 3,429\text{ C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}$
2. 40 mg zat murni dilarutkan dalam 10 ml air (kelarutan 1 : 10) dalam labu Erlenmeyer 100-200ml. Tambahkan 25 ml HCl 2%. Titrasi dengan larutan baku KBrO_3 0,1 N dengan 2 tetes indikator merah metil, titrasi dilakukan perlahan sekali (3-4ml/menit) sampai warna hilang.
 $1\text{ ml } 0,1\text{ N } \text{KBrO}_3 \infty 3,429\text{ C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}$

PERCOBAAN XVI
LEMBAR KERJA
PENETAPAN KADAR SAMPEL CAMPURAN

1. Sampel : Vitamin C dan Asetosal

- a. ditetapkan secara..... dengan indikator.....
- b. ditetapkan secara..... dengan indikator.....

2. Data Pembakuan Larutan Titer I (.....)

(BM :)			Volume Titran (ml)	Paraf (Dosen/asisten)
Zat + kertas perkamen (mg) A	Kertas perkamen + sisa zat (mg) B	Berat Zat (mg) (A - B)		
			- =	
			- =	
			- =	
			- =	

Perhitungan Normalitas larutan Baku

a. Reaksi :

b. Perhitungan

3. Data Pembakuan Larutan Titer II (.....)

(BM :)			Volume Titran (ml)	Paraf (Dosen/asisten)
Zat + kertas perkamen (mg) A	Kertas perkamen + sisa zat (mg) B	Berat Zat (mg) (A - B)		
			- =	
			- =	
			- =	
			- =	

Perhitungan Normalitas larutan

a. Reaksi :

b. Perhitungan

4. Data Penetapan Kadar Sampel I

(BM :)			Volume Titran (ml)	Paraf (Dosen/asisten)
Zat + kertas perkamen (mg) A	Kertas perkamen + sisa zat (mg) B	Berat Zat (mg) (A - B)		
			- =	
			- =	
			- =	
			- =	

Perhitungan Kadar Sampel I

a. Reaksi :

b. Perhitungan

5. Data Penetapan Kadar Sampel II

(BM :)			Volume Titran (ml)	Paraf (Dosen/asisten)
Zat + kertas perkamen (mg) A	Kertas perkamen + sisa zat (mg) B	Berat Zat (mg) (A - B)		
			- =	
			- =	
			- =	
			- =	

Perhitungan Kadar Sampel II

a. Reaksi :

b. Perhitungan

PERCOBAAN XVII
SPEKTROFOTOMETER
ULTRAVIOLET-VISIBEL

A. TEORI

Teknik spektroskopik adalah salah satu analisis fisiko kimia yang mengamati tentang interaksi atom atau molekul dengan radiasi elektromagnetik (REM). Interaksi REM dengan molekul akan menghasilkan satu atau dua macam dari tiga kejadian yang mungkin terjadi sebagai akibat interaksi atom molekul dengan REM adalah hamburan (scattering), absorpsi (*absorption*) dan emisi (*emission*) REM oleh atom atau molekul yang diamati.

Pada teknik spektroskopik ada dua macam instrumen yaitu spektrometer dan spektrofotometer. Spektrometer menggunakan monokromator celah yang tetap pada bidang fokal, sedangkan spektrofotometer adalah spektrometer yang dilengkapi dengan detektor yang bersifat foto elektrik.

Dalam bidang farmasi analisa menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis dikenal sebagai metode utama, baik untuk identifikasi, pemeriksaan kemurnian maupun untuk penetapan kadar. Spektrofotometri serap adalah pengukuran serapan radiasi elektromagnetik panjang gelombang tertentu yang sempit, mendekati monokromatik, yang diserap zat. Pengukuran serapan dapat dilakukan pada daerah ultraviolet (panjang gelombang 190-380 nm) atau pada daerah tampak (panjang gelombang 380-780 nm).

Suatu molekul akan menyerap energi dari luar apabila energi tersebut besarnya sama dengan energi yang dibutuhkan oleh molekul tersebut untuk melakukan transisi pada level energinya, oleh karena molekul tiap level yang berbeda maka energi yang dibutuhkan oleh senyawa tidak sama, yakni tertentu jumlahnya sesuai dengan rumus :

$$E = h\nu = hc / \lambda$$

E = energi (erg)

h = tetapan Planck ($6,62 \times 10^{-27}$ erg^{-sec})

v = frekuensi (cps)

c = kecepatan cahaya (3×10^{10} cm/sec)

λ = panjang gelombang (nm)

Intensitas cahaya yang diserap tergantung dari jumlah molekul atau kadar larutan dari zat peresap. Ini merupakan dari analisa kuantitatif dan dapat dinyatakan dengan **Hukum Beer** sebagai berikut :

$$A = a \cdot b \cdot c$$

A = resapan

a = daya serap

b = tebal larutan (cm)

c = konsentrasi (g/L)

PENGARUH pH TERHADAP BENTUK SPEKTRUM

A. Tujuan

Untuk mengetahui pengaruh bentuk spektrum terhadap pH pelarut.

B. Alat dan Bahan

- | | |
|---------------------|-----------------------|
| a. Baku Vitamin B1 | f. Spektrofotometer |
| b. Baku Parasetamol | g. Aquadest |
| c. NaOH/HCl 0,1 N | h. Timbangan Analitik |
| d. Alat-alat gelas | |

C. Cara Kerja

1. Pembuatan Spektrum (UV)

- Timbang seksama 100,0 mg baku murni Vitamin B1, masukkan dalam labu tentukur 100-ml, tambahkan aquadest sampai tanda batas (larutan Baku primer/Induk), pipet 2,0 ml dari larutan induk masukkan dalam labu tentukur 100-ml, encerkan dengan aquadest.
- Lakukan hal yang sama pada Vitamin B1 dengan pelarut NaOH 0,1 N dan HCl 0,1 N.
- Ukur serapan dari masing-masing larutan berbeda pH dengan Spektrofotometer.

2. Pembuatan Spektrum Asam Salisilat

- Timbang seksama 100,0 mg baku murni Asam Salisilat, (larutkan dengan etanol) masukkan dalam labu tentukur 100-ml, larutkan dengan aquadest sampai tanda batas (larutan Baku primer/Induk), pipet 2,0 ml dari larutan induk masukkan dalam labu tentukur 100,0 ml, encerkan dengan aquadest.
- Lakukan hal yang sama pada asam salisilat dengan pelarut NaOH 0,1 N dan HCl 0,1 N.
- Tambahkan pereaksi warna $\text{FeCl}_3/\text{FeNO}_3$
- Ukur serapan dengan Spektrofotometer

D. Hasil Spektrum Ultra Violet

E. Hasil Spektrum Visibel

F. Pembahasan

PERCOBAAN XVIII

PENETAPAN KADAR KAFEIN DALAM MINUMAN ENERGI DENGAN KCKT

TUJUAN PERCOBAAN :

1. Mahasiswa mengetahui prinsip dasar analisis sampel dengan alat KCKT
2. Mahasiswa mampu menentukan kadar kafein dari suatu sampel

TEORI SINGKAT

KCKT adalah alat yang sangat bermanfaat dalam analisis. Sebenarnya alat ini merupakan perkembangan tingkat tinggi dari kromatografi kolom. Selain dari pelarut yang menetes melalui kolom dibawah grafitasi, didukung melalui tekanan tinggi sampai dengan 400 atm.

KCKT memperbolehkan penggunaan partikel yang berukuran sangat kecil untuk material terpadatkan dalam kolom yang mana akan memberi luas permukaan yang lebih besar berinteraksi antara fase diam dan molekul-molekul yang melintasinya. Hal ini memungkinkan pemisahan yang lebih baik dari komponen-komponen dalam campuran.

Melalui metode KCKT dimungkinkan analisis campuran dalam jumlah kecil dalam waktu yang cepat, keunggulannya bila dibandingkan dengan kromatografi gas antara lain, dengan teknik ini dapat dilakukan analisis campuran zat yang bersifat termolabil dan kemungkinan pemisahan diperluas dengan memvariasikan komposisi fase gerak (*solvent programming*) disamping kecepatan aliran, suhu dan jenis fase diam.

Beberapa hal yang perlu diperhatikan pada analisis KCKT antara lain :
Kolom harus dijaga jangan terkontaminasi dengan sisa-sisa sampel maupun pelarut yang digunakan sebelumnya. Setiap percobaan selesai kolom harus dicuci dengan air-metanol, asetonitril-air, atau isopropanol 10% selama kurang lebih 15 menit. Pelarut harus jernih dan bebas udara, aerasi dapat dilakukan dengan mengaliri gas He atau menggunakan *vacuum degasser*.

Metode KCKT dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif. Untuk analisis kualitatif dengan membandingkan kromatogram sampel dengan kromatogram baku pembanding berdasarkan waktu retensinya. Sedangkan untuk analisis kuantitatif dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan :

$$C_x = A_x/A_p \times C_p$$

Keterangan :

A = peak area = luas puncak

C = konsentrasi

X = Sampel

P = Pembanding

Atau dapat pula ditentukan dengan menggunakan kurva kalibrasi larutan standar.

ALAT DAN BAHAN

Alat :

a.KCKT

b.Kolom : C18 (nonpolar)

c. Syringe

- d. Pipet volume 10 ml
- e. Labu tentukur 50 ml

Bahan :

- a. Kafein
- b. Minuman berenergi
- c. Methanol p.a
- d. Asetonitril
- e. Aqua bidest

Prosedur Kerja :

A. Pembuatan Larutan Baku Kafein

1. Timbang saksama 25 mg kafein, masukkan ke dalam labu tentukur 50 ml tambahkan pelarut metanol pa 30% 25 ml, kocok hingga larut.
2. Lakukan aerasi terhadap larutan 1 dengan ultasonic bath selama 15 menit
3. Encerkan dengan metanol p.a 30% sampai garis tanda, kemudian saring (Karutan stock A)
4. Pipet 10 ml (Larutan Standar A), masukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, encerkan dengan pelarut metanol p.a 30% sampai garis tanda
5. Pipet 5 ml (Larutan Standar B), masukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, encerkan dengan pelarut metanol p.a 30% sampai garis tanda
6. Ambil masing-masing 1 ml larutan standar A dan B, masukkan ke dalam vial dan injeksikan sebanyak 10 μ l ke dalam kolom KCKT. Tentukan komposisi fase gerak yakni 70% metanol : 28% air dan 2% asetonitil serta laju alir 1 ml/menit dan panjang gelombang detektor 254 nm
7. Tentukan berapa % area untuk kedua larutan standar dan buatlah kurva kalibrasi untuk kedua larutan standar tersebut

B. Larutan Sampel

1. Ambil sebanyak 5 ml larutan sampel, masukkan kedalam labu tentukur 10 ml, encerkan dengan metanol p.a 30% sampai garis tanda. Kemudian aerasikan selama 15 menit
2. Pipet 1 ml larutan sampel, masukkan ke dalam vial dan lakukan pemisahan dengan parameter yang sama seperti pada larutan standar
3. Tentukan kadar kafein dalam sampel

DATA PENGAMATAN

Catat hal-hal penting dan data pengamatan anda pada lembaran tersendiri

DAFTAR PUSTAKA

1. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Rrepublik Indonesia, Jakarta.
2. Anonim, 1995, Farmakope indonesia edisi IV, Departemen Kesehatan Rrepublik Indonesia, Jakarta.
3. Day, R. A. dan Underwood, A. L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh : Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
4. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik : *vulometri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
5. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F J., Crouch, S.R., 1999, *Analitical Chemistry : an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.