

**PENUNTUN PRAKTIKUM
ANALISIS FISIKOKIMIA**



TIM DOSEN:

Dachriyanus

Harizul Rivai

Fithriani Armin

Annisa Fauzana

Purnawan Pontana Putra

TIM EDITOR:

Fithriani Armin

Annisa Fauzana

Purnawan Pontana Putra

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS ANDALAS
2019/2020**

KATA PENGANTAR

Penuntun Praktikum Analisis Fisikokimia dipersiapkan untuk membantu mahasiswa Fakultas Farmasi Universitas Andalas dalam mengikuti praktikum pada mata kuliah tersebut dengan bobot 1 SKS. Praktikum ini diberikan pada semester V, bertujuan untuk memberi pengetahuan dan pengalaman kepada mahasiswa tentang analisis menggunakan berbagai instrumen terhadap sifat fisikokimia dan fisika suatu senyawa, sehingga memudahkan dalam memahami dan mempelajari ilmu-ilmu yang berkaitan pada semester selanjutnya.

Praktikum ini dimulai dari pengetahuan yang paling dasar yaitu analisis fisikokimia suatu senyawa yang berwarna yang dapat dianalisis menggunakan spektrofotometri visibel, analisis senyawa yang tidak berwarna yang dapat juga dianalisis menggunakan spektrofotometri visibel dengan penambahan pereaksi tertentu, analisis senyawa yang tidak berwarna dengan syarat memiliki kromofor yang dianalisis menggunakan spektrofotometri ultraviolet. Selain metode di atas juga digunakan metode lain yaitu spektrofotometri Inframerah (IR), metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) serta beberapa metode untuk analisis sifat fisika senyawa menggunakan refraktometri dan polarimetri.

Akhir kata, saran dan kritik yang bersifat membangun demi kelancaran dan penyempurnaan pembelajaran Analisis Fisikokimia sangat kami harapkan. Semoga penuntun praktikum ini bermanfaat bagi pengembangan pendidikan dan pembelajaran di Fakultas Farmasi Universitas Andalas.

Padang, Februari 2019

Penyusun

TATA TERTIB LABORATORIUM ANALISIS FISIKOKIMIA

Setiap yang mengikuti praktikum Analisis Fisikokimia harus menaati semua peraturan yang berlaku di Laboratorium Analisis Fisikokimia Fakultas Farmasi Universitas Andalas Padang. Beberapa peraturan yang harus ditaati adalah sebagai berikut:

Kehadiran

1. Praktikan harus datang tepat pada waktunya.
2. Praktikan yang terlambat 10 menit tanpa alasan yang sah dianggap absen dan tidak diizinkan mengikuti kegiatan praktikum.
3. Praktikan yang tidak mengisi daftar hadir dianggap tidak melakukan praktikum.
4. Jika berhalangan hadir karena sakit atau sebab lain, praktikan/yang mewakilkan harus melapor kepada asisten/dosen yang bertanggung jawab dengan membawa surat keterangan paling lambat pada hari praktikum berikutnya.

Tugas Sebelum Praktikum

1. Praktikan akan diberi pengarahan sebelum melakukan percobaan dan harus memiliki buku penuntun praktikum.
2. Praktikan harus menguasai teori yang mendasari percobaan tersebut dari buku-buku sumber.

Pelaksanaan Praktikum

1. Sebelum melakukan praktikum, praktikan harus mengikuti ujian tertulis mengenai praktikum yang akan dilakukan selama 10 menit (ujian ini juga dapat dilakukan setelah pelaksanaan praktikum dalam bentuk tulisan maupun lisan).
2. Asisten akan membantu praktikan jika mendapat kesulitan dalam memahami percobaan yang sedang dilakukan.
3. Semua data pengamatan dicatat dalam buku yang telah disediakan. Setelah selesai buku diserahkan ke asisten.

Keamanan dan Kebersihan

1. Praktikan diharuskan memakai jas laboratorium selama praktikum berlangsung.
2. Praktikan yang berambut panjang harus mengikat rambutnya.
3. Praktikan tidak diperkenankan merokok, makan, dan minum di laboratorium.
4. Selama praktikum, praktikan diharuskan memakai sepatu dan tidak dibenarkan memakai topi dan sandal.
5. Praktikan harus membawa beberapa bahan dan alat untuk kebersihan sendiri dan laboratorium (contoh: tisu, kain lap, sabun, dan lain-lain).
6. Praktikan harus berhemat dalam pemakaian bahan-bahan praktikum.
7. Sampah kertas dan benda keras harus dibuang pada tempat yang telah disediakan.
8. Laporkan setiap kecelakaan kepada asisten atau penanggung jawab praktikum pada saat itu.
9. Alat dan bahan yang dipakai bersama jangan dibawa ke meja sendiri.
10. Alat-alat yang telah digunakan dikembalikan dalam keadaan bersih.

Laporan Praktikum

Setelah praktikum, praktikan harus mengisi **lembaran hasil percobaan** yang telah tersedia di dalam penuntun praktikum dengan susunan isi sebagai berikut :

1. Hari dan tanggal percobaan
2. Judul percobaan
3. Hasil percobaan berupa: data pengamatan, perhitungan (kalau ada), gambar atau grafik
4. Pembahasan hasil dihubungkan dengan teori
5. Kesimpulan dan saran

Pada halaman depan penuntun praktikum harus dicantumkan: Nama praktikan, No. BP, Kelas, Hari Praktikum serta Nomor Kelompok dan nama anggota kelompok. Penuntun praktikum diserahkan ke asisten setelah melengkapi hal di atas.

Penggantian peralatan

Praktikan harus mengganti peralatan yang rusak/pecah (disengaja atau tidak) paling lambat akhir semester dengan jenis alat yang sama sambil menunjukkan bukti pembelian alat tersebut.

ATURAN KESELAMATAN

Laboratorium bisa merupakan tempat yang berbahaya. Tetapi dengan perhatian yang saksama dan teknik-teknik tertentu, laboratorium tidak lebih dari suatu ruangan kuliah biasa. Kebanyakan tindakan keselamatan hanya berupa praktik akal sehat belaka.

1. Pakai kaca mata pengaman selama bekerja di laboratorium.
2. Selalu memakai sepatu dan jas laboratorium.
3. Dilarang makan, minum, dan merokok kapan saja di laboratorium.
4. Harus tahu di mana dan bagaimana menggunakan peralatan pertolongan pertama dan pemadam api.
5. Anggap semua bahan kimia itu berbahaya, kecuali yang sudah diberitahu.
6. Bila kulit atau mata terkena bahan kimia cuci segera dengan air mengalir yang banyak, kemudian laporkan ke asisten.
7. Jangan sekali-kali mencium langsung uap atau gas. Bila diperlukan mencium sesuatu, kibaskan sedikit uap dengan telapak tangan ke hidung.
8. Reaksi kimia yang berbahaya atau menimbulkan bau tidak sedap harus dilakukan dalam lemari asam.
9. Jangan mengarahkan mulut tabung reaksi yang sedang dipanaskan ke orang lain atau ke diri sendiri.
10. Bila mengencerkan asam, asam yang harus dituangkan ke dalam air, bukan air ke dalam asam, karena panas pencampuran dapat mendidihkan air dan asam akan memercik keluar.
11. Bila memasukkan tabung gelas atau termometer ke dalam tutup karet basahi dulu tabung dan lubang karet dengan air atau gliserol. Pegang kaca dengan kain handuk sedekat mungkin ke arah karet dan putar sedikit demi sedikit sambil mendorong masuk.
12. Bersihkan pecahan kaca dengan segera.

13. Jangan sekali-kali melakukan percobaan yang tidak diinstruksikan.
14. Perhatikan aturan keselamatan yang disebutkan pada Tugas Sebelum Praktikum di setiap percobaan.
15. ***Laporkan pada asisten dengan segera bila terjadi kecelakaan.***

DAFTAR ISI

Kata Pengantar	ii
Tata Tertib Laboratorium Analisa Fisikokimia	iii
Aturan Keselamatan	v
Daftar Isi	vii
I Spektrofotometri visibel	
Penentuan konsentrasi senyawa berwarna dalam sampel	1
II Spektrofotometri ultraviolet	
Penentuan konsentrasi senyawa yang tidak berwarna (memiliki kromofor) dalam sampel	7
III Pengaruh pelarut terhadap Spektrum serapan daerah ultraviolet	13
IV Penyimpangan Hukum Lambert-Beer.....	21
V Penentuan Indeks Bias Zat Cair (Refraktometri).....	27
VI Analisis Parasetamol Dengan Metode KCKT.....	33
VII Identifikasi Parasetamol Dengan Metode Spektrofotometri Inframerah.....	37
Daftar Pustaka	41

PERCOBAAN I
SPEKTROFOTOMETRI VISIBEL
PENENTUAN KONSENTRASI SENYAWA BERWARNA DALAM
SAMPEL

1. TUJUAN PERCOBAAN

1. Mahasiswa mampu membuat konsentrasi larutan induk dan standar KMnO_4 dengan tepat.
2. Mahasiswa mampu menentukan panjang gelombang maksimum KMnO_4 .
3. Mahasiswa mampu membuat kurva kalibrasi KMnO_4 .
4. Mahasiswa mampu menentukan persamaan regresi linear KMnO_4 .
5. Mahasiswa mampu melakukan analisis kualitatif senyawa berwarna (dalam larutan) menggunakan spektrofotometer sinar tampak.
6. Mahasiswa mampu melakukan analisis kuantitatif senyawa berwarna (dalam larutan) menggunakan spektrofotometer sinar tampak.

2. ALAT DAN BAHAN

1. Alat
 - a. Spektrofotometer UV-VIS
 - b. Kuvet
 - c. Labu ukur 250 dan 100mL
 - d. Pipet volume
 - e. Pipet tetes
 - f. Alat-alat kaca lainnya.
2. Bahan
 - a. Kristal KMnO_4
 - b. Akuades

3. CARA KERJA

1. Pembuatan larutan baku KMnO_4 (larutan standar)
 - a. Buat larutan induk KMnO_4 dengan konsentrasi 100 ppm di dalam labu ukur 250mL dengan pelarut akuades.
 - b. Buat pengenceran larutan induk dengan konsentrasi 15, 20, 25, 30, 35 ppm di dalam labu ukur 100mL dengan akuades.
2. Pembuatan larutan sampel
Larutkan sejumlah KMnO_4 dalam akuades pada wadah kaca dan kocok hingga homogen.
3. Penentuan panjang gelombang maksimum KMnO_4 (λ maksimum)
Ukur serapan dari salah satu larutan standar KMnO_4 di atas pada rentang panjang gelombang sinar tampak 400–600nm dan catat panjang gelombang maksimumnya.
4. Penentuan kadar MnO_4^- dalam sampel
 - a. Ukur serapan masing-masing larutan pengenceran di atas pada λ maksimum KMnO_4 yang telah didapatkan. untuk pembuatan kurva kalibrasi dan perhitungan persamaan regresi linier).
 - b. Ukur serapan larutan sampel pada λ maksimum KMnO_4 .
 - c. Buatlah kurva kalibrasi KMnO_4 dalam akuades dan tentukan persamaan regresi linearnya.
 - d. Hitunglah konsentrasi KMnO_4 dalam larutan sampel menggunakan persamaan regresi linear yang telah didapatkan.

4. TUGAS

1. Hitunglah berat Kristal KMnO_4 yang harus ditimbang untuk membuat larutan induk KMnO_4 100 ppm sebanyak 250mL.
2. Hitunglah volume (dalam mililiter) larutan induk 100 ppm yang harus diambil untuk membuat larutan standar KMnO_4 konsentrasi 15, 20, 25, 30 dan 35 ppm masing-masing sebanyak 100mL.
3. Dengan menggunakan kertas grafik, buatlah hubungan antara panjang gelombang (sumbu x) dengan absorban (sumbu y). Dari grafik tersebut tentukan panjang gelombang (λ) maksimum KMnO_4 .

4. Buatlah hubungan antara konsentrasi larutan standar KMnO_4 dan absorbannya pada kertas grafik (kurva kalibrasi) dan tentukanlah persamaan regresi liniernya.

5. HASIL PERCOBAAN

1. Berat kristal KMnO_4 yang ditimbang untuk membuat larutan induk KMnO_4 100 ppm sebanyak 250mL adalah.....
2. Volume (dalam mililiter) larutan induk KMnO_4 100 ppm yang diambil untuk membuat larutan standar KMnO_4 konsentrasi 15, 20, 25, 30 dan 35 ppm sebanyak 100mL adalah
3. Tabel dan spektrum untuk menentukan panjang gelombang serapan maksimum KMnO_4 ($\lambda_{\text{maks}} \text{KMnO}_4$).

Tabel 1. Hubungan antara konsentrasi, panjang gelombang dan serapan maksimum KMnO_4 dalam pelarut akuades

No.	Konsentrasi KMnO_4 (ppm)	Panjang gelombang (λ) (nm)	Serapan (A)
1.		400	
2.		500	
3.		600	
4.		700	
5.		800	
$\lambda_{\text{maks}} \text{KMnO}_4$ adalah nm			

Gambar 1. Spektrum penentuan panjang gelombang serapan maksimum KMnO_4 dalam pelarut akuades

4. Hubungan antara seri konsentrasi larutan standar KMnO_4 dalam pelarut akuades dengan serapannya serta persamaan regresi liniernya.

Tabel 2. Hubungan antara konsentrasi larutan standar KMnO_4 dalam pelarut akuades dengan serapan masing-masingnya.

No.	Konsentrasi KMnO_4 (nm)	Serapan (A)
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		

Gambar 2. Kurva kalibrasi antara konsentrasi larutan standar KMnO_4 dalam pelarut akuades dengan serapan masing-masingnya yang diukur pada λ maksimum KMnO_4

6. DISKUSI DAN PEMBAHASAN

7. KESIMPULAN DAN SARAN

8. DAFTAR REFERENSI

(Minimal 3 buah referensi terbaru)

PERCOBAAN II
SPEKTROFOTOMETRI ULTRAVIOLET
PENENTUAN KONSENTRASI SENYAWA YANG TIDAK BERWARNA
(MEMILIKI KROMOFOR) DALAM SAMPEL

1. TUJUAN PERCOBAAN

1. Mahasiswa mampu membuat larutan induk dan larutan standar parasetamol dengan konsentrasi tertentu.
2. Mahasiswa mampu menentukan panjang gelombang maksimum parasetamol.
3. Mahasiswa mampu melakukan analisis kualitatif (identifikasi) zat (larutannya) yang tidak berwarna (memiliki kromofor) menggunakan spektrofotometer daerah ultraviolet.
4. Mahasiswa mampu melakukan analisis kuantitatif (penetapan kadar) senyawa tidak berwarna yang memiliki gugus kromofor menggunakan spektrofotometer daerah ultraviolet.

2. ALAT DAN BAHAN

1. Alat
 - a. Spektrofotometer UV-VIS
 - b. Kuvet
 - c. Labu ukur 100mL
 - d. Pipet volume
 - e. Pipet tetes
 - f. Alat-alat kaca lainnya.
2. Bahan
 - a. Serbuk parasetamol
 - b. Tablet parasetamol (sampel)
 - c. Etanol
 - d. Kertas saring.

3. CARA KERJA

1. Pembuatan larutan baku parasetamol (larutan standar)
 - a. Buatlah larutan induk parasetamol dengan konsentrasi 50 ppm di dalam labu ukur 100mL dengan pelarut 10 ml etanol dan dicukupkan dengan akuades hingga tanda batas.
 - b. Buatlah pengenceran larutan induk parasetamol (larutan standar) dengan konsentrasi 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm di dalam labu ukur 100mL dalam pelarut akuades.
2. Penentuan panjang gelombang maksimum (λ maksimum) parasetamol
Ukur serapan dari salah satu larutan standar di atas pada panjang gelombang rentang 200–400nm.
3. Penentuan konsentrasi parasetamol dalam sampel
 - a. Ukur serapan masing-masing larutan standar di atas pada λ maksimum parasetamol yang didapatkan.
 - b. Buatlah kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi larutan standar parasetamol dan absorbansinya, kemudian tentukan persamaan regresinya.
 - c. Ukur serapan larutan sampel pada λ maksimum parasetamol yang telah didapatkan.
 - d. Dengan persamaan regresi linier yang didapat, hitunglah konsentrasi parasetamol dalam larutan sampel.

4. TUGAS

1. Hitunglah berat parasetamol yang harus ditimbang untuk membuat larutan induk parasetamol konsentrasi 50 ppm dalam pelarut akuades sebanyak 100mL.
2. Dengan menggunakan kertas grafik, buatlah hubungan antara panjang gelombang (sumbu x) dengan serapan (sumbu y) dan dari grafik tersebut tentukan λ_{maks} parasetamol.
3. Buatlah hubungan antara konsentrasi larutan standar dan serapannya pada kertas grafik (kurva kalibrasi) dan tentukan persamaan regresi liniernya.

Dengan persamaan regresi yang didapat, tentukan konsentrasi parasetamol dalam sampel.

5. HASIL PERCOBAAN

1. Berat parasetamol yang ditimbang untuk membuat larutan induk parasetamol konsentrasi 50 ppm sebanyak 100mL dalam akuades adalah.....
2. Volume (dalam mililiter) larutan induk parasetamol 50 ppm yang harus diambil untuk membuat larutan standar parasetamol konsentrasi 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm sebanyak 100mL dalam akuades adalah
3. Tabel dan spektrum untuk menentukan panjang gelombang serapan maksimum (λ maksimum) parasetamol.

Tabel 1. Hubungan antara konsentrasi, panjang gelombang dan serapan parasetamol dalam pelarut akuades.

No.	Konsentrasi parasetamol (ppm)	Panjang gelombang (λ) (nm)	Serapan (A)
1.		200	
2.		250	
3.		300	
4.		350	
5.		400	
λ maks parasetamol adalah nm			

Gambar 1. Spektrum penentuan panjang gelombang serapan maksimum parasetamol dalam pelarut akuades.

4. Hubungan antara seri konsentrasi larutan standar parasetamol dalam pelarut akuades dengan serapannya dan persamaan regresi liniernya.

Tabel 2. Hubungan antara seri konsentrasi larutan standar dalam pelarut akuades dengan serapan masing-masingnya.

No.	Konsentrasi parasetamol (nm)	Serapan (A)
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		

Gambar 2. Kurva kalibrasi antara beberapa konsentrasi parasetamol dalam pelarut akuades dengan serapan masing-masingnya yang diukur pada λ_{maks} parasetamol.

6. DISKUSI DAN PEMBAHASAN

7. KESIMPULAN DAN SARAN

8. DAFTAR REFERENSI

(Minimal 3 buah referensi terbaru)

PERCOBAAN III
PENGARUH PELARUT TERHADAP
SPEKTRUM SERAPAN DAERAH ULTRAVIOLET

1. TUJUAN PERCOBAAN

1. Mahasiswa mampu membuat larutan parasetamol dengan konsentrasi tertentu dalam beberapa pelarut tertentu (akuades, metanol, HCl 0,1N dan NaOH 0,1N).
2. Mahasiswa mampu melakukan analisis kualitatif parasetamol dalam pelarut tertentu menggunakan spektrofotometer UV-Visibel.
3. Mahasiswa mampu menjelaskan hubungan antara pelarut yang digunakan dan hasil analisis menggunakan spektrofotometer UV-Visibel.

2. ALAT DAN BAHAN

1. Alat
 - a. Spektrofotometer UV-Visibel
 - b. Kuvet
 - c. Labu ukur 100mL
 - d. Pipet volume
 - e. Pipet tetes
 - f. Alat-alat kaca lainnya
2. Bahan
 - a. Serbuk parasetamol
 - b. Akuades
 - c. Metanol
 - d. HCl 0,1N
 - e. NaOH 0,1N

3. CARA KERJA

1. Buatlah larutan parasetamol konsentrasi 10 ppm sebanyak 100mL dalam berbagai macam pelarut (akuades, metanol, HCl 0,1N dan NaOH 0,1N).
2. Tentukan spektrum serapan dari masing-masing larutan parasetamol (blanko adalah pelarut tanpa bahan uji) pada daerah 200-400nm.
3. Tentukan panjang gelombang serapan maksimum masing-masing larutan parasetamol.

4. TUGAS

1. Hitunglah berapa banyak parasetamol yang harus ditimbang untuk membuat larutan parasetamol konsentrasi 10 ppm sebanyak 100mL.
2. Buatlah hubungan antara panjang gelombang (sumbu x) dengan serapan (sumbu y) masing-masing larutan parasetamol dengan menggunakan kertas grafik, kemudian tentukan λ maksimum masing-masingnya.
3. Jelaskanlah pengaruh pelarut terhadap spektrum serapannya.

5. HASIL PERCOBAAN

1. Berat parasetamol yang harus ditimbang untuk membuat larutan parasetamol 10 ppm sebanyak 100mL dalam masing-masing pelarut adalah.....

2. Tabel dan spektrum untuk menentukan panjang gelombang serapan maksimum (λ maksimum) parasetamol dalam beberapa pelarut.

Tabel 1. Hubungan antara konsentrasi, panjang gelombang dan serapan larutan parasetamol dalam pelarut akuades.

No.	Konsentrasi parasetamol (ppm)	Panjang gelombang (λ) (nm)	Serapan (A)
1.		200	
2.		250	
3.		300	
4.		350	
5.		400	
	λ_{maks} parasetamol adalah nm		

Gambar 1. Spektrum penentuan panjang gelombang serapan maksimum parasetamol dalam pelarut akuades.

Tabel 2. Hubungan antara konsentrasi, panjang gelombang dan serapan larutan parasetamol dalam pelarut metanol.

No.	Konsentrasi parasetamol (ppm)	Panjang gelombang (λ) (nm)	Serapan (A)
1.		200	
2.		250	
3.		300	
4.		350	
5.		400	
	λ_{maks} parasetamol adalah nm		

Gambar 2. Spektrum penentuan panjang gelombang serapan maksimum parasetamol dalam pelarut metanol.

Tabel 3. Hubungan antara konsentrasi, panjang gelombang dan serapan larutan parasetamol dalam pelarut HCl 0,1N.

No.	Konsentrasi parasetamol (ppm)	Panjang gelombang (λ) (nm)	Serapan (A)
1.		200	
2.		250	
3.		300	
4.		350	
5.		400	
	λ_{maks} parasetamol adalah nm		

Gambar 3. Spektrum penentuan panjang gelombang serapan maksimum parasetamol dalam pelarut HCl 0,1N.

Tabel 4. Hubungan antara konsentrasi, panjang gelombang dan serapan larutan parasetamol dalam pelarut NaOH 0,1N.

No.	Konsentrasi parasetamol (ppm)	Panjang gelombang (λ) (nm)	Serapan (A)
1.		200	
2.		250	
3.		300	
4.		350	
5.		400	
	λ_{maks} parasetamol adalah nm		

Gambar 4. Spektrum penentuan panjang gelombang serapan maksimum parasetamol dalam pelarut NaOH 0,1N.

6. DISKUSI DAN PEMBAHASAN

7. KESIMPULAN DAN SARAN

8. DAFTAR REFERENSI

(Minimal 3 buah referensi terbaru)

PERCOBAAN IV

PENYIMPANGAN HUKUM LAMBERT-BEER

1. TUJUAN PERCOBAAN

Mahasiswa mampu menjelaskan faktor-faktor yang menyebabkan penyimpangan hukum Lambert-Beer.

2. ALAT DAN BAHAN

1. Alat

- a. Spektrofotometer UV-VIS
- b. Kuvet
- c. Labu ukur 100mL
- d. Pipet volume
- e. Pipet tetes
- f. alat-alat kaca lainnya

2. Bahan

- a. Larutan $K_2Cr_2O_7$ 10^{-1} M dalam H_2SO_4 0,1 M
- b. Larutan $K_2Cr_2O_7$ 10^{-2} M dalam H_2SO_4 0,1 M
- c. H_2SO_4 4 M
- d. Akuades

3. CARA KERJA

1. Siapkan 10 buah labu ukur 100mL dan lakukan penambahan larutan menurut tabel berikut:

No.	H_2SO_4 4 M (mL)	$K_2Cr_2O_7$ 10^{-1} M (mL)	$K_2Cr_2O_7$ 10^{-2} M (mL)	H_2O (mL)
1.	0	10	0	10
2.	1	9	1	9
3.	2	8	2	8
4.	3	7	3	7
5.	4	6	4	6
6.	5	5	5	5

7.	6	4	6	4
8.	7	3	7	3
9.	8	2	8	2
10.	9	1	9	1
11.	10	0	10	0

2. Pengaruh pengenceran terhadap perubahan panjang gelombang maksimum.
 - a. Tentukan absorbansi masing-masing larutan pada rentang panjang gelombang 300-600nm.
 - b. Pada satu kertas grafik yang sama, buatlah spektrum hubungan antara panjang gelombang dan absorbansi larutan 1-5 dan gunakan **akuades** sebagai referensinya, *slit* 5nm.
 - c. Pada satu kertas grafik yang sama, buatlah spektrum hubungan antara panjang gelombang dan absorbansi larutan 6-11 dan gunakan **H₂SO₄ 0,1 M** sebagai referensinya, *slit* 5nm.

4. TUGAS

1. Dari hasil percobaan 3.2.b dan 3.2.c tentukan panjang gelombang serapan maksimum masing-masing larutan.
2. Dari hasil percobaan 3.2.b dan 3.2.c, buatlah kurva kalibrasi dengan menghitung serapan larutan 1-5 pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh dan serapan larutan 6-11 pada panjang gelombang serapan maksimum yang diperoleh.

5. HASIL PERCOBAAN

1. Tabel dan spektrum larutan 1-5.

Tabel 1. Tabel hubungan antara konsentrasi $K_2Cr_2O_7$, panjang gelombang maksimum dan serapan larutan 1-5.

No.	Konsentrasi $K_2Cr_2O_7$ dalam Larutan (M)	Panjang gelombang serapan maksimum (λ_{maks}) (nm)	Serapan (A)
1.	1		
2.	2		
3.	3		
4.	4		
5.	5		

Gambar 1. Spektrum larutan 1-5 pada rentang panjang gelombang 300-600nm.

2. Tabel dan spektrum larutan 6-11.

Tabel 2. Tabel hubungan antara konsentrasi $K_2Cr_2O_7$, panjang gelombang maksimum dan serapan larutan 6-11.

No.	Konsentrasi $K_2Cr_2O_7$ dalam Larutan (M)	Panjang gelombang serapan maksimum (λ_{maks}) (nm)	Serapan (A)
1.	6		
2.	7		
3.	8		
4.	9		
5.	10		
6.	11		

Gambar 2. Spektrum larutan 6-11 pada rentang panjang gelombang 300-600nm

6. DISKUSI DAN PEMBAHASAN

7. KESIMPULAN DAN SARAN

8. DAFTAR REFERENSI

(Minimal 3 buah referensi terbaru)

PERCOBAAN V

PENENTUAN INDEKS BIAS ZAT CAIR (REFRAKTOMETRI)

1. TUJUAN PERCOBAAN

1. Mahasiswa mampu menentukan indeks bias suatu zat cair.
2. Mahasiswa mampu menentukan komposisi larutan biner.

2. ALAT DAN BAHAN

1. Alat

- a. Refraktometer ABBE/*Hand refractometer*
- b. Termometer
- c. Pipet tetes
- d. Alat-alat kaca lainnya.

2. Bahan

- a. Kertas tisu atau kapas
- b. Zat cair yang akan diuji (*Oleum anisi, Oleum cajuputi, Oleum caryophylli, Oleum citronellae, Oleum cocos, Oleum iecoris, Oleum olivae*)

3. CARA KERJA

A. Menentukan indeks bias zat cair

1. Aturlah lensa Refraktometer sedemikian rupa sehingga garis silang dan skala indeks bias tampak sejelas-jelasnya.
2. Catatlah suhu ruangan tempat melakukan percobaan.
3. Bersihkan prisma dengan kertas tisu atau kapas.
4. Teteskan zat cair yang akan diuji beberapa tetes pada prisma penerang, kemudian diapit dengan prisma yang sebelah atasnya.
5. Putarlah pemutar yang terdapat pada alat ini, sehingga batas sinar terang dan gelap tepat pada garis silang.
6. Bacalah skala indeks bias, dan pakailah nonius untuk bagian skala yang kecil.

B. Menentukan komposisi larutan biner

1. Ambil 6 buah tabung reaksi yang bersih dan kering yang dipakai untuk tempat larutan standar.
2. Serahkan satu buah tabung reaksi untuk mendapatkan larutan sampel.
3. Isilah dua buah buret masing-masingnya dengan larutan X dan Y sebagai standar. Isi tabung reaksi dengan larutan standar dengan komposisi:

Tabung ke	1	2	3	4	5
mL lar. X	2	1,5	1	0,5	0
mL lar. Y	0	0,5	1	1,5	2

4. Teteskan larutan standar di atas pada prisma refraktometer dan pipet jangan menyentuh prisma. Impit prisma dan nyalakan lampu refraktometer. Atur lensa okuler sampai didapatkan pengamatan skala yang cukup terang.
5. Tepatkan bayangan gelap berada di daerah titik silang dari indikator. Dapatkan bayangan atau batas garis yang tajam antara daerah gelap dan terang. Bacalah skala yang ditunjukkan pada bagian indikator dengan menyatakan dalam empat desimal.
6. Lakukan pengukuran dari deretan larutan standar di atas di mana untuk tiap-tiap larutan dilakukan pengukuran indeks bias. Catat suhu percobaan sewaktu melakukan pengukuran.
7. Lakukan pengukuran indeks bias sampel.
8. Buat kurva kalibrasi antara indeks bias (n) dengan komposisi larutan standar (nyatakan dalam %) dan tentukan persamaan regresi liniernya.

4. TUGAS

Tabel 1. Tentukan komposisi larutan sampel dan nyatakan dalam %X dan %Y.

Tabung	Konsentrasi larutan X (%)	Konsentrasi larutan Y (%)
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		

Contoh Perhitungan:

1. Konsentrasi larutan X (%) =.....

2. Konsentrasi larutan Y (%) =.....

5. HASIL PERCOBAAN

Tabel 2. Hubungan antara konsentrasi (% X) dalam campuran larutan X dan Y terhadap nilai indeks biasnya.

No.	Konsentrasi larutan X (%)	Indeks bias (n)
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		

Gambar 1. Kurva kalibrasi antara konsentrasi (% X) dalam campuran larutan X dan Y terhadap nilai indeks biasnya.

Tabel 3. Hubungan antara konsentrasi (% Y) dalam campuran larutan X dan Y terhadap nilai indeks biasnya.

No.	Konsentrasi larutan Y (%)	Indeks bias (n)
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		

Gambar 2. Kurva kalibrasi antara konsentrasi (% Y) dalam campuran larutan X dan Y terhadap nilai indeks biasnya.

Perhitungan konsentrasi sampel:

1. Dengan persamaan regresi dari kurva kalibrasi antara konsentrasi (% X) dalam campuran larutan X dan Y terhadap nilai indeks biasnya, konsentrasi sampel adalah ...

2. Dengan persamaan regresi dari Kurva kalibrasi antara konsentrasi (% Y) dalam campuran larutan X dan Y terhadap nilai indeks biasnya, konsentrasi sampel adalah ...

6. DISKUSI DAN PEMBAHASAN

7. KESIMPULAN DAN SARAN

8. DAFTAR REFERENSI

(Minimal 3 buah referensi terbaru)

PERCOBAAN VI

ANALISIS PARACETAMOL DENGAN METODE KCKT

1. TUJUAN PERCOBAAN

1. Mahasiswa mampu membuat larutan fase gerak dengan perbandingan tertentu untuk analisis menggunakan KCKT.
2. Mahasiswa mampu melakukan analisis kualitatif parasetamol menggunakan KCKT.
3. Mahasiswa mampu melakukan analisis kuantitatif parasetamol menggunakan KCKT.

2. ALAT DAN BAHAN

1. Alat

- a. Instrumen KCKT (Kolom C18 KCKT, detektor UV, alat injeksi sampel)
- b. Labu ukur 100mL
- c. Kertas saring
- d. Pipet volume
- e. Alat-alat kaca lainnya

2. Bahan

- a. Parasetamol baku
- b. Tablet parasetamol
- c. Metanol HPLC *grade*
- d. Aquabides
- e. Asetonitril

3. CARA KERJA

1. Kondisi percobaan

- Kolom : ODS-C18
- Fasa gerak : metanol:aquabides (1:1 v/v)/asetonitril:air (25:75 v/v)
- Detektor : UV dengan panjang gelombang 207nm

2. Penyiapan larutan standar

Baku parasetamol ditimbang sebanyak 10mg, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100mL dan dilarutkan dengan fase gerak metanol:aquabides (1:1) atau asetonitril:air (25:75) sampai tanda batas, dihomogenkan.

3. Penyiapan larutan sampel

Tablet parasetamol digerus dan ditimbang sebanyak 10mg, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100mL dan dilarutkan dengan fase gerak metanol:aquabides (1:1) atau asetonitril:air (25:75) sampai tanda batas, dihomogenkan dan disaring. Filtrat yang dihasilkan dimasukkan ke dalam wadah yang sesuai. Larutan siap untuk diinjeksikan (Larutan uji).

4. HASIL PERCOBAAN

Perhitungan konsentrasi:

1. Konsentrasi larutan baku parasetamol =ppm

Kondisi Percobaan:

Fasa diam yang digunakan :

Fasa gerak yang digunakan :

Detektor yang digunakan : λ = nm

Suhu :°C

Laju alir fase gerak : mL/min

Tekanan pompa :

Tabel 1. Hasil analisis baku dan sampel parasetamol dengan KCKT.

	Waktu retensi (menit)	Luas Area
Baku parasetamol		
Larutan uji parasetamol		

Konsentrasi larutan uji yang mengandung parasetamol didapatkan:

$$\frac{\text{Konsentrasi baku paracetamol (ppm)}}{\text{Luas area baku paracetamol}} = \frac{\text{Konsentrasi larutan uji paracetamol (ppm)}}{\text{Luas area larutan uji paracetamol}}$$

2. Konsentrasi larutan sampel =ppm

5. DISKUSI DAN PEMBAHASAN

6. KESIMPULAN DAN SARAN

7. DAFTAR REFERENSI

(Minimal 3 buah referensi terbaru)

PERCOBAAN VII
IDENTIFIKASI PARACETAMOL DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI INFRAMERAH

1. TUJUAN PERCOBAAN

Mahasiswa mampu menganalisis menggunakan metode Spektrofotometri Inframerah.

3. ALAT DAN BAHAN

1. Alat

- a. Spektrofotometer Inframerah
- b. Lumpang dan alu
- c. Alat-alat kaca lainnya.

2. Bahan

- a. Serbuk KBr
- b. Parasetamol.

3. CARA KERJA

1. Pembuatan KBr pellet blanko

Timbang kira-kira 300 gram serbuk KBr kering dalam tempat yang terbuat dari plastik. Siapkan perlengkapan untuk pencampuran KBr dengan sampel parasetamol dan penggerusan. Lakukan pencampuran, penggerusan dan pengeringan untuk memperoleh campuran sampel dan serbuk KBr. Kemudian lakukan penekanan atau pengempaan campuran serbuk KBr dengan alat pembuat pellet KBr. Terakhir, lakukan analisis sampel dengan alat spektrofotometer inframerah.

2. Analisis langsung

Bila jumlah sampel banyak maka, sampel dapat dianalisis langsung sejumlah tertentu serbuk dan diletakkan pada wadah sesuai pada alat spektrofotometer inframerah dan operasikan alat.

4. TUGAS

Dari spektrum IR yang didapatkan, tentukanlah gugus fungsi yang terkandung pada sampel dan bandingkan bentuk spektrum pada daerah sidik jari dengan literatur yang ada.

5. HASIL PERCOBAAN

Buatkan struktur kimia parasetamol serta tuliskan gugus fungsi yang ada sesuai dengan bilangan gelombang yang tampak dari spektrum yang dihasilkan pada percobaan.

6. DISKUSI DAN PEMBAHASAN

7. KESIMPULAN DAN SARAN

8. DAFTAR REFERENSI

(Minimal 3 buah referensi terbaru)

DAFTAR PUSTAKA

1. Jeffery, G.H., Bassett, J., Mendham, J. dan Denney, R.C., "*Vogel's: Text Book of Quantitative Inorganik Analysis*". 5th ed., Longman Scientific & Technical, Harlow, 1978.
2. Brittain, E.F.E., George, W.O. dan Wells, C.H.J., "*Introduction Molekuler Spectroscopy, Theory and Exp*", Academic Press, London. 1970.
3. Colthup, N.B., Daly, L.H. dan Wiberley, S.F., "*Introduction to Infrared an Raman Spectroscopy*", Academic Press, New York. 1975.
4. Creswell, C.J., Runquist, O.A. dan Campbell, M.M., Analisis Spektrum Senyawa Organik, Diterjemahkan Oleh: Kosasih Padmawinata dan Iwang Soediro, Penerbit ITB, Bandung, 1982.
5. Dayar, A. dan Underwood A.L., "*Quantitative Analysis*", Penerbit Erlangga, Jakarta, 1983.
6. Ewing, G.W., "*Instrumental Method of Chemical Analysis*", 4th ed., Mc.Grow Hill, New York, 1975.
7. Ganjar, I.G. dan Rohman, A., Analisis Obat Secara Spektroskopi dan Kromatografi, Penerbit Pustaka Pelajar, Yogyakarta, 2012.
8. Gritter, R.J., Bobbitt, J.M. dan Schwrting, A.E., *Pengantar Kromatografi*, Diterjemahkan Oleh: Kokasi Padmawinata, ITB, Bandung, 1991.
9. Hannals. R.W. dan Swinehart, J.S., "*Experiments in Techniques of Infrared Spectroscopy*", Perkin-Elmer, Massachusetts, 1974.
10. Johnson, E.L. dan Stevenson, R., "*Dasar Kromatografi Cair*", Diterjemahkan Oleh: Kokasih Padmawinata, ITB, Bandung, 1991.
11. Manson, J.W., "*Analisa Farmasi : Metoda Modern*", Parwa B, Airlangga University Press, Surabaya, 1981.
12. Reiley, C.N. dan Sawyer, D.T., "*Experiments in Instrumental Method*". Mc. Grow Hill, New York, 1961.
13. Watson, D.G., "Analisis Farmasi, Buku Ajar untuk Mahasiswa Farmasi dan Praktisi Kimia Farmasi", Diterjemahkan Oleh: Winny R. Syarief, Penerbit Buku Kedokteran EGC, Jakarta, 2005.
14. Yuwono, M., Muhammad, M. dan Gunawan, I., "*HPLC*", Universitas Airlangga Press, Surabaya, 1999.