

Nama :	Nomor Meja
No BP :	
Shift dan Kelompok :	

PENUNTUN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Semester Genap 2019/2020

TIM DOSEN



**Fakultas farmasi
Universitas Andalas
Padang
2019**

Editor

Dr. Regina Andayani, M.Si, Apt
Fitriani Armin, M.Si, Apt
Dr. Rustini, Apt
Purnawan Pontana Putra, M.Si., Apt
Annisa Fauzana, M.Farm., Apt

KATA PENGANTAR

Buku penuntun praktikum ini disusun adalah untuk membantu mahasiswa dalam melaksanakan pekerjaan praktikum Kimia Farmasi Analisis Kuantitatif. Di dalamnya termasuk 10 metoda percobaan yang dibagi berdasarkan sifat-sifat kimia dari obat yang akan dianalisis. Di samping itu dimasukkan pula peraturan umum dan keselamatan kerja di laboratorium. Oleh karena itu mahasiswa harus memahami buku penuntun sebelum masuk praktikum supaya percobaan dapat dilaksanakan dengan baik.

Perlu diingat tujuan praktikum adalah untuk memantapkan pengertian dari materi yang diberikan dalam perkuliahan serta untuk melatih mahasiswa mampu melaksanakan analisis kuantitatif obat baik dalam bentuk tunggal atau campuran.

Jumlah objek praktikum yang ditugaskan untuk dikerjakan sangat terbatas hal ini untuk efisiensi biaya, walaupun demikian diharapkan dapat mewakili obat-obat yang tidak dipraktikumkan dan mahasiswa sudah memperoleh pengalaman dalam menentukan semua jenis golongan obat secara kuantitatif.

Demikian penuntun ini disusun, semoga dapat digunakan sebagaimana mestinya. Kami sangat mengharapkan kritik dan saran dari pembaca demi perbaikan selanjutnya.

Padang, Agustus 2019

Tim Kimia Farmasi Kuantitatif

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR.....	3
Daftar Isi	4
Tabel Periodik Unsur.....	5
PERATURAN UMUM DAN KESELAMATAN KERJA.....	6
LARUTAN PEREAKSI	7
GAMBAR ALAT YANG DIGUNAKAN DI LABORATORIUM.....	8
(PERCOBAAN I Acidi-Alkalimetri)	9
(PERCOBAAN II Titrasi Bebas Air)	13
(PERCOBAAN III Iodatometri)	16
(PERCOBAAN IV Iodimetri dan Iodometri)	18
(PERCOBAAN V Bromatometri dan Bromometri).....	21
(PERCOBAAN VI Nitrimetri).....	23
(PERCOBAAN VII Kompleksometri).....	26
(PERCOBAAN VIII Kompleksometri Campuran).....	29
(PERCOBAAN XI Asam Basa + Iodatometri).....	30
(PERCOBAAN X Spektrofotometri)	31
Daftar Pustaka	35
LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF	36

PERIODIC TABLE OF ELEMENTS

TABEL PERIODIK UNSUR

1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18

Atomic #	Symbol	Name	Weight	State
1	H	Hydrogen	1.008	Gas
2	He	Helium	4.0026	Gas
3	Li	Lithium	6.94	Metal
4	Be	Beryllium	9.0122	Metal
5	B	Boron	10.81	Metalloid
6	C	Carbon	12.011	Nonmetal
7	N	Nitrogen	14.007	Nonmetal
8	O	Oxygen	15.999	Nonmetal
9	F	Fluorine	18.998	Nonmetal
10	Ne	Neon	20.180	Nonmetal
11	Na	Sodium	22.990	Metal
12	Mg	Magnesium	24.305	Metal
13	Al	Aluminum	26.982	Metal
14	Si	Silicon	28.085	Metalloid
15	P	Phosphorus	30.974	Nonmetal
16	S	Sulfur	32.06	Nonmetal
17	Cl	Chlorine	35.45	Nonmetal
18	Ar	Argon	39.948	Nonmetal
19	K	Potassium	39.098	Metal
20	Ca	Calcium	40.078	Metal
21	Sc	Scandium	44.956	Metal
22	Ti	Titanium	47.867	Metal
23	V	Vanadium	50.942	Metal
24	Cr	Chromium	51.996	Metal
25	Mn	Manganese	54.938	Metal
26	Fe	Iron	55.845	Metal
27	Co	Cobalt	58.933	Metal
28	Ni	Nickel	58.693	Metal
29	Cu	Copper	63.546	Metal
30	Zn	Zinc	65.38	Metal
31	Ga	Gallium	69.723	Metal
32	Ge	Germanium	72.630	Metalloid
33	As	Arsenic	74.922	Nonmetal
34	Se	Selenium	78.971	Nonmetal
35	Br	Bromine	79.904	Nonmetal
36	Kr	Krypton	83.798	Nonmetal
37	Rb	Rubidium	85.468	Metal
38	Sr	Strontium	87.62	Metal
39	Y	Yttrium	88.906	Metal
40	Zr	Zirconium	91.224	Metal
41	Nb	Niobium	92.906	Metal
42	Mo	Molybdenum	95.95	Metal
43	Tc	Technetium (98)		Metal
44	Ru	Ruthenium	101.07	Metal
45	Rh	Rhodium	102.91	Metal
46	Pd	Palladium	106.42	Metal
47	Ag	Silver	107.87	Metal
48	Cd	Cadmium	112.41	Metal
49	In	Indium	114.82	Metal
50	Sn	Tin	118.71	Metal
51	Sb	Antimony	121.76	Nonmetal
52	Te	Tellurium	127.60	Nonmetal
53	I	Iodine	126.90	Nonmetal
54	Xe	Xenon	131.29	Nonmetal
55	Cs	Caesium	132.91	Metal
56	Ba	Barium	137.33	Metal
57-71		Lanthanum series		Metal
72	Hf	Hafnium	178.49	Metal
73	Ta	Tantalum	180.95	Metal
74	W	Tungsten	183.84	Metal
75	Re	Rhenium	186.21	Metal
76	Os	Osmium	190.23	Metal
77	Ir	Iridium	192.22	Metal
78	Pt	Platinum	195.08	Metal
79	Au	Gold	196.97	Metal
80	Hg	Mercury	200.59	Metal
81	Tl	Thallium	204.38	Metal
82	Pb	Lead	207.2	Metal
83	Bi	Bismuth	208.98	Nonmetal
84	Po	Polonium (209)		Nonmetal
85	At	Astatine (210)		Nonmetal
86	Rn	Radon (222)		Nonmetal
87	Fr	Francium (223)		Metal
88	Ra	Radium (226)		Metal
89-103		Actinium series		Metal
104	Rf	Rutherfordium (261)		Metal
105	Db	Dubnium (268)		Metal
106	Sg	Seaborgium (269)		Metal
107	Bh	Bohrium (270)		Metal
108	Hs	Hassium (277)		Metal
109	Mt	Meitnerium (278)		Metal
110	Ds	Darmstadtium (281)		Metal
111	Rg	Roentgenium (282)		Metal
112	Cn	Copernicium (285)		Metal
113	Nh	Nihonium (286)		Metal
114	Fl	Flerovium (289)		Metal
115	Mc	Moscovium (290)		Metal
116	Lv	Livermorium (293)		Metal
117	Ts	Tennesine (294)		Metal
118	Og	Oganesson (294)		Metal

For elements with no stable isotopes, the mass number of the isotope with the longest half-life is in parentheses.



Design Copyright © 2017 Michael Dayah (michael@dayah.com). For a fully interactive version with orbitals, isotopes, compounds, and free printouts, visit <http://www.ptable.com>

PERATURAN UMUM DAN KESELAMATAN KERJA

Sebelum bekerja di Laboratorium Kimia Farmasi Kuantitatif harus diperhatikan agar praktikan mengenal dan memahami peraturan yang berhubungan dengan tempat kerja dan inti dalam keselamatan kerja di laboratorium. Laboratorium kimia merupakan tempat berbahaya untuk bekerja. Untuk itu praktikan diwajibkan menaati peraturan dan keselamatan kerja.

PERATURAN UMUM

1. Hadir tepat pada waktu yang telah ditentukan
2. Memakai sepatu, jas laboratorium dan masker
3. Mengetahui MSDS (Material Safety Data Sheet) dari bahan yang digunakan
4. Telah mempelajari teori – teori materi praktikum yang akan dilakukan pada hari tersebut.

KESELAMATAN KERJA

Dilaboratorium terdapat pelarut organik yang mudah terbakar. Penggunaan korek api atau alat yang dapat menimbulkan nyala api harus diperhatikan. Periksa terlebih dahulu lingkungan sekitar apakah ada pelarut organik yang mudah terbakar.

Untuk pengamanan dalam kasus kebakaran, di dalam laboratorium telah disiapkan Alat pemadam kebakaran api ringan. Dalam kasus darurat dapat langsung menelfon pemadam kebakaran kota Padang (0751) 28558.

Harus diperhatikan pelarut organik mudah terbakar dan meledak ketika dekat dengan api. Pelarut organik banyak yang bersifat beracun, karsinogenik atau keduanya. Contoh pelarut karbonklorida, bila terakumulasi di dalam tubuh, dapat menyebabkan kerusakan hati.

Cara mengetahui aroma bahan kimia harus hati-hati, disarankan agar tidak menghirup secara langsung bahan kimia tersebut. Bila diperlukan mencium, kibaskan sedikit uap dengan telapak tangan ke arah hidung.

Asam asetat: Asam asetat glasial bersifat korosif untuk menyebabkan luka serius pada kulit. Uapnya dapat mengiritasi mata dan hidung. Hati-hati untuk tidak menghirup uapnya dan tidak membiarkan uap terkurung di laboratorium.

Acetone : Relatif tidak toksik dibanding dengan pelarut lain, tetapi mudah terbakar. Sebaiknya digunakan tidak dekat api.

Etanol : Etanol mempunyai sifat toksik. Dalam laboratorium resiko terutama dari api karena mudah terbakar. Bekerja menggunakan etanol hati-hati, dimana tidak ada nyala api.

Methanol : Metanol lebih toksik dari etanol; “ingestion can cause blindness and

even death”, Oleh karena methanol sangat mudah menguap, bahaya api dapat segera terjadi.

Chloroform : Chloroform seperti carbon tetrachlor bersifat toxic, telah digunakan sebagai anestetik tetapi termasuk daftar yang kemungkinan karsinogenik, oleh karena itu kloroform sebaiknya tidak digunakan secara rutin sebagai pelarut dalam laboratorium.

LARUTAN PEREAKSI

Beberapa pereaksi dalam konsentrasi pekat, sebelum digunakan beberapa pereaksi tersebut di encerkan terlebih dahulu, selanjutnya dihitung konsentrasinya. Berikut contoh pereaksi dengan konsentrasi, berat jenis dan beratnya Tabel 1

TABEL 1. KEKUATAN PEREAKSI

Pereaksi	Berat Jenis, g/ml	Persen Berat	Kira-kira Molaritas
HCl	1,18	36	12
HNO ₃	1,42	72	16
H ₂ SO ₄	1,83	95	18
HC ₂ H ₃ O ₂ (glacial)	1,057	99,5	17
NH ₄ OH	0,9	28 (NH ₃)	15

Pengenceran dapat dilakukan dengan menggunakan pelarut yang cocok, contoh pelarut dapat dilihat dipustaka seperti farmakope dan artikel ilmiah.

KEKUATAN PEREAKSI

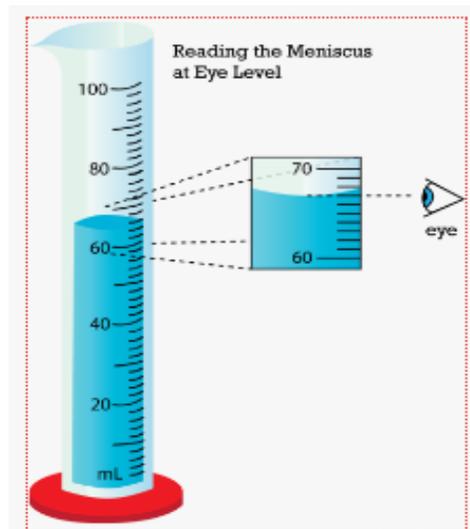
$$Molaritas(M) = \frac{mol}{L} = \frac{mmol}{mL}$$

$$Normalitas(N) = \frac{eqv}{L} = \frac{meq}{mL}$$

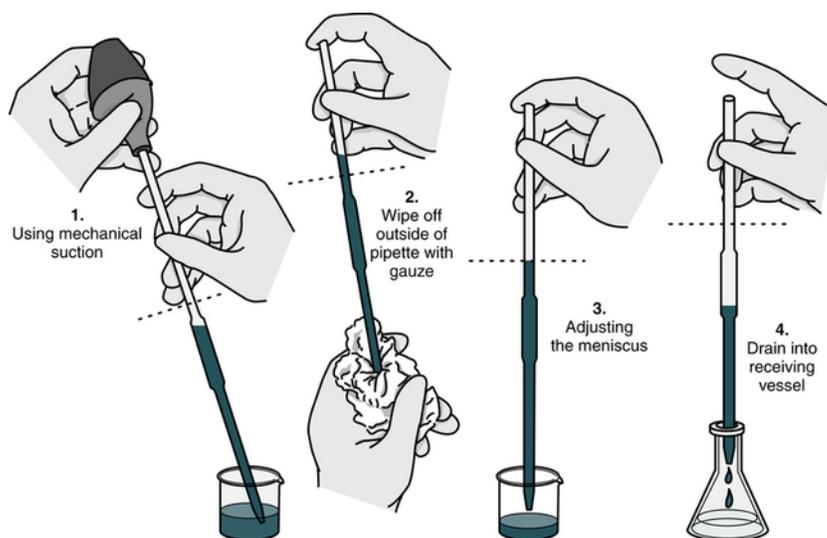
GAMBAR ALAT YANG DIGUNAKAN DI LABORATORIUM



Cara menggunakan buret pada titrasi



Cara melihat larutan titer pada buret



Cara memegang pipet

Catatan : Alat gelas harus dicuci bersih setelah digunakan.

PERCOBAAN I (ACIDI-ALKALIMETRI)

1.1 Tujuan Percobaan

- Memahami teori acidi dan alkalimetri
- Menganalisis kadar dari sampel
- Memahami tahap reaksi kimia yang terjadi
- Menjelaskan alasan penambahan bahan

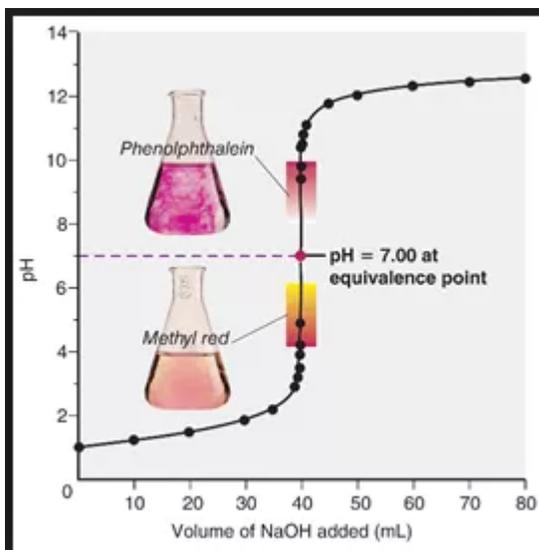
1.2 Dasar Teori

Asidimetri dan alkalimetri termasuk reaksi netralisasi yaitu reaksi antara reaksi ion hydrogen yang berasal dari asam dengan ion hidroksida yang berasal dari basa untuk menghasilkan air yang bersifat netral. Netralisasi dapat juga dikatakan sebagai reaksi antara pemberi proton dan dengan penerima proton. Asidimetri adalah metode penetapan kadar secara kuantitatif terhadap senyawa-senyawa yang bersifat basa dengan menggunakan baku asam. Sebaliknya alkalimetri merupakan penetapan kadar senyawa-senyawa yang bersifat asam dengan menggunakan baku basa. Titrasi langsung asam-basa dalam larutan air.

Titration langsung asam-basa dalam larutan air

1. Titrasi asam kuat/basa kuat

Gambar dibawah merupakan titrasi yang diperoleh dengan cara titrasi asam kuat (HCl) dengan basa kuat (NaOH). Pada awal titrasi perubahan nilai pH berlangsung lambat sampai menjelang titik equivalen. Pada saat titik equivalen nilai pH meningkat drastis, untuk mengamati titik akhir titrasi dapat digunakan indikator atau menggunakan metode elektrokimia.



2. Titrasi asam lemah dengan basa kuat dan titrasi basa lemah dengan asam kuat.

Jika sejumlah kecil volume asam kuat atau basa kuat ditambahkan pada basa lemah atau asam lemah maka nilai pH akan meningkat secara drastis disekitar 1 unit pH,

di bawah atau diatas nilai pKa. Beberapa asam atau basa dapat memberikan atau menerima lebih dari suatu proton karenanya 1 mol analit ekuivalen dengan lebih dari 1 mol titran.

Pemilihan Indikator

Indikator	Range pH	Warna	
		Asam	Basa
Kuning metil	2,4-4,0	Merah	Kuning
Biru Bromfenol	3,0-4,6	Kuning	Biru
Jingga Metil	3,1-4,4	Jingga	Metil
Hijau Bromkresol	3,8-5,4	Kuning	Biru
Merah Metil	4,2-6,3	Merah	Kuning
Ungu bromkresol	5,2-6,8	Kuning	Ungu
Biru bromtimol	6,1-7,6	Kuning	Biru
Merah fenol	6,8-8,4	Kuning	Merah
Merah kresol	7,2-8,8	Kuning	Merah
Biru Timol	8,0-9,6	Kuning	Biru
Fenolftalein	8,2-10,0	Tak berwarna	Merah
Timolftalein	9,3-10,5	Tak berwarna	Biru

1.3 Prosedur Analisis

Larutan Preaksi:

1. Larutan basa

Pembuatan larutan NaOH 0,1 N

Ditimbang seksama 4 g NaOH, selanjutnya larutkan dengan menggunakan aquadest, aduk sampai larut, tambahkan aquadest sampai 1 liter.

a. Larutan NaOH dibakukan dengan asam oksalat $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$. (BM = 126,07).

b. Kalium hydrogen biftalat - $\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4 \cdot \text{K}$ (BM = 204,2) sangat cocok untuk pembakuan larutan NaOH. Perhitungan : ekuivalen sama dengan berat formula. Kalium hidrogen biftalat mudah direkristalisasi, pada suhu temperatur 125 °C, tidak higroskopis dan mudah larut dalam air. Perubahan warna indikator sangat tajam jika hidroksida tidak banyak mengandung karbonat.

2. Larutan asam

Pembuatan larutan H_2SO_4 0,1 N

Ditambahkan 3 ml H_2SO_4 ke dalam air suling sampai 1 liter. Larutan H_2SO_4 dibakukan dengan borax $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$. (BM = 381,4)

Indikator:

1. Fenolftalein
Pembuatan larutan indikator fenolftalein
Dilartukan 1 g fenolftalein dalam 100 ml etanol 70%
2. Metil merah
Pembuatan larutan indikator metil merah
Ditimbang sebanyak 200 mg metil merah, ditambahkan 7,5 ml NaOH 0,1 N selanjutnya ditambahkan 20 ml alkohol 70% selanjutnya ditambahkan air suling sampai 100 ml.

Pembakuan larutan pereaksi

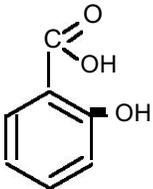
1. Prosedur pembakuan larutan NaOH 0,1 N
 - a. Dipipet 10 ml larutan baku asam oksalat 0,1 N kemudian tambahkan 2 tetes indikator fenolftalein dan titrasi dengan NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda.
 - b. Ditimbang seksama ± 100 mg asam oksalat dilarutkan dalam 10 ml air suling kemudian tambahkan 2 tetes indikator fenolftalein dan titrasi dengan NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda (hitung normalitas NaOH).

Perhitungan : 1 mmol asam oksalat = 2 meq

2. Prosedur pembakuan H₂SO₄ 0,1 N
 - a. Dipipet 10 ml larutan baku boraks 0,1 N, tambahkan 2 tetes indikator metil merah dan titrasi dengan H₂SO₄ 0,1 N sampai terjadi perubahan warna dari kuning menjadi jingga.
 - b. Ditimbang borak dengan tepat dilarutkan dalam air dan selanjutnya dititrasi dengan larutan asam, metil merah sebagai indikator.

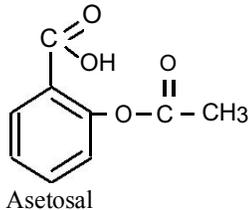
Reaksi: $B_4O_7^{2-} + 2H_3O^+ + 3 H_2O \rightleftharpoons 4 H_3BO_3$

Perhitungan : 1 mmol Na₂B₄O₇ 5 H₂O = 2 meq

<p>Penetapan Kadar Asam Salisilat Rumus : C₇H₆O₃ BM : 138,12 g/mol</p>	 <p>Asam Salisilat</p>
---	--

Prosedur : Ditimbang 500 mg sampel yang mengandung asam salisilat, dilarutkan dalam 10 ml etanol netral, ditambahkan 2 tetes indikator fenolftalein dan dititrasi dengan larutan NaOH 0.1 N sampai terbentuk warna merah muda.

Perhitungan : 1 ml larutan NaOH 0,1 N setara dengan 0,1 mmol asam salisilat = 13,81mg

<p>Penetapan Kadar Asetosal Rumus : C₉H₈O₄ BM : 180,16 g/mol</p>	 <p>Asetosal</p>
---	--

Prosedur : **a. Secara tidak langsung**

Ditimbang sample masukkan ke dalam Erlenmeyer, ditambahkan 10 ml larutan NaOH 0,5 N, didihkan campuran secara perlahan-lahan selama 10 menit. Ditambahkan 2 tetes indikator fenolftalein, kemudian titrasi kelebihan NaOH dengan larutan H₂SO₄ 0,5 N.

Perhitungan : meq NaOH – meq H₂SO₄ = meq asetosal = ½ mmol asetosal.

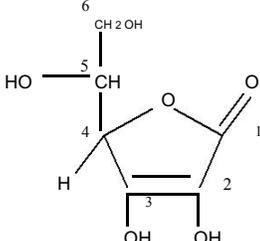
Catatan : Sampel asetosal dalam sakarum laktis dilarutkan dalam air dan NaOH selanjutnya dipanaskan.

Catatan : berwarna coklat sulit untuk menentukan titik akhir.

b. Secara langsung

Ditimbang sampel, dilarutkan dengan 10 ml etanol netral, ditambahkan 2 tetes indikator fenolftalein, lalu dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 N

Perhitungan : 1ml NaOH 0,1 N setara dengan 0.1 mmol asetosal 18,02 mg.

<p>Penetapan Kadar Asam Askorbat (Vit C) Rumus : C₆H₈O₆ BM : 176,13 g/mol</p>	
--	--

Prosedur : Dilarutkan sampel dalam 10 ml air suling, kemudian tambahkan 2 tetes indikator fenolftalein dan titrasi dengan larutan NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda.

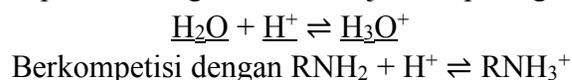
PERCOBAAN II (TITRASI BEBAS AIR)

II.1 Tujuan Percobaan

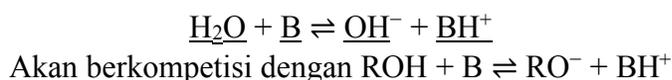
- Memahami teori titrasi bebas air
- Menganalisis kadar dari sampel
- Memahami tahap reaksi kimia yang terjadi
- Menjelaskan alasan penambahan bahan

II.2 Dasar Teori

Titration bebas air (TBA) merupakan prosedur titrimetric yang paling umum yang digunakan untuk uji-uji dalam farmakope. Metode ini memiliki dua kelebihan yaitu pertama titrasi ini cocok untuk titrasi asam-asam dan basa-basa yang sangat lemah, dan Kelebihan kedua untuk pelaut yang digunakan adalah dengan menggunakan titran asam perklorat dalam asam asetat. Prinsip sederhana Titrasi Bebas Air yaitu air dapat bersifat asam lemah dan basa lemah oleh karena itu dalam lingkungan air, air dapat berkompetisi dengan asam-asam atau basa-basa yang sangat lemah dalam hal menerima atau memberi proton sebagaimana ditunjukkan pada gambar berikut.



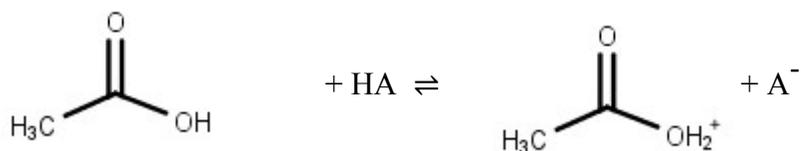
Atau



Akibat kompetisi diatas mengakibatkan pada kecilnya titik infeksi pada kurva titrasi asam sangat lemah dan basa sangat lemah sehingga mendekati batas pH 0 dan 14, oleh karena itu deteksi titik akhir titrasi sangat sulit.

1. Titrasi bebas air basa lemah

Asam asetat merupakan penerima proton yang sangat lemah sehingga tidak berkompetisi secara efektif dengan basa-basa lemah dalam hal menerima proton. Hanya asam yang sangat kuat yang mampu memprotonasikan asam asetat sesuai dengan persamaan berikut :



Asam perklorat dalam larutan asam asetat merupakan asam yang paling kuat diantara asam-asam umum yang digunakan untuk titrasi basa lemah dalam medium bebas air.

2. Titrasi bebas air asam-asam lemah

Untuk titrasi bebas air (TBA) asam-asam lemah, pelarut yang digunakan adalah pelarut-pelarut yang tidak berkompetisi secara kuat dengan asam lemah dalam hal memberikan proton. Alkohol dan pelarut-pelarut aprotic dapat digunakan sebagai pelarut. Pelarut aprotik merupakan pelarut yang dapat menurunkan ionisasi asam-asam dan basa-basa. Termasuk dalam kelompok pelarut ini adalah pelarut-pelarut non polar seperti benzene, karbon tetraklorida serta hidrokarbon alifatik.

II.3 Prosedur Analisis

Larutan Pereaksi:

1. HClO_4

Pembuatan larutan HClO_4 0,1 N

Disiapkan sebanyak 900 ml asam asetat glasial dalam labu ukur 1 liter. Ditambahkan 8,5 ml asam perklorat (70%), campur, ditambahkan 30 ml anhidrida asam asetat selanjutnya aduk. Dinginkan hingga suhu kamar, tambahkan asam asetat glasial secukupnya hingga 1000 ml, biarkan selama 24 jam.

2. *Na Metoksida*

Pembuatan larutan Na Metoksida 0,1 N

Ditimbang logam Na 2,3 g (sebelumnya dicuci dengan methanol) dipotong tipis-tipis, dilarutkan dalam 500 ml methanol dalam labu ukur 1 liter, setelah larut ditambahkan methanol sampai 1 liter

Indikator:

1. *Kristal violet*

Pembuatan indikator kristal violet

Ditimbang kristal violet 1 g dilarutkan dalam 100 ml asam asetat glasial dan asam asetat anhidrat.

2. *Timol biru.*

Pembuatan indikator timol biru

Ditimbang timol biru 100 mg dilarutkan dalam 100 ml methanol bebas air. (methanol dibuat bebas air dengan penambahan CaO kering selama 24 jam, kemudian disuling.

Pembakuan larutan pereaksi

1. Prosedur pembakuan asam perklorat

Ditimbang kalium biftalat 100 mg (telah dikeringkan pada suhu 120°C selama 2 jam), dilarutkan dalam 10 ml asam asetat glasial. Dititrasi dengan larutan asam perklorat menggunakan indikator kristal violet (ungu jadi biru)

2. Prosedur pembakuan natrium metoksida

Ditimbang asam benzoat 50 mg, dilarutkan dalam 10 ml metanol, kemudian tambahkan 2 tetes indikator timol biru. Titrasi dengan natrium metoksida 0,1 N sehingga perubahan warna dari kuning menjadi biru.

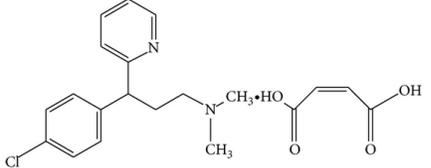
Penetapan Kadar Luminal

Rumus : $C_{12}H_{12}O_3N_2$

BM : 232,24

Prosedur : Dilarutkan sampel dalam 10 ml methanol bebas air, kemudian tambahkan 2 tetes indikator timol biru dan titrasi dengan larutan natrium metoksida 0,1 N sampai perubahan warna dari kuning menjadi biru.

Perhitungan : 1 ml larutan natrium metoksida 0.1 N setara dengan 0,1 mmol luminal 23,2 mg

<p>Penetapan Kadar Chlorpheniramin Maleat (CTM) Rumus : $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ BM : 390,87</p>	
--	---

Prosedur : Dilarutkan sampel dalam 10 ml asam asetat glacial, kemudian tambahkan 2 tetes indikator kristal violet dan dititrasi dengan asam perklorat 0,1 N sampai terjadi perubahan warna dari ungu menjadi biru.

Perhitungan : 1 ml $HClO_4$ 0,1 N setara dengan 0,05 mmol klorpheniramin maleat.

Penetapan Kadar Papaverin HCl

Rumus : $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$

BM : 375,85

Prosedur : Dilarutkan sampel dalam 10 ml asam asetat glacial, kemudian tambahkan 3 ml raksa (II) asetat dan 3 tetes indikator kristal violet dan titrasi dengan asam perklorat 0,1 N sampai terjadi perubahan warna dari ungu menjadi biru.

Perhitungan : 1 ml larutan asam perklorat 0,1 N setara dengan 0,1 mmol papaverin HCl

PERCOBAAN III (IODATOMETRI)

III.1 Tujuan Percobaan

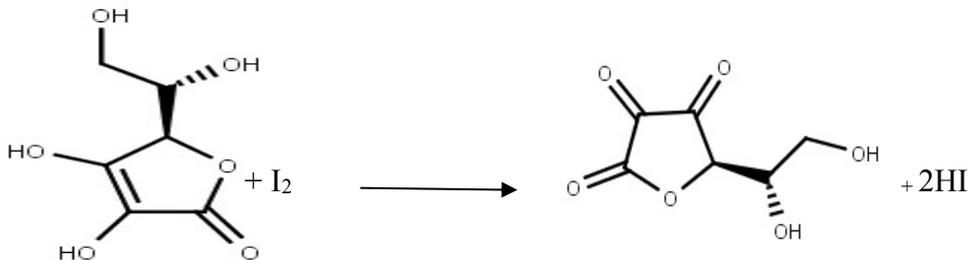
- Memahami teori Iodatometri
- Menganalisis kadar dari sampel
- Memahami tahap reaksi kimia yang terjadi
- Menjelaskan alasan penambahan bahan

III.2 Dasar Teori

Titration-redox based on the transfer of electrons between the titrant and the analyte. This type of titration usually uses potentiometry to detect the endpoint, although even so the use of color indicators is still often used. Titration involving iodine can be done in 2 ways namely direct titration (iodimetry) and indirect titration (iodometry). Iodine is a strong oxidant with a redox potential value of +0,535 V at the time of oxidation, iodine will be reduced to iodide according to the reaction :



Iodine will oxidize the compounds that have a lower reduction potential than iodine. Vitamin C has a lower reduction potential than iodine so that direct titration with iodine can be done.



Standard iodine solution that has been prepared can be used to standardize sodium thiosulfate solution. The endpoint detection in iodimetry is done by using an amylose indicator that will give a blue color at the time it reaches the endpoint.

III.3 Prosedur Analisis

Larutan Pereaksi:

- Kalium Iodat, KIO_3 (BM = 214,02)
Pembuatan larutan KIO_3 0,02 M.
Dilutkan KIO_3 4,2804 g dengan air suling dalam labu ukur 1 liter

dan cukupkan volume dengan air suling sampai tanda batas.

Indikator:

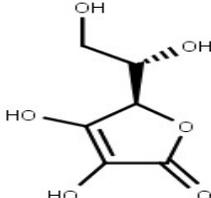
1. $\text{CHCl}_3/\text{CCl}_4$

Pembuatan larutan indikator fenolftalein

Dilarutkan 1 g fenolftalein dalam 100 ml etanol 70%

2. Amilum

Ditimbang 0,5 g amilum, disuspensikan dalam 5 ml air suling. Ditambahkan sedikit-sedikit sambil diaduk ke dalam 95 ml air mendidih, panaskan terus sampai larutan menjadi bening.

<p>Penetapan Kadar Asam Ascorbat (Vit C) Rumus : $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ BM : 176,13 g/mol</p>	
--	---

Prosedur : Dilarutkan sampel dalam 15 ml suling, diasamkan dengan 7,5 ml HCl 2 N, tambahkan 2 ml indikator amilum 0,5%. Dititrasi dengan larutan KIO_3 0,02 M sampai terbentuk warna biru. Indikator $\text{CHCl}_3 / \text{CCl}_4$ titik akhir terbentuk warna ungu pada lapisan $\text{CHCl}_3/\text{CCl}_4$.

Perhitungan : 1 meq asam ascorbat setara dengan $\frac{1}{2}$ mmol asam askorbat

PERCOBAAN IV (IODIMETRI DAN IODOMETRI)

IV.1 Tujuan Percobaan

- a. Memahami teori Iodimetri dan Iodometri
- b. Menganalisis kadar dari sampel
- c. Memahami tahap reaksi kimia yang terjadi
- d. Menjelaskan alasan penambahan bahan

IV.2 Dasar Teori

Iodometri adalah titrasi tidak langsung dan digunakan untuk menetapkan senyawa-senyawa yang mempunyai potensial oksidasi yang lebih besar dari pada system iodium-iodida atau senyawa-senyawa yang bersifat oksidator seperti $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Pada iodometri, sampel yang bersifat oksidator. Pada iodometri, sampel yang bersifat oksidator direduksi dengan kalium iodide berlebihan dan akan menghasilkan iodium yang selanjutnya dititrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat. Banyaknya volume natrium tiosulfat yang digunakan sebagai titran setara dengan iodium yang dihasilkan dan setara dengan banyaknya sampel.

IV.3 Prosedur Analisis

Larutan Pereaksi:

1. Larutan Iodium
Pembuatan larutan I_2 0,1 N
Dilarutkan 12,691 g I_2 dalam larutan 20 g KI dalam 20 ml suling sampai larut dan tambah air suling sampai 1 liter.
2. Larutan Natrium tiosulfat
Pembuatan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N
Dilarutkan 24,807 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan 200 mg Na_2CO_3 dalam 1 liter air suling.
3. Kalium Iodat, KIO_3 (BM = 214,02)
Pembuatan larutan KIO_3 0,1 N.
Dilarutkan 3,568 g KIO_3 dalam labu ukur 1 liter dengan air suling sampai tanda batas.

Indikator:

1. Amilum
Pembuatan (lihat Percobaan II).

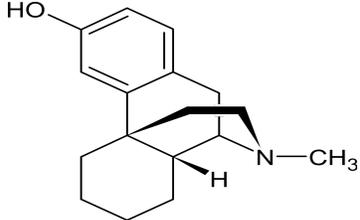
Pembakuan larutan pereaksi

1. Pembakuan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N.
Dipipet 10 ml larutan KIO_3 0,1 N ditambah HCl 4 N dan 0,8 g KI dikocok,

titrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai larutan berwarna kuning muda, ditambah 2 ml larutan amilum 0,5%, dilanjutkan titrasi sampai warna biru tepat hilang.

2. Pembakuan larutan I_2 0,1 N

Dipipet 10 ml larutan I_2 0,1 N dititrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai larutan berwarna kuning muda, ditambahkan 2ml larutan indikator amilum 0,5% dilanjutkan titrasi sampai warna biru hilang.

<p>Penetapan Kadar Metampiron (Antalgin) Rumus : $\text{C}_{13}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{NaO}_4\text{S} \cdot \text{H}_2\text{O}$ BM = 351,37 g/mol</p>	
---	---

Prosedur : a. Dalam suasana netral

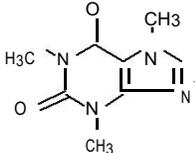
Dilarutkan sample dalam 6 ml air suling, selanjutnya dititrasi dengan larutan I_2 0,1 N hingga larutan berwarna kuning yang mantap.

Perhitungan : 1ml I_2 0,1 N setara dengan 17.57 mg $\text{C}_{13}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{NaO}_4\text{S} \cdot \text{H}_2\text{O}$

b. Dalam suasana asam

Dilarutkan sample dalam 5 ml air suling dan tambahkan 5 ml HCl 0,01 N dan 2 ml larutan amilum 0,5%, titrasi dengan larutan I_2 0,1 N sampai terbentuk warna biru.

Perhitungan : 1ml I_2 0,1 N setara dengan 17.57 mg $\text{C}_{13}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{NaO}_4\text{S} \cdot \text{H}_2\text{O}$

<p>Penetapan Kadar Coffein Rumus : $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (BM = 212,19) $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2$ (BM = 194,19)</p>	
---	--

Prosedur : Dilarutkan sampel dalam labu ukur 100 ml dengan 20 ml air suling dan 5 ml H_2SO_4 4 N. Ditambahkan 50 ml larutan I_2 0,1 N kocok, kemudian ditambah 20 ml larutan NaCl dan tambah air suling sampai tanda batas, kocok, diamkan selama 5 menit ditempat gelap, Saring menggunakan gelas wool, 25 ml filtrat pertama dibuang. Dipipet 50 ml filtrat, dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai warna kuning muda, ditambah 3 ml larutan amilum 0,5 %, titrasi diteruskan sampai warna biru hilang.

Persyaratan :

Pemakaian larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N antara 4,5-6 ml (konsentrasi I_2 dalam larutan $\pm 0,01$ N). Bila pemakaian pentitrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N $< 4,5$ ml atau > 6 ml, maka percobaan harus diulangi lagi, dengan melebihkan atau mengurangi penambahan larutan I_2 0,5 N, dengan perhitungan sebagai berikut:

- a. Bila larutan titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N terpakai sebanyak A ml $< 4,5$ ml maka larutan I_2 0,1 N harus ditambahkan = $50 \text{ ml} + 100/50 (6-A) \text{ ml}$
- b. Bila larutan titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N terpakai sebanyak B ml > 6 ml maka larutan I_2 0,1 N yang harus ditambahkan = $50 \text{ ml} - 100/50 (B-4,5) \text{ ml}$

Penetapan Kadar Asam Ascorbat (Vit C)

Rumus : $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$

BM : 176,13

Prosedur : Dilarutkan sampel dalam 25 ml air suling bebas CO_2 dan 6 ml H_2SO_4 4 N tambah 2 ml larutan amilum 0,5%, titrasi dengan larutan I_2 0,1 N sampai terbentuk warna biru.

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

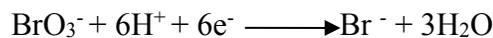
PERCOBAAN V (BROMATOMETRI DAN BROMOMETRI)

V.1 Tujuan Percobaan

- a. Memahami teori bromatometri dan bromometri
- b. Menganalisis kadar dari sampel
- c. Memahami tahap reaksi kimia yang terjadi
- d. Menjelaskan alasan penambahan bahan

V.2 Dasar Teori

Bromometri merupakan penentuan kadar senyawa berdasarkan oksidasi reduksi dimana proses titrasi (reaksi antara konduktor dan bromine berjalan lambat) sehingga dilakukan titrasi secara tidak langsung dengan menambahkan bromine berlebih. Sedangkan bromatometri dilakukan dengan titrasi secara langsung karena proses titrasi berjalan secara cepat. Bromatometri merupakan salah satu metode oksidimetri dengan dasar reaksi oksidasi dari ion Bromat (BrO_3^-).



Dibutuhkan lingkungan asam karena kepekatan ion H^+ berpengaruh terhadap perubahan ion bromate menjadi ion bromide. Oksidasi potensiometri yang relative lebih tinggi dari system menunjukkan bahwa kalium bromate adalah oksidator yang kuat. Hanya saja kecepatan reaksinya tidak cukup tinggi. Untuk menaikkan kecepatan ini, titrasi harus dilakukan dalam keadaan panas dan dalam lingkungan asam kuat. Reaksi diatas, ion bromate direduksi menjadi ion bromide salam titrasi. Adanya sedikit kelebihan kalium bromate dalam larutan akan menyebabkan ion bromide bereaksi dengan ion bromate



Bromine yang dilepaskan akan merubah larutan menjadi warna kuning pucat. Warna ini sangat lemah sehingga tidak mudah untuk menetapkan titik akhir. Bromine dilepaskan tidak stabil karena mempunyai tekanan uap yang tinggi dan mudah menguap.

V.3 Prosedur Analisis

Larutan Preaksi:

1. KBrO_3 (BM =167,0)

Pembuatan larutan KBrO_3 0,1 N

Larutkan 2,783 g KBrO_3 dalam labu ukur 1 liter dengan air suling sampai tanda batas.

2. Larutan Natrium tiosulfat

Pembuatan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N

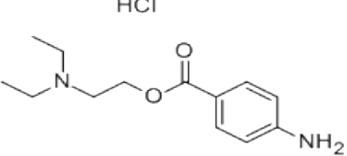
Larutkan 24,807 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan 200 mg Na_2CO_3 dalam 1 liter air suling.

Indikator:

1. Amilum
Pembuatan (lihat Percobaan II).
2. Metil merah
100 mg metal merah ditambah 3,75 ml larutan NaOH 0,1 N dan 10 ml etanol, kemudian ditambah air suling sampai 50 ml.

Pembakuan larutan pereaksi

1. Pembakuan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N.
Dipipet 10 ml larutan KBrO_3 0,1 N ditambah 2 ml HCl 4 N dan 0,8 g KI, titrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai larutan berwarna kuning muda, ditambah 2 ml larutan amilum 0,5%, dilanjutkan titrasi sampai warna biru tepat hilang.

<p>Penetapan Kadar Procain HCl Rumus : $\text{C}_{13} \text{H}_{20} \text{N}_2 \text{O}_2 \cdot \text{HCl}$ BM : 272,6</p>	<p>HCl</p> 
---	---

Prosedur : Dipipet 10 ml sample dari labu ukur, ditambah 10 ml air suling ditambah 10 ml HCl 2,5 N dan 1 g KBr, tambah 2 tetes larutan metal merah, Titrasi dengan larutan KBrO_3 0,1 N sampai warna merah hilang

Perhitungan : 1 mmol procain HCl setara dengan 4 meq.

Penetapan Kadar Resorcinol

Rumus : $\text{C}_6\text{H}_6 \text{O}_2$
BM : 110,11

Prosedur : Dipipet 10 ml sample dari labu ukur 100 ml, tambahkan 10 ml air suling, 20 ml larutan KBrO_3 0,1 N dan 1 g KBr, tambah 5 ml HCl pekat, dikocok selama 15 menit, kemudian ditambah 1 g KI kocok. Titrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N dengan indikator larutan amilum 0,5 %.

Perhitungan : 1 mmol resorsinol setara dengan 6 meq.

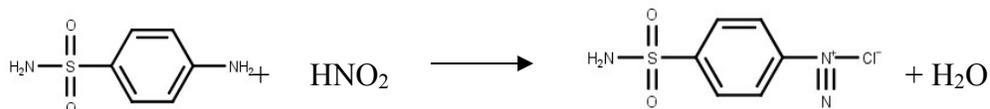
PERCOBAAN VI (NITRIMETRI)

VI.1 Tujuan Percobaan

- Memahami teori Nitrimetri
- Menganalisis kadar dari sampel
- Memahami tahap reaksi kimia yang terjadi
- Menjelaskan alasan penambahan bahan

VI.2 Dasar Teori

Titration nitritometri atau disebut juga titration diazotasi adalah konversi dari amina aromatic primer menjadi senyawa diazonium. Proses ini pertama kali ditemukan pada tahun 1853 dan diaplikasikan oleh industry pewarna sintesis. Mekanisme reaksi pertama kali diusulkan oleh Peter Griessin. Dalam metode ini amina aromatic primer direaksikan dengan natrium nitrit dalam medium asam untuk membentuk garam diazonium. Metode ini pertama kali digunakan dalam penentuan pewarna.



Dalam nitrimetri, berat ekuivalen suatu senyawa sama dengan berat molekulnya karena 1 mol senyawa bereaksi dengan 1 mol asam nitrit dan menghasilkan 1 mol garam diazonium. Dengan alasan ini nitrimetri, konsentrasi larutan baku dinyatakan dengan molaritas (M) karena molaritasnya sama dengan normalitasnya. Pada titration diazotasi, penentuan titik akhir titration dapat menggunakan indikator luar, dalam dan potensiometri. Indikator luar yang digunakan adalah pasta kanji-iodida dengan perubahan menjadi warna biru segera ketika dioksidasi. Indikator dalam menggunakan tropeolin oo dan metilen biru (5:3) dengan perubahan warna dari ungu menjadi biru sampai hijau tergantung senyawa yang dititrasi. Metode potensiometri baik digunakan untuk menetapkan titik akhir nitrimetri menggunakan elektroda kolomel platina yang dicelupkan ke dalam titrat. Dalam titration nitrimetri yang harus diperhatikan adalah suhu, keasamaan, kecepatan reaksi, katalisator dan stabilisator. Suhu pada saat titration harus dalam suhu 5-15°C, titration dalam keadaan suhu tinggi menyebabkan HNO₂ terbentuk akan menguap dan garam diazonium yang terbentuk akan terurai menjadi fenol. pH harus dalam rentang pH 2 untuk mengubah NaNO₂ menjadi HNO₂ dan membentuk garam diazonium. Kecepatan reaksi dalam diazotasi berjalan lambat sehingga titration dilakukan dengan perlahan-lahan dengan pengocokan yang kuat. Katalisator mempercepat reaksi karena KBr dapat mengikat NO₂ membentuk nitrosobromid, yang akan meniadakan reaksi

tautomerisasi dari bentuk keto dan langsung membentuk fenol. Stabilisator mengikat NO_2 agar asam nitrit tidak terurai atau menguap.

VI.3 Prosedur Analisis

Larutan Pereaksi:

1. NaNO_2

Pembuatan larutan NaNO_2 0,05 M

NaNO_2 3,45 g dilarutkan dengan air suling, cukupkan volume sampai 1 liter

Indikator:

1. Indikator dalam (pasta KI-amilum)

Larutkan 0,75 g KI dalam 5 ml air suling, ditambah 100 ml air suling, dipanaskan sampai mendidih, kemudian ditambahkan sedikit-sedikit sambil diaduk suspensi 5 g amilum dalam 30 ml air, kemudian dididihkan selama 2 menit.

2. Indikator dalam (tropeolin oo 0,1% dan metal biru 0,1%)

Setiap percobaan ditambahkan sebelum titrasi 5 tetes larutan tropeolin oo 0,1% dan 3 tetes metal biru 0,1%. Perubahan warna dari merah violet menjadi biru.

Pembakuan larutan pereaksi

1. Prosedur pembakuan larutan NaNO_2 0,05 M

100 mg asam sulfanilat dalam 5ml HCl pekat dan 20 ml air suling, dinginkan sampai suhu ± 10 °C, titrasi dengan larutan NaNO_2 0,05 M dengan indikator pasta KI-amilum, sampai bila sedikit larutan titrasi digoreskan pada pasta KI-amilum segera menjadi biru (setelah sebelumnya larutan titrasi didiamkan selama 2 menit)

Penetapan Kadar Sulfonamida

Rumus : Sulfadiazin $\text{C}_{10} \text{H}_{10} \text{N}_4 \text{O}_2 \text{S}$, BM : 250,28 g/mol

Prosedur : Sampel dilarutkan dalam 2,5 ml HCl pekat dan 10 ml air suling, dinginkan sampai suhu ± 10 C, titrasi dengan larutan NaNO_2 0,05 M dengan indikator pasta KI-amilum, sampai bila sedikit larutan titer digoreskan pada pasta KI-kanji, segera menjadi biru, setelah sebelumnya didiamkan selama lebih kurang 2 menit.

Perhitungan : 1 ml larutan NaNO_2 0.05 M setara dengan 0,5 mmol sulfadiazin = 12,51 mg

Penetapan Kadar Chloramfenikol

Rumus : $C_{11}H_{12}O_5N_2Cl_2$, BM : 323,14 g/mol

Prosedur : Dilarutkan Sampel dalam 10 ml HCl pekat, ditambahkan sedikit demi sedikit 2,5 g serbuk Zn sampai semua larut. Tambahkan 5 ml HCl pekat, biarkan selama 1 jam. Saring ke dalam Erlenmeyer melalui kapas, cuci 3 kali dengan air suling, tiap kali 5ml. Dinginkan sampai suhu 10 °C, titrasi dengan larutan $NaNO_2$ 0,05 N, dengan indikator pasta KI-amilum.

Penetapan Kadar Parasetamol

Rumus : $C_8H_9NO_2$, BM : 151,16 g/mol

Prosedur : Dilarutkan Sampel dalam 15 ml HCl pekat 30 ml air suling, direfluks selama 1 jam, ditambah 5 ml HCl pekat, dinginkan sampai suhu ± 10 °C, titrasi dengan larutan $NaNO_2$ 0,05 N dengan indikator pasta KI-amilum.

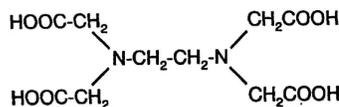
PERCOBAAN VII (KOMPLEKSOMETRI)

VII.1 Tujuan Percobaan

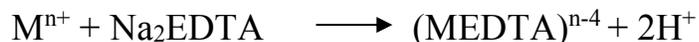
- Memahami teori kompleksometri
- Menganalisis kadar dari sampel
- Memahami tahap reaksi kimia yang terjadi
- Menjelaskan alasan penambahan bahan

VII.2 Dasar Teori

Titrasi kompleksometri digunakan untuk menentukan kandungan garam-garam logam. Etilen diamina tetraasetat (EDTA) merupakan titran yang digunakan.



EDTA akan membentuk kompleks 1:1 yang stabil dengan semua dengan semua logam kecuali logam alkali seperti natrium dan kalium. Logam alkali tanah seperti kalsium dan magnesium membentuk kompleks yang tidak stabil dengan EDTA pada pH rendah, karena titrasi logam-logam ini dengan EDTA dilakukan pada larutan buffer ammonia pH 10. Persamaan reaksi umum pada titrasi kompleksometri adalah



Jenis-jenis titrasi kompleksometri

1. Titrasi langsung yaitu titrasi yang biasa digunakan untuk ion-ion yang tidak mengendap pada pH titrasi, reaksi pembentukan kompleksnya berjalan cepat.
2. Titrasi kembali yaitu titrasi yang digunakan untuk ion-ion logam yang mengendap pada pH titrasi, reaksi pembentukan kompleksnya berjalan lambat.
3. Titrasi substitusi adalah titrasi yang digunakan untuk ion-ion logam yang tidak bereaksi sempurna dengan indikator logam yang membentuk kompleks EDTA yang lebih stabil daripada kompleks ion-ion logam lainnya.
4. Titrasi tidak langsung adalah titrasi kelebihan kation pengendap dan titrasi kelebihan kation pembentuk senyawa kompleks
5. Titrasi alkalimetri adalah metode proton dari dinatrium edetat, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ dibebaskan oleh logam berat dan dititrasi dengan larutan baku alkali dimana penetapan titik akhirnya menggunakan indikator asam-basa atau metode potensiometri

VII.3 Prosedur Analisis

Larutan Pereaksi:

1. Na₂ EDTA (komplekson III).

Pembuatan larutan Na₂ EDTA 0,05 M

Ditimbang sampel 18,61 g dilarutkan dengan air suling, cukupkan volume sampai 1 liter.

2. MgSO₄ 7 H₂O

Pembuatan larutan MgSO₄ 7 H₂O

Ditimbang sampel MgSO₄ 7 H₂O 12,398 g dilarutkan dalam labu ukur 1 liter dengan air suling sampai tanda batas.

Indikator:

1. Eriochrom Blact T (EBT) Pembuatan indikator EBT.
Dicapur EBT dan NaCl kering dengan perbandingan 1 : 100.
2. Indikator EBT dalam etanol 12,5 mg/25 ml.
3. Mureksid
Pembuatan indikator Mureksid
Campur Mureksid dan NaCl kering 1: 100.

Larutan dapar (Buffer)

1. Pembuatan larutan dapar Salmiak
70 g NH₄Cl dilarutkan dalam 300 ml NH₄OH 25%, encerkan dengan air suling sampai kira-kira 700 ml. Ukur pH, kemudian tambahkan NH₄OH 25 % lagi sampai pH yang dikehendaki, kemudian encerkan dengan air suling sampai 1 liter.
Pembakuan larutan pereaksi
2. Prosedur pembakuan larutan Na₂ EDTA
10 ml larutan MgSO₄ 7 H₂O atur pH 9 – 10 ditambah dengan 2 ml larutan dapar salmiak, kemudian tambah 50 mg indikator EBT. Titrasi dengan larutan EDTA 0,05 M sampai terbentuk warna merah jadi biru.

Penetapan Kadar Calcium Lactat

Rumus : (C₃H₅O₃)₂Ca. 5H₂O, BM : 308,30 g/mol

Prosedur : Sampel dilarutkan dalam 10 ml air, diatur pH ≥ 12 dengan penambahan NaOH 4 N. Kemudian tambahkan 50 mg indikator mureksid. Titrasi dengan larutan komplekson III 0,05 M hingga terjadi perubahan warna dari merah menjadi violet.

Perhitungan : 1 ml larutan komplekson III 0,05 M setara dengan 0,05 mmol kalsium Laktat.

Penetapan Kadar Merkuri Klorida

Rumus : HgCl_2 , BM : 271,52 g/mol

Prosedur : Sampel dilarutkan dalam 10 ml air, atur pH 9-10, tambah 2 ml buffer salmiak, + 50 mg EBT, tambahkan EDTA 0,05 M sampai terjari warna biru, catat volume kemudian tambahkan EDTA 0,05 M 10 ml lagi. Kelebihan EDTA dititrasi dengan larutan baku MgSO_4 0,05 M.

Perhitungan : $\text{mmol EDTA} - \text{mmol MgSO}_4 = \text{mmol HgCl}_2$

PERCOBAAN VIII (KOMPLEKSOMETRI CAMPURAN)

VIII.1 Tujuan Percobaan

- a. Memahami teori kompleksometri Campuran
- b. Menganalisis kadar dari sampel
- c. Memahami tahap reaksi kimia yang terjadi
- d. Menjelaskan alasan penambahan bahan

VIII.2 Prosedur Analisis

Penetapan Kadar $ZnSO_4 + HgCl_2$

BM $ZnSO_4$ 161,47 g/mol, BM $HgCl_2$ 271,52 g/mol

Sampel dimasukkan dalam labu ukur.

- Penetapan kadar total

Dipipet 10 ml larutan, atur pH 9 – 10 dengan penambahan NaOH 1 N, kemudian tambahkan 2 ml buffer salmiak + indikator EBT titrasi dengan komplekson III 0,05 M sampai terbentuk warna biru, catat volume, kemudian + 10 ml komplekson III 0,05 M lagi, titrasi dengan larutan baku $MgSO_4$ 0,05 M sehingga terjadi perubahan warna dari biru ke ungu.

- Penetapan kadar $ZnSO_4$

Dipipet 10 ml larutan + 300 ml KI, atur pH 9- 10 dengan penambahan NaOH 1 N + 2 ml buffer salmiak + 50 mg EBT, titrasi dengan komplekson III 0,05 M sehingga terjadi perubahan warna dari ungu ke biru.

Penetapan Kalsium laktat + $MgSO_4$

BM Kalsium laktat 218,22 g/mol, BM $MgSO_4$ 120,366 g/mol

Dikerjakan 6 sampel yang ditimbang dengan jumlah yang sama

- Penetapan kadar total

Dilarutkan sampel dalam 10 ml air, ditambah NaOH 1 N sampai pH 9 – 10, tambah 3 ml buffer salmiak + 50 mg EBT. Titrasi dengan komplekson III 0,05 M sampai warna biru, catat volume + 10 ml komplekson III 0,05 M lagi. Titrasi dengan larutan baku $MgSO_4$ 0,05 M sampai warna ungu.

- Penetapan kadar Kalsium laktat

Dilarutkan sampel dalam 20 ml air + NaOH 4 N sampai pH ≥ 12 + 50 mg indikator mureksid, titrasi dengan larutan komplekson III 0,05 M sampai warna violet.

PERCOBAAN XI (ASAM BASA + IODATOMETRI)

XI.1 Tujuan Percobaan

- a. Memahami teori asam basa dan iodatometri
- b. Menganalisis kadar dari sampel
- c. Memahami tahap reaksi kimia yang terjadi
- d. Menjelaskan alasan penambahan bahan

XI.2 Prosedur Kerja

Asetosal + Vitamin C

Penetapan Kadar Campuran Asetosal + Vitamin C

Rumus : Asetosal $C_9H_8O_4$, BM : 180,16 g/mol

Rumus : Asam Askorbat $C_6H_8O_6$, BM : 176,13 g/mol

Dikerjakan 6 sampel yang ditimbang sama banyak.

- Penetapan kadar total
Dilartkan sampel dalam 10 ml etanol netral + 2 tetes indikator fenol merah, titrasi dengan larrutan NaOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah.
- Penetapan kadar vitamin C
Dilartkan sampel dalam 15 ml air + 7,5 ml HCl 2 N + 2 ml indikator amilum, titrasi dengan KIO₃ 0,02 M terbentuk warna merah.

Perhitungan : 1 ml larutan KIO₃ 0,02 M setara dengan 0,12 meq vitamin C = 0,06 mmol vitamin C

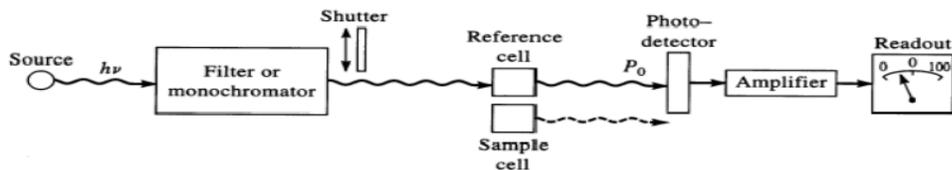
PERCOBAAN X (SPEKTROFOTOMETRI)

X.1 Tujuan Percobaan

- Memahami teori Spektrofotometri
- Mampu menganalisis kadar dari sampel
- Mampu memahami prinsip alat yang digunakan
- Mampu menjelaskan aplikasi analisis spektrofotometri di bidang farmasi

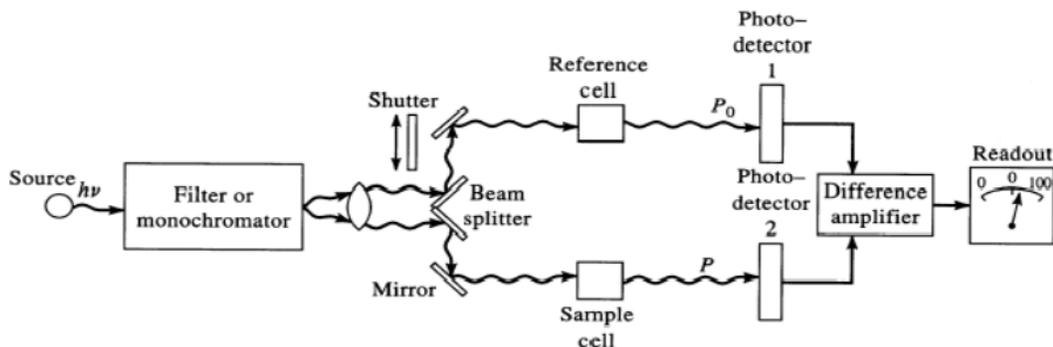
X.2 Dasar Teori

Radiasi elektromagnetik sinar tampak dan ultraviolet merupakan energi dalam bentuk gelombang. Spektrofotometri termasuk dalam Teknik instrument. Panjang gelombang sinar ultraviolet UV (200-300 nm) dan pada cahaya tampak (Vis 380-780). Spektro berdasarkan jenisnya dibagi atas dua, single beam dan double beam.



Single Beam

Single beam yaitu cahaya dari lampu ditembakkan ke lensa dan masuk dalam monokromator, cahaya yang sudah melewati monokromator melewati sampel dan terbaca di detector.



Double Beam

Yang membedakan double beam dengan single beam adalah cahaya yang diteruskan dicelah. Pada single beam cahaya setelah masuk celah langsung diteruskan ke sampel dan terbaca oleh detector, sedangkan pada double beam setelah melewati celah cahaya mengenai rotating disc atau beam splitter dan dipantulkan oleh cermin setelah itu baru dideteksi oleh detector. Kelebihan double beam yaitu sampel dan baku dapat dispektro bersamaan dan hasil grafik langsung terlihat perbandingannya. Spektrofotometri UV-VIS dapat digunakan untuk informasi kualitatif dan kuantitatif.

1. Aspek Kualitatif

Data Spektrofotometri UV-Vis secara tersendiri tidak dapat digunakan untuk identifikasi kualitatif obat atau metabolitnya. Tetapi jika digabung dengan cara lain seperti spektrofotometri infra merah, NMR, spektroskopi massa maka data digunakan untuk identifikasi atau analisis kualitatif senyawa tertentu.

2. Aspek kuantitatif

Suatu berkas radiasi dikenakan pada cuplikan (larutan sampel) dan intensitas sinar radiasi yang diteruskan diukur besarnya. Radiasi yang diserap oleh cuplikan ditentukan dengan membandingkan intensitas yang diteruskan dengan intensitas yang diserap jika tidak ada spesies penyerap lainnya. Kekuatan radiasi juga mengalami penurunan dengan adanya penghamburan dan pemantulan cahaya, akan tetapi penurunan karena hal ini sangat kecil dibandingkan dengan proses penyerapan.

X.3 Prosedur Penelitian

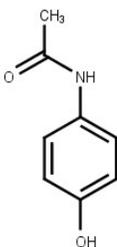
Penetapan Kadar Parasetamol

Rumus : $C_8H_9NO_2$

BM : 151,16 g/mol

Bahan : Metanol 10 ml, air suling 1 l, paracetamol 200 mg.

Struktur Molekul :



Pembuatan larutan parasetamol pembanding

- Ditimbang seksama lebih kurang 120 mg, masukkan ke dalam labu tentukur 500 ml, larutkan dalam 10 ml metanol pa dan diencerkan sampai batas. Pipet 5 ml larutan ke dalam labu tentukur 100 ml, encerkan dengan air sampai tanda dan campur (12 ug/ml)

Penentuan panjang gelombang serapan maksimal (λ_{max}) parasetamol

- Dilarutkan Larutan pembanding dengan konsentrasi (12 ug/ml) diukur serapan dengan spektrofotometer UV pada berbagai panjang gelombang (λ). Plot absorban A vs panjang gelombang (λ). Tentukan panjang gelombang serapan maksimal (λ_{max}).

Prosedur: Sejumlah sampel ditimbang seksama setara lebih kurang 120 mg parasetamol, masukkan ke dalam labu tentukur 500 ml, larutkan dalam 10 ml metanol pa dan diencerkan smpai batas. Pipet 5 ml larutan kedalam labu tentukur 100 ml, encerkan dengan air sampai tanda dan campur. Serapan larutan uji dan larutan baku diukur pada panjang gelombang serapan maksimal ($\lambda \pm 244$ nm) terhadap air sebagai blanko. Hitung jumlah dalam mg $C_8H_9NO_2$ dengan rumus:

$$10 C (Au/As)$$

C = parasetamol pembanding ug/ml

Au = serapan larutan uji

As = larutan baku

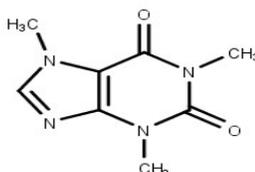
Hitung kadar (%) parasetamol dalam sampel.

Penetapan Kadar Coffein

Rumus : $C_8H_{10}N_4O$

BM : 194,19 g/mol

Gambar struktur :



Prosedur : Ditimbang seksama sejumlah coffein pembanding dilarutkan dalam metanol sehingga kadar lebih kurang 1 mg/ml. Larutan uji: Timbang seksama lebih kurang 100 mg, masukkan ke dalam labu tentukur 100 ml, larutkan dalam 30 ml metanol dan diencerkan sampai tanda batas dan campur. Serapan larutan uji dan larutan pembanding diukur pada $\lambda \pm 273$ nm terhadap metanol sebagai blanko. Hitung jumlah dalam mg $C_8 H_{10} N_4 O_2$ dengan rumus:

$$Au/As = Cu/Cs$$

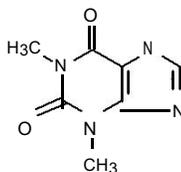
Au = serapan larutan uji

As = larutan pembanding

Cu = konsentrasi larutan uji mg/ml

Cs = konsentrasi larutan pembanding mg/ml

Penetapan Kadar Teofilin



Rumus : $C_7H_8N_4O_2 \cdot H_2O$

BM : 198,18 g/mol

Anhidrat

BM : 180,17 g/mol

Prosedur : Ditimbang sejumlah teofilin, pembanding dilarutkan dalam NaOH 0,1 N sehingga kadar lebih kurang 1 mg/ml. Larutan uji: Timbang seksama lebih kurang 100 mg, masukkan ke dalam labu tentukur 100 ml, larutkan dalam 30 ml NaOH dan diencerkan sampai tanda batas dan campur. Serapan larutan uji dan larutan pembanding diukur pada $\lambda \pm 272$ nm terhadap NaOH 0,1 N sebagai

blanko. Hitung jumlah dalam mg $C_7H_8N_4O_2 \cdot H_2O$ dengan rumus:

$$Au/As = Cu/Cs$$

Au = serapan larutan uji

As = larutan pembanding

Cu = konsentrasi larutan uji mg/ml

Cs = konsentrasi larutan pembanding mg/ml

DAFTAR PUSTAKA

Anonim, 1979, *Farmakope Indonesia*, Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Anonim, 1995, *Farmakope Indonesia*, Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

Chang, Raymond. *Chemistry*, Edisi 10, Mc.Graw Hill, New York.

Gandjar, Ibnu G. 2014. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar, Yogyakarta

Timberlake, 2015. *Chemistry. An Introduction to General, Organic, and Biological Chemistry*. Twelve Edition. Pearson.

Vogel's. 1979. *Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*. Fifth Edition. Longman inc, New York

Skoog, Douglas A, et al. 2006. *Principle of Instrumental Analysis*. Brooks Cole.

LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Kelompok : Nama Praktikan:
No. Meja : No. BP :
No/Objek Percobaan :
Hari/Tanggal :
Dosen Pembimbing :

I. PRINSIP PERCOBAAN

II. ALAT DAN BAHAN

III. PROSEDUR PERCOBAAN

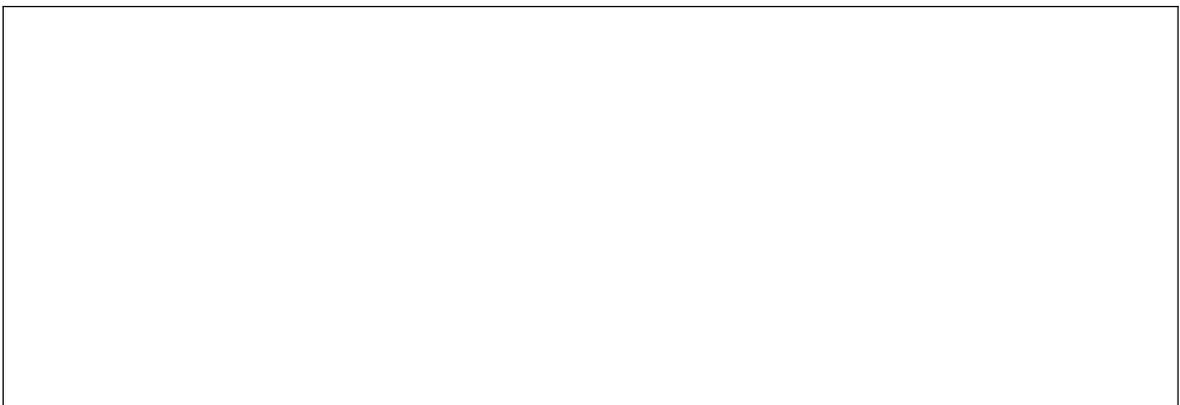
IV. HASIL DAN PERHITUNGAN



V. KESIMPULAN



VI. DISKUSI



LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Kelompok : Nama Praktikan :
No. Meja : No. BP :
No/Objek Percobaan :
Hari/Tanggal :
Dosen Pembimbing :

I. PRINSIP PERCOBAAN

II. ALAT DAN BAHAN

III. PROSEDUR PERCOBAAN

IV. HASIL DAN PERHITUNGAN

V. KESIMPULAN

VI. DISKUSI

LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Kelompok : Nama Praktikan:
No. Meja : No. BP :
No/Objek Percobaan : III
Hari/Tanggal :
Dosen Pembimbing :

I. PRINSIP PERCOBAAN

II. ALAT DAN BAHAN

III. PROSEDUR PERCOBAAN

IV. HASIL DAN PERHITUNGAN

V. KESIMPULAN

VI. DISKUSI

LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Kelompok : Nama Praktikan:
No. Meja : No. BP :
No/Objek Percobaan : IV
Hari/Tanggal :
Dosen Pembimbing :

I. PRINSIP PERCOBAAN

II. ALAT DAN BAHAN

III. PROSEDUR PERCOBAAN

IV. HASIL DAN PERHITUNGAN

V. KESIMPULAN

VI. DISKUSI

LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Kelompok : Nama Praktikan:
No. Meja : No. BP :
No/Objek Percobaan : V
Hari/Tanggal :
Dosen Pembimbing :

I. PRINSIP PERCOBAAN

II. ALAT DAN BAHAN

III. PROSEDUR PERCOBAAN

Empty rectangular box for content.

IV. HASIL DAN PERHITUNGAN

Large empty rectangular box for results and calculations.

V. KESIMPULAN

Large empty rectangular box for conclusions.

VI. DISKUSI

Large empty rectangular box for discussion.

LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Kelompok : Nama Praktikan:
No. Meja : No. BP :
No/Objek Percobaan : VI
Hari/Tanggal :
Dosen Pembimbing :

I. PRINSIP PERCOBAAN

II. ALAT DAN BAHAN

III. PROSEDUR PERCOBAAN

IV. HASIL DAN PERHITUNGAN

V. KESIMPULAN

VI. DISKUSI

LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Kelompok : Nama Praktikan:
No. Meja : No. BP :
No/Objek Percobaan : VII
Hari/Tanggal :
Dosen Pembimbing :

I. PRINSIP PERCOBAAN

II. ALAT DAN BAHAN

III. PROSEDUR PERCOBAAN

IV. HASIL DAN PERHITUNGAN

V. KESIMPULAN

VI. DISKUSI

LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Kelompok : Nama Praktikan:
No. Meja : No. BP :
No/Objek Percobaan : VIII
Hari/Tanggal :
Dosen Pembimbing :

I. PRINSIP PERCOBAAN

II. ALAT DAN BAHAN

III. PROSEDUR PERCOBAAN

Empty rectangular box for content.

IV. HASIL DAN PERHITUNGAN

Large empty rectangular box for results and calculations.

V. KESIMPULAN

Large empty rectangular box for conclusions.

VI. DISKUSI

Large empty rectangular box for discussion.

LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Kelompok : Nama Praktikan:
No. Meja : No. BP :
No/Objek Percobaan : IX
Hari/Tanggal :
Dosen Pembimbing :

I. PRINSIP PERCOBAAN

II. ALAT DAN BAHAN

III. PROSEDUR PERCOBAAN

Empty rectangular box for content.

IV. HASIL DAN PERHITUNGAN

Large empty rectangular box for results and calculations.

V. KESIMPULAN

Large empty rectangular box for conclusions.

VI. DISKUSI

Large empty rectangular box for discussion.

LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Kelompok : Nama Praktikan:
No. Meja : No. BP :
No/Objek Percobaan : X
Hari/Tanggal :
Dosen Pembimbing :

I. PRINSIP PERCOBAAN

II. ALAT DAN BAHAN

III. PROSEDUR PERCOBAAN

IV. HASIL DAN PERHITUNGAN

V. KESIMPULAN

VI. DISKUSI

LAPORAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF

Kelompok : Nama Praktikan:
No. Meja : No. BP :
No/Objek Percobaan : XI
Hari/Tanggal :
Dosen Pembimbing :

I. PRINSIP PERCOBAAN

II. ALAT DAN BAHAN

III. PROSEDUR PERCOBAAN

Empty rectangular box for content.

IV. HASIL DAN PERHITUNGAN

Large empty rectangular box for results and calculations.

V. KESIMPULAN

Large empty rectangular box for conclusions.

VI. DISKUSI

Large empty rectangular box for discussion.