



PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS FARMASI DAN SAINS
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH PROF. DR. HAMKA
JAKARTA

MODUL PRAKTIKUM ANALISA FARMASI

PENYUSUN:

DR. SUPANDI, M.SI., APT.

ALMAWATI SITUMORANG, M.FARM., APT.

HARIYANTI, M.SI., APT.

SOFIA FATMAWATI, M.FARM., APT.

2019



PENGESAHAN

MODUL PRAKTIKUM ANALISA FARMASI

PENYUSUN:

DR. SUPANDI, M.SI., APT.

ALMAWATI SITUMORANG, M.FARM., APT.

HARIYANTI, M.SI., APT.

SOFIA FATMAWATI, M.FARM., APT.

JAKARTA, 25 NOVEMBER 2019

KETUA PROGRAM STUDI FARMASI

KORI YATI, M.FARM., APT.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kita panjatkan kehadirat Allah SWT, atas berkah, rahmat dan hidayah-Nya. Modul praktikum ini dipergunakan pada praktikum Analisa Farmasi bagi mahasiswa Farmasi, Fakultas Farmasi dan Sains, Universitas Muhammadiyah Prof. DR. HAMKA, Jakarta.

Dalam pelaksanaan praktikum Analisa Farmasi, mahasiswa diwajibkan mengisi lembar kerja hasil praktikum yang telah disediakan. Diharapkan pula mahasiswa selalu membaca literatur- literatur lain yang berkaitan dengan materi praktikum.

Kami sadari bahwa Modul praktikum ini masih terdapat banyak kekurangan, walaupun demikian kami mengharapkan penuntun ini dapat memberikan sumbangan bagi semua pihak.

Jakarta, Februari 2019

Penulis

DAFTAR ISI

<u>KATA PENGANTAR</u>	3
<u>DAFTAR ISI</u>	4
<u>TATA TERTIB PRAKTIKUM</u>	8
<u>DESKRIPSI MATA KULIAH PRAKTIKUM</u>	11
<u>PETUNJUK PENGGUNAAN MODUL PRAKTIKUM</u>	12
<u>PRAKTIKUM 1: TEHNIK ANALISA KUALITATIF</u>	13
1. KOMPETENSI DASAR	13
2. INDIKATOR CAPAIAN	13
3. TUJUAN PRAKTIKUM	13
4. URAIAN TEORI	13
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	13
6. EVALUASI	21
7. SOAL LATIHAN	21
8. DAFTAR PUSTAKA	22
<u>PRAKTIKUM 2: ALKALOID DAN ANALGETIK</u>	23
1. KOMPETENSI DASAR	23
2. INDIKATOR CAPAIAN	23
3. TUJUAN PRAKTIKUM	23
4. URAIAN TEORI	23
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	26
6. EVALUASI	33
7. SOAL LATIHAN	35
8. DAFTAR PUSTAKA	35
<u>PRAKTIKUM 3: ANTIBIOTIK</u>	36
1. KOMPETENSI DASAR	36
2. INDIKATOR CAPAIAN	36
3. TUJUAN PRAKTIKUM	36
4. URAIAN TEORI	36
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	36

6. EVALUASI	42
7. SOAL LATIHAN	45
8. DAFTAR PUSTAKA	45
<u>PRAKTIKUM 4: ANTIHISTAMIN</u>	<u>46</u>
1. KOMPETENSI DASAR	46
2. INDIKATOR CAPAIAN	46
3. TUJUAN PRAKTIKUM	46
4. URAIAN TEORI	46
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	47
6. EVALUASI	51
7. SOAL LATIHAN	54
8. DAFTAR PUSTAKA	54
<u>PRAKTIKUM 5: SULFONAMIDA</u>	<u>55</u>
1. KOMPETENSI DASAR	55
2. INDIKATOR CAPAIAN	55
3. TUJUAN PRAKTIKUM	55
4. URAIAN TEORI	55
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	58
6. EVALUASI	62
7. SOAL LATIHAN	65
8. DAFTAR PUSTAKA	65
<u>PRAKTIKUM 6: VITAMIN DAN LAIN-LAIN</u>	<u>66</u>
1. KOMPETENSI DASAR	66
2. INDIKATOR CAPAIAN	66
3. TUJUAN PRAKTIKUM	66
4. URAIAN TEORI	66
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	67
6. EVALUASI	72
7. SOAL LATIHAN	75
8. DAFTAR PUSTAKA	75
<u>PRAKTIKUM 7: KIMIA ANALISA KUANTITATIF</u>	<u>79</u>

1. KOMPETENSI DASAR	79
2. INDIKATOR CAPAIAN	79
3. TUJUAN PRAKTIKUM	79
4. URAIAN TEORI	66
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	86
6. EVALUASI	86
7. SOAL LATIHAN	86
8. DAFTAR PUSTAKA	86
<u>PRAKTIKUM 8: PERMANGANOMETRI</u>	<u>87</u>
1. KOMPETENSI DASAR	87
2. INDIKATOR CAPAIAN	87
3. TUJUAN PRAKTIKUM	87
4. URAIAN TEORI	87
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	91
6. EVALUASI	92
7. SOAL LATIHAN	95
8. DAFTAR PUSTAKA	75
<u>PRAKTIKUM 9: TITRASI IODO-IODIMETRI</u>	<u>96</u>
1. KOMPETENSI DASAR	96
2. INDIKATOR CAPAIAN	96
3. TUJUAN PRAKTIKUM	96
4. URAIAN TEORI	66
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	67
6. EVALUASI	98
7. SOAL LATIHAN	99
8. DAFTAR PUSTAKA	75
<u>PRAKTIKUM 10: TITRASI NITRIMETRI</u>	<u>66</u>
1. KOMPETENSI DASAR	100
2. INDIKATOR CAPAIAN	100
3. TUJUAN PRAKTIKUM	100
4. URAIAN TEORI	100

5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	67
6. EVALUASI	108
7. SOAL LATIHAN	111
8. DAFTAR PUSTAKA	111
<u>PRAKTIKUM 11: PENETAPAN KADAR CAMPURAN</u>	<u>112</u>
1. KOMPETENSI DASAR	112
2. INDIKATOR CAPAIAN	112
3. TUJUAN PRAKTIKUM	112
4. URAIAN TEORI	112
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	112
6. EVALUASI	113
7. SOAL LATIHAN	123
8. DAFTAR PUSTAKA	123
<u>PRAKTIKUM 12: SPEKTROFOTOMETER UV-VIS</u>	<u>124</u>
1. KOMPETENSI DASAR	124
2. INDIKATOR CAPAIAN	124
3. TUJUAN PRAKTIKUM	124
4. URAIAN TEORI	124
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	125
6. EVALUASI	126
7. SOAL LATIHAN	129
8. DAFTAR PUSTAKA	75

TATA TERTIB PRAKTIKUM

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

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 kepada dosen pengampu praktikum terkait dengan alasan ketidakhadirannya.
3. Praktikan seperti no. 2 di atas, jika akan mengganti praktikum pada hari lain, wajib meminta rekomendasi tertulis terlebih dahulu dari koordinator pengampu praktikum.
4. Gunakan sepatu tertutup yang layak untuk keamanan bekerja di laboratorium. Sepatu terbuka, sandal atau sepatu hak tinggi **TIDAK BOLEH** digunakan di laboratorium.
5. Praktikan memasuki ruang laboratorium dengan telah mengenakan jas praktikum.
6. Rambut yang panjang harus selalu diikat dan dimasukkan ke dalam jas lab untuk menghindari kontak dengan zat-zat berbahaya, mesin yang bergerak dan nyala api.
7. Praktikan wajib membawa: laporan, lembar kerja praktikum, masker, dan alat-alat yang dibutuhkan pada saat praktikum.
8. Sewaktu-waktu Dosen dapat mengadakan *Pre Test* atau *Post Test*, untuk materi-materi yang akan atau yang telah dikerjakan.
9. Praktikan tidak diperbolehkan makan, minum, dan atau merokok di dalam laboratorium selama praktikum berlangsung
10. Praktikan tidak diperbolehkan bersenda gurau yang mengakibatkan terganggunya kelancaran praktikum

Sanksi terhadap pelanggaran tata tertib no.8 dan9 diatas adalah dikeluarkan dari laboratorium atau tidak diperkenankan melanjutkan praktikum.

11. Praktikkan bertanggung jawab atas peralatan yang dipinjamnya, kebersihan meja masing-masing, serta lantai disekitarnya.
12. Setelah menggunakan *reagen*, praktikkan wajib meletakkan kembali pada tempat semula.
13. Pilihlah tempat yang tepat untuk melakukan percobaan. Percobaan yang melibatkan zat-zat berbahaya dan beracun harus dilakukan di dalam lemari asam.
14. **JANGAN MEMBUANG** zat-zat kimia ke wasbak!
15. Jika Anda terkena zat kimia, segeralah cuci dengan sabun dan bilaslah dengan air yang banyak. Kecuali apabila anda terkena tumpahan/cipratan brom, fenol atau asam sulfat pekat (H_2SO_4 pekat), **HINDARI MEMBILAS DENGAN AIR!!!**
16. Jika Anda terluka atau mengalami kecelakaan di laboratorium, beritahu segera dosen atau asisten praktikum. Segera hubungi pihak medis jika lukanya cukup serius
17. Cek semua peralatan sebelum digunakan. Apabila terdapat kerusakan, segera laporkan kepada petugas laboratorium untuk segera diganti/diperbaiki
18. **JANGAN PERNAH** melakukan pekerjaan, penyiapan sampel atau percobaan **TANPA ADANYA PENGAWASAN** supervisor laboratorium (dosen atau asisten praktikum,).
19. Jika akan meninggalkan ruang laboratorium, praktikkan wajib meminta izin kepada dosen
20. **JANGAN** meninggalkan suatu percobaan tanpa pengawasan, terutama percobaan yang menggunakan bahan-bahan yang mudah meledak atau mudah terbakar.
21. Praktikkan melakukan analisis sesuai bagiannya masing-masing, mencatat hasilnya pada lembar kerja praktikum, serta memintakan "ACC" pada dosen
22. Lakukan selalu pengecekan terhadap hal-hal yang menunjang keselamatan kerja setiap kali selesai percobaan. **PASTIKAN** semua keran gas, keran air, saluran listrik, saluran telah dimatikan

23. Perhiasan, *Hand Phone* dan barang berharga lain merupakan tanggung jawab masing-masing praktikan.
24. Mahasiswa tidak diperkenankan menggunakan/bermain *Hand Phone* pada saat jam praktikum sedang berlangsung.
25. **KENALI** lokasi-lokasi dan cara pengoperasian fasilitas keselamatan kerja dan keadaan darurat, seperti pemadam kebakaran, kotak P3K, alarm kebakaran, pintu darurat, dsb
26. Selalu cuci tangan dan lengan Anda sebelum meninggalkan laboratorium.

DESKRIPSI MATA KULIAH PRAKTIKUM

Praktikum Analisa Farmasi merupakan mata kuliah wajib untuk mahasiswa program studi Farmasi di Fakultas Farmasi dan Sains UHAMKA. Perkuliahan praktikum ini bertujuan untuk memberikan pemahaman tentang dasar-dasar analisis kualitatif dan kuantitatif secara konvensional dan analisis kualitatif dengan instrumentasi modern serta melatih menganalisis data hasil analisis. Lingkup perkuliahan meliputi teknik-teknik analisis kualitatif dan kuantitatif secara titrimetri, serta analisis kualitatif secara spektrofotometri UV-Vis

Perkuliahan Praktikum ini disajikan dalam bentuk Praktek, ceramah, diskusi, dan simulasi. Hasil perkuliahan ini akan diukur melalui pre test, post test, hasila analisis kualitatif dan kuantitatif, ujian tengah semester, ujian akhir semester, tugas-tugas, laporan dan partisipasi dalam diskusi.

PETUNJUK PENGGUNAAN MODUL PRAKTIKUM

Untuk memperoleh hasil praktikum dan belajar yang maksimal dalam menggunakan modul ini, maka langkah-langkah yang perlu dilaksanakan antara lain:

1. Bacalah dan pahami secara seksama uraian materi yang ada pada masing-masing kegiatan praktikum
2. Kerjakan tugas formatif (soal latihan) untuk mengetahui seberapa pemahaman saudara terhadap materi yang akan dikerjakan
3. Untuk kegiatan praktikum, perhatikan hal-hal berikut:
 - a. Perhatikan petunjuk keselamatan
 - b. Pahami setiap langkah praktikum
 - c. Sebelum melaksanakan praktikum, identifikasi alat –alat dan bahan yang akan dipergunakan dengan cermat
 - d. Gunakan alat sesuai dengan instruksi kerja alat/prosedur kerja alat dengan benar
 - e. Untuk kegiatan praktikum yang belum dipahami dengan jelas, minta izin dosen, asisten atau laboran terlebih dahulu
 - f. Setelah selesai praktikum, kembalikan alat dan bahan ke tempat semula.
4. Jika belum memahami materi yang akan dikerjakan bertanyalah kepada dosen pengampu praktikum

PRAKTIKUM 1: TEHNIK ANALISA KUALITATIF

1. Kompetensi Dasar

Memahami metode analisis obat secara kualitatif

2. Indikator Capaian

Mahasiswa memahami metode analisis obat secara kualitatif

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu memahami metode analisis obat secara kualitatif

4. Uraian Teori

Kimia analisa adalah bagian dari ilmu kimia yang mempelajari tentang cara-cara mengenal (identifikasi) dan penetapan kadar suatu zat. Analisa kualitatif menentukan ada atau tidaknya sebuah senyawa, tapi tidak massa atau konsentrasinya. Analisa kualitatif tidak menghitung jumlah.

Analisis kualitatif obat diarahkan pada pengenalan senyawa obat, meliputi semua pengetahuan tentang analisis yang hingga kini telah dikenal. Dalam melakukan analisis kita mempergunakan sifat-sifat zat atau bahan, baik sifat-sifat fisik maupun sifat-sifat kimianya.

Teknik analisis obat secara kualitatif didasarkan pada golongan obat menurut jenis senyawanya secara kimia, dan bukan berdasarkan efek farmakologinya. Hal ini disebabkan karena kadang-kadang suatu obat dengan struktur kimia yang sama, mempunyai efek farmakologi/daya terapeutis yang jauh berbeda

Analisis kualitatif berdasarkan sifat kimia melibatkan beberapa reaksi dimana hukum kesetimbangan massa sangat berguna untuk menentukan ke arah mana reaksi berjalan. Contohnya Reaksi redoks, reaksi asam-basa, kompleks, dan reaksi pengendapan. Sedangkan analisis berdasarkan sifat fisiknya dapat diamati langsung secara organoleptis, seperti bau, warna,

terbentuknya gelembung gas atau pun endapan yang merupakan informasi awal yang berguna untuk analisis selanjutnya.

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. Reaksi warna
6. Reaksi kristal

Macam– macam metode analisa 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 : sidik jari (bilangan gelombang)
 - b. Kromatografi :
 - KLT : R_f, 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 (sensitif, reaksinya tidak terganggu oleh zat yang lain).

B. Kimia Analisa Kualitatif

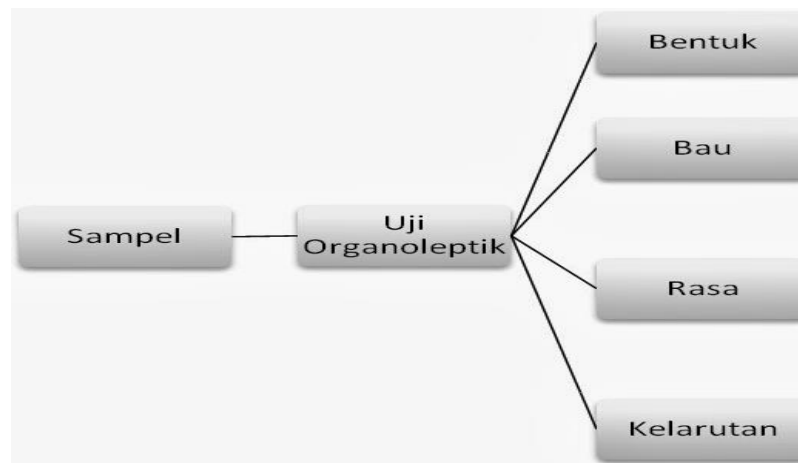
Kimia analisa kualitatif membahas tentang identifikasi zat-zat. Untuk mengetahui unsur atau senyawa apa yang terdapat dalam suatu zat.

Dalam bidang farmasi, analisis kualitatif/identifikasi bahan baku yang digunakan sebagai bahan obat atau bahan baku pembantu/bahan tambahan, diperlukan untuk memastikan jenis bahan obat atau bahan tambahan tersebut. Dalam dunia kedokteran dewasa ini digunakan sekitar 1000 macam senyawa obat. Tidaklah praktis melakukan identifikasi sedemikian banyak senyawa, karena itu materi analisis kualitatif ini diarahkan kepada beberapa golongan obat yang khusus saja.

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 !!!**).



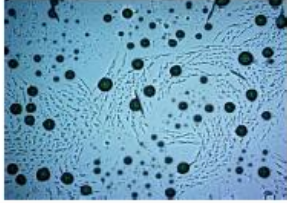


b. Tetapan Fisika

Dilakukan dengan mengukur tetapan fisika seperti kelarutan, titik lebur, titik didih, bobot jenis, indeks bias, rotasi jenis, kekentalan dan lain-lain.

c. Penentuan Gugus Fungsi yang khas (Uji golongan Senyawa)

d. Mikroskopik

Mengenal (identifikasi) zat berdasarkan reaksi-reaksinya dengan pereaksi tertentu, serta pengamatan serbuk kristal atau bentuk kristal senyawa dengan menggunakan mikroskop.

No.	Senyawa Obat	Hasil Pengamatan	Keterangan (bentuk kristal)
1.	Efedrin HCl		Kristal berbentuk bulat dengan lingkaran di bagian tengahnya
2.	Papaverin HCl		Kristal berbentuk batang yang menyerupai serat kayu
3.	Piridoksin HCl		Kristal berbentuk jarum, ada yang panjang dan ada yang pendek

Gambar Contoh Bentuk Kristal (Cartika, 2016)

2. Cara Kimia

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

C. Penggunaan

Analisa kualitatif digunakan pada banyak bidang dengan berbagai tujuan, antara lain: identifikasi, kontrol kualitas, investigasi, penelitian, klinis, penegakkan 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.

D. Teknik Analisis Kualitatif

1. Reaksi pembentukan warna atau pembentukan endapan: jika tidak disebutkan lain, ambilah 1 ml (20 tetes) larutan sampel, atau \pm seujung spatel sampel padat, masukkan ke dalam tabung reaksi (jika ada proses

selanjutnya) atau druppel plat (jika tidak terdapat proses selanjutnya) kemudian tambahkan pereaksi setetes demi tetes sampai terjadi perubahan warna. Jika pereaksi yang digunakan sudah cukup berlebih (± 1 ml) tetapi tidak terjadi perubahan warna atau menghasilkan endapan, maka hasilnya negatif.

2. Cara memanaskan

Pembakar : Matikan Bunsen atau lampu spiritus jika tidak digunakan.

Cara memanaskan dengan tabung reaksi :

- Jepit tabung reaksi dengan penjepit. Panaskan dengan lampu nyala spiritus, api pemanas hendaknya terletak pada bagian atas larutan.
- Pada saat melakukan pemanasan arahkan lubang tabung reaksi ke arah tempat kosong jangan diarahkan ke muka sendiri atau orang, dengan sambil digoyang-goyangkan agar pemanasan merata.

3. Cara mengamati kristal di bawah mikroskop : 1 tetes larutan sampel pada objek gelas dan tetesi 1 tetes pereaksi, tutup dengan *deck glass*. Amati di bawah mikroskop sampai kristal terlihat jelas.

Reaksi Penggolongan

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

A. Tes untuk –OH

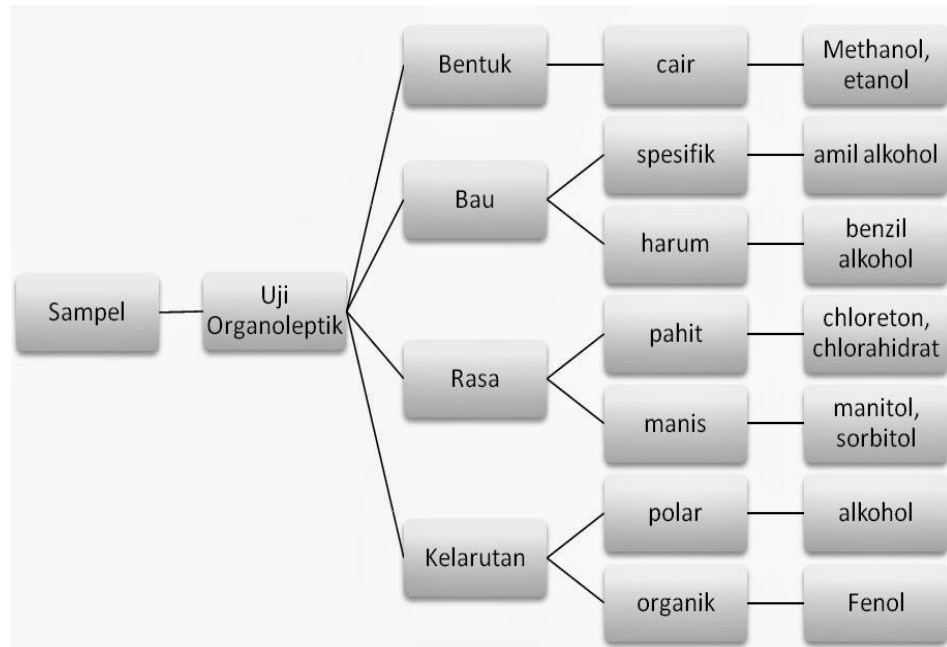
1. Golongan alkohol

- 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.



2. Golongan fenol

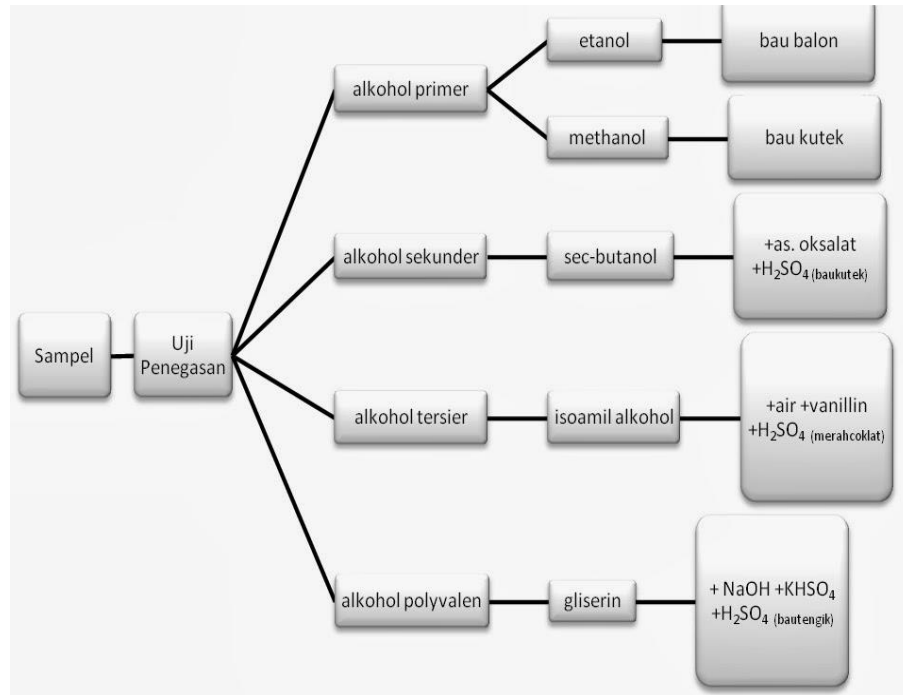
a. Reaksi warna diazo

b. FeCl_3

c. Reaksi warna POUGNET

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 Ag-amoniakal.



C. Tes untuk gugus amin

1. Reaksi umum, antara lain: bau, sifat alkalis, dengan NaOH keluar gas NH_3
2. Amin primer dianalisa dengan: Reaksi Isonitril, Reaksi *Mosterd-oil*, Reaksi Indofenol, Reaksi diazo, Reaksi p-DAB HCl, Reaksi Hinsberg.

D. Tes gugus karboksilat

Perubahan warna indikator, Pembentukan ester, Pengendapan S dari thiosulfat, Reaksi khusus

E. Uji gugus amida

Reaksi Biuret.

F. Senyawa Alkaloid

Pemeriksaan senyawa alkaloid dilakukan dengan menguji larutan zat dalam asam klorida encer dengan pereaksi Mayer (Larutan HgCl_2 direaksikan dengan KI berlebih) dan pereaksi Bouchardat (larutan iodium). Larutan zat uji akan membentuk endapan kuning dengan pereaksi Mayer, dan diperoleh endapan coklat dengan pereaksi Bouchardat.

G. Senyawa Sulfonamida

Pemeriksaan senyawa sulfonamida dilakukan dengan menguji larutan zat dalam asam klorida dengan batang korek api. Keberadaan senyawa

sulfonamida dalam asam klorida akan mengubah batang korek api menjadi berwarna jingga

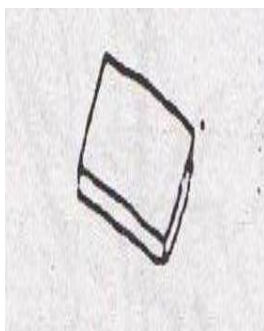
H. Reaksi warna

Suatu sampel ditambah pereaksi tertentu akan menimbulkan warna. Biasanya dilakukan di plat tetes atau tabung reaksi. Amati warna yang terbentuk, ada beberapa reaksi yang memerlukan waktu untuk terbentuknya warna.

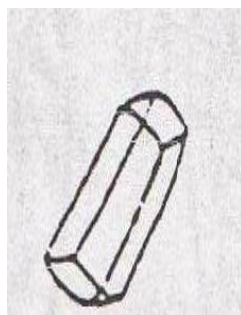
I. Reaksi kristal

Penentuan jenis zat/uji penegasan merupakan pengujian untuk memastikan senyawa yang diidentifikasi/diperiksa. Penentuan jenis zat ini dilakukan secara konvensional menggunakan pereaksi-pereaksi tertentu dan pengamatan bentuk kristal zat yang diperiksa menggunakan mikroskop. Uji penegasan ini dilakukan untuk membedakan antara satu senyawa dengan senyawa lainnya yang segolongan. Reaksi kristal dapat dilakukan dengan Sublimasi, Aseton-air, Fe-kompleks, Bi-kompleks, Cu-kompleks, Asam encer, Asam pikrat, HgCl_2 , Dragendorf, Maeyer, Bouchardat, dan lain lain.

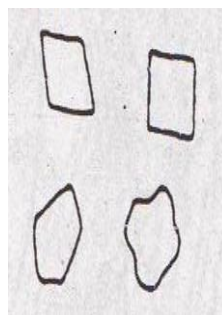
Contoh Bentuk-bentuk Kristal



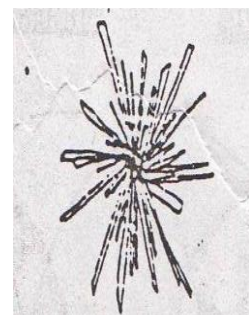
Tablet



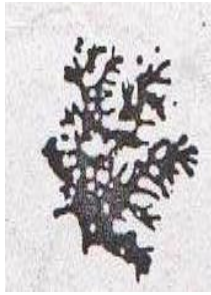
Prisma



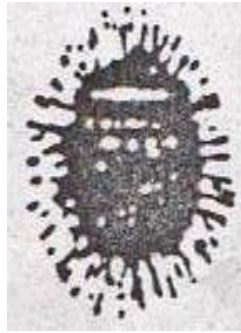
Plate



Rosette



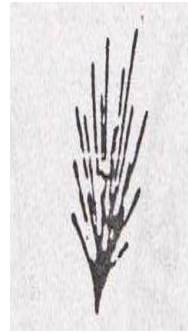
Dendrites



Burr



Tuft



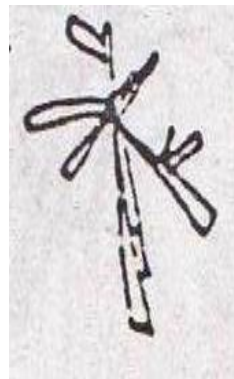
Fan



Bundle



Sheaf



Cluster

J. Reaksi Penentuan

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

5. Pelaksanaan Praktikum

Ceramah dan Diskusi

6. Evaluasi

Pretest dan post test

7. Soal Latihan

- Apa yang dimaksud dengan analisis Farmasi
- Sebutkan dasar-dasar dan penggolongan analisis kualitatif senyawa farmasi
- Sebutkan metode analisis kualitatif senyawa farmasi
- Sebutkan penggolongan senyawa farmasi (obat) berdasarkan gugus fungsinya?

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1995, Farmakope Indonesia Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- b. Anonim, 2014, *Farmakope Indonesia Edisi V*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- c. Cartika, Harpolia. 2016. *Kimia Farmasi*, Modul Cetak Bahan Ajar Farmasi. Kementrian Kesehatan Republik Indonesia, Pusdik SDM Kesehatan. Jakarta.
- d. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- e. Harjadi, W. 1986. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Gramedia. Jakarta.
- f. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- g. Rivai, H. 1995. *Asas Pemeriksaan Kimia*. UI Press. Jakarta.
- h. Sudjadi, M. S . 2008. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- i. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

PRAKTIKUM 2: ALKALOID DAN ANALGETIK

1. Kompetensi Dasar

Memahami dan terampil menganalisis obat –obat golongan alkaloid dan analgetik

2. Indikator Capaian

Mahasiswa terampil menganalisis obat –obat golongan alkaloid dan analgetik

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu mahasiswa mampu menganalisis obat dari golongan Alkaloid dan analgetik.

4. Uraian Teori

Alkaloid adalah senyawa yang mempunyai struktur heterosiklik yang mengandung atom N di dalam intinya (cincin heterosiklik) dan alkaloid bersifat basa, karena itu dapat larut dalam asam-asam dan membentuk garam. Secara umum golongan alkaloid mempunyai sifat: basa, rasa pahit, umumnya berasal dari tumbuhan dan berkhasiat secara farmakologis.

A. Sifat umum alkaloid :

1. Alkaloid tidak larut atau sukar larut di dalam air, tetapi alkaloid yang berada dalam bentuk garam biasanya mudah larut dalam air.
2. Alkaloid bebas (yang bersifat basa) biasanya larut dalam eter, CHCl_3 atau pelarut organik lainnya, tapi garamnya tidak larut. Sifat kelarutan ini digunakan sebagai dasar untuk isolasi dan pemurnian alkaloid
3. Kebanyakan alkaloid berbentuk kristal padat, beberapa berbentuk amorf. Garam alkaloid tidak sama bentuk kristalnya dan, bentuk kristal ini berguna untuk identifikasi secara mikroskopik.
4. Ikatan N dalam alkaloid biasanya berada dalam bentuk amin primer, sekunder, tersier, kuartener, amonium hidroksida dan semua ikatan N ini bersifat basa.

B. Sifat fisika alkaloid

1. Umumnya mempunyai 1 atom N meskipun ada beberapa yang memiliki lebih dari 1 atom N seperti pada Ergotamin yang memiliki 5 atom N.
2. Kebanyakan alkaloid yang telah diisolasi berupa padatan kristal tidak larut dengan titik lebur yang tertentu atau mempunyai kisaran dekomposisi. Sedikit alkaloid yang berbentuk amorf.
3. Kebanyakan alkaloid tidak berwarna, tetapi beberapa senyawa yang kompleks, species aromatik berwarna (contoh berberin berwarna kuning dan betanin berwarna merah).
4. Pada umumnya, basa bebas alkaloid hanya larut dalam pelarut organik, meskipun beberapa pseudo alkaloid dan proto alkaloid larut dalam air. Garam alkaloid quartener sangat larut dalam air.

B. Sifat kimia alkaloid

1. Kebanyakan alkaloid bersifat basa. Sifat tersebut tergantung pada adanya pasangan elektron pada nitrogen. Jika gugus fungsional yang berdekatan dengan nitrogen bersifat melepaskan elektron, sebagai contoh; gugus alkil, maka ketersediaan elektron pada nitrogen naik dan senyawa lebih bersifat basa. Hingga trietilamin lebih basa daripada dietilamin dan senyawa dietilamin lebih basa daripada etilamin.
2. Sebaliknya, bila gugus fungsional yang berdekatan bersifat menarik elektron (contoh; gugus karbonil), maka ketersediaan pasangan elektron berkurang dan pengaruh yang ditimbulkan alkaloid dapat bersifat netral atau bahkan sedikit asam. Contoh ; senyawa yang mengandung gugus amida.
3. Kebasaan alkaloid menyebabkan senyawa tersebut sangat mudah mengalami dekomposisi, terutama oleh panas dan sinar dengan adanya oksigen. Hasil dari reaksi ini sering berupa N-oksida. Dekomposisi alkaloid selama atau setelah isolasi dapat menimbulkan berbagai persoalan jika penyimpanan berlangsung dalam waktu yang lama. Pembentukan garam dengan senyawa organik (tartarat, sitrat) atau anorganik (asam hidroklorida atau sulfat) sering mencegah dekomposisi. Itulah sebabnya dalam perdagangan alkaloid lazim berada dalam bentuk garamnya

C. Uji Kualitatif golongan alkaloid

1. Identifikasi umum:

- a. Uji organoleptik: bentuk, warna, rasa, bau
- b. Kelarutan
- c. pH larutan
- d. Fluoresensi

2. Sifat spesifik

- a. Larut dalam HCl dengan Mayer dan Bouchardat → ↓ larut dalam alkohol
- b. Isolasi: dengan dibasakan NH_4OH → Alkaloid/kloroform.

D. Reaksi warna

1. H_2SO_4 pekat
2. HNO_3 pekat
3. Reaksi Erdmann: 12 ml H_2SO_4 pekat + 8 tetes HNO_3 Pekat
4. Marquis: 2 tetes formalin + H_2SO_4 pekat
5. Reaksi Frohde: (Amm. Molibdat 0,5% dalam air) + H_2SO_4 pekat.
6. Hoshida: Campuran Frohde dan Marquis (Amm. Molibdat 0,3 g + Formalin 40% 0,5 ml + H_2SO_4 pekat 60 cc).
7. Mandelin (Amm. Vanadat 10% H_2SO_4 pekat).
8. FeCl_3

E. Reaksi Pengendapan/ Kristal

1. Mayer
2. Bouchardat
3. Asam pikrat 10%
4. Dragendorf
5. HgCl_2
6. $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$
7. $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$
8. Asam fosfomolibdat: Amm. Molibdat dalam NaOH berlebih, NH_4OH nya diuapkan di atas w.b., kemudian dilarutkan dengan air.

Analgetik adalah obat atau senyawa yang dipergunakan untuk mengurangi rasa sakit atau nyeri tanpa menghilangkan kesadaran. Analgetik pada umumnya diartikan sebagai suatu obat yang efektif untuk menghilangkan sakit kepala, sakit gigi, nyeri otot, nyeri sendi dan nyeri lain seperti nyeri pasca bedah. Obat analgetik digolongkan menjadi 2 golongan besar yaitu: analgetik non-narkotik (*non opioid analgesic*) dan analgetik narkotik (*opioid analgetic*).

Contoh obat-obatan analgetik non-narkotik, yaitu: parasetamol, asetosal, metampiron, piroksikam, asam mefenamat, salisilamid, fenilbutazon, ibuprofen. Sedangkan obat-obatan analgetik narkotik yaitu: Alfentanil, Benzonatate, Buprenorphine, Butorphanol, Codeine, Dextromethorphan Dezocine, Difenoxin, Dihydrocodeine, Diphenoxylate, Fentanyl, Heroin Hydrocodone, Hydromorphone, Levopropoxyphene, Levorphanol Loperamide, Meperidine, Methadone, Morphine, Nalbuphine, Nalmefene, Naloxone, Naltrexone, Noscapine Oxycodone, Oxymorphone, Pentazocine, Propoxyphene , Sufentanil.

Masyarakat sering mengonsumsi golongan analgesik nonopioid seperti aspirin dan obat AINS (Anti Inflamasi Non Steroid) untuk menghilangkan peradangan yang terjadi. Analgetika secara kimiawi dibagi atas 4 golongan yaitu :

- a. Golongan salisilat: Asetosal, Salisilamid, Natrium salisilat
- b. Golongan pirazonon: Antipirin, Aminopirin, Fenilbutazon
- c. Golongan antranilat: Glafenin, Asam mefenamat, Ibuprofen
- d. Golongan p-aminofenol: Fenasetin, Paracetamol

5. Pelaksanaan Praktikum

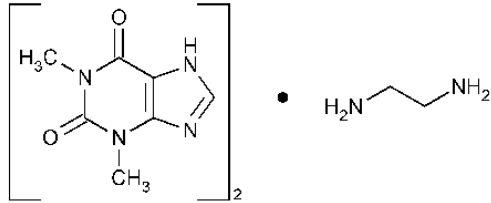
- a. Alat dan Bahan

Pereaksi senyawa alkaloid dan analgetik, Tabung reaksi, pipet tetes, rak tabung, objek glass, cover glass, mikroskop, lampu spiritus, ring sublimasi

b. Prosedur Kerja

1. Aminophyllin

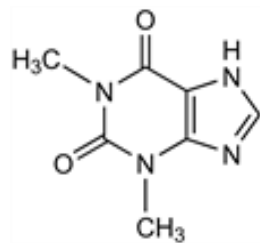
Rumus Bangun



- Zat bila dibakar → bau pandan
- Fluoresensi: biru lemah (dalam air/H₂SO₄ encer)
- Zat + Cu Asetat → ungu + K₂Hg₄ → ↓ putih
- Zat + HCl → ↓ teofilin
- Zat + Aqua Brom → ↓ kristal putih
- Zat + Nessler → ↓ putih
- Zat + Mayer → ↓ ungu
- Zat + Cu. Asetat → ↓ ungu
- Reaksi Murexide: positif
- Reaksi Parri: negatif
- Reaksi kristal dengan Dragendorff, Fe Kompleks.

2. Theofilin

Rumus Bangun

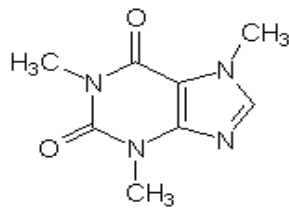


- Reaksi Millon → positif
- Reaksi Parri → positif
- Reaksi Roux → hijau stabil
- Zat + Air + NaOH 5 tetes panaskan + AgNO₃ → gel jernih tidak dapat dituang
- Zat + aqua Brom → ↓ putih

- f. Zat + 1 tetes HCl + 1 tetes H₂O₂, panaskan di atas w.b., sisa berwarna coklat + 1 tetes NH₄OH → merah ungu
- g. 10mg asam sulfanilat + 5 tetes HCl dilutus dinginkan dalam es. Ke dalam larutan dicampurkan 10 mg zat dalam 1 ml NaOH dipanaskan, dinginkan dalam es → merah
- h. 10 mg zat + 1 ml HCl + 10 mg KClO₄, uapkan sampai kering → sisa merah coklat + 1 NH₄OH → merah violet (= Murexide)
- i. Reaksi Kristal:
- Zat + 1 ml HCl dilutus + HgCl₂ → kristal
 - Zat + 1 ml HCl dilutus + Dragendorf panaskan sebentar → kristal
 - Zat + NH₄OH + H₂SO₄ → kristal roset

3. Coffein

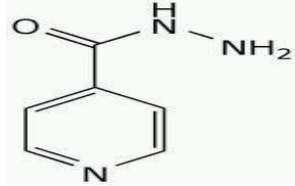
Rumus Bangun



- 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 berlebih
- c. Reaksi Parri → positif
- d. Zat + serbuk Cu asetat + 1 tetes air → warna violet
- e. Zat + 1 tts H₂O₂ (at KClO₄ padat) + 1 tts HCl 25%, panaskan diataswaterbath → kuning + NH₃ → Ungu
- f. Reaksi Francois → biru
- g. Zat + Air + NaOH 5 tetes panaskan + AgNO₃ → ↓ hitam
- h. Lar. Jenuh zat + HgCl₂ 5% → ↓ putih, panaskan → ↓ kristal jarum.
- i. Reaksi Zwikker: (1 ml pyridin 10 %+ lar. CuSO₄). Zat + pereaksi → kristal batang panjang tidak berwarna (mikroskop)
- j. Reaksi kristal dengan Dragendorf, HgCl₂

4. Isoniazid

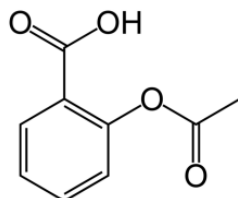
Rumus Bangun



- Zat + AgNO_3 , panaskan \rightarrow mereduksi
- Zat + AgNO_3 amoniakal \rightarrow mereduksi
- Zat + Fehling \rightarrow mereduksi
- Zat + Luff \rightarrow mereduksi
- Zat + Vanilin + metanol + HCl \rightarrow kuning hijau
- Zat + KMnO_4 \rightarrow netral perlahan warna,
 - Asam (+ H_2SO_4) : (-)
 - Basa (+ NaOH): cepat hijau
- Zat + asam fosfomolibdat + NH_4OH \rightarrow \downarrow 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. Asetosal

Rumus Bangun

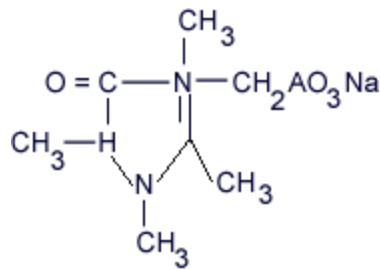


- Zat + FeCl_3 \rightarrow ungu.
- Zat + Marquis \rightarrow merah darah
- Zat + Frohde \rightarrow ungu seketika

- d. Zat dalam alkohol + zwikker → ↓ sangat halus
- e. Zat + H₂O + CaCO₃ → Kocok, saring. Filtrat + FeCl₃ → ↓ Coklat muda
- f. Sublimasi: lihat kristal dibawah mikroskop

6. Antalgin

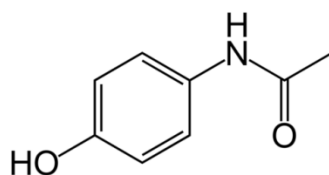
Rumus Bangun



- a. Zat + Mayer → positif (endapan putih Kuning)
- b. Zat + Bouchardat → positif
- c. Zat + HNO₃ → biru, hijau kuning
- d. Zat + FeCl₃ → biru, hijau kuning
- e. Zat + HCl + NaOCl → biru, hijau
- f. Zat + HCl encer + FeCl₃ → warna biru → diamkan → merah → tak berwarna
- g. Zat direduksi dengan KMnO₄ → warna hilang
- h. Diazotasi: Zat HCl + NaNO₂ + beta Naftol → ↓ jingga berubah coklat berubah hijau
- i. Zat + AgNO₃ → terbentuk kristal (warna ungu dengan endapan perak metalik)
- j. Reaksi Kristal: Fe Kompleks, K₄Fe(CN)₆

7. Acetaminophen

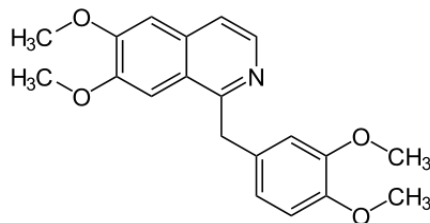
Rumus Bangun



- Zat + air + $\text{FeCl}_3 \rightarrow$ biru ungu
- Zat + HCl didihkan + air dinginkan \rightarrow tidak terbentuk endapan
- Zat + p-DAB HCl, terbentuk endapan kuning.
- Zat + HCl 3 N, panaskan 5 menit \rightarrow reaksi diazo timbul warna merah jingga
- Zat + Diazo A dan B, terbentuk larutan warna jingga.
- Zat + NaOH + etanol dipanaskan \rightarrow larutan berbau isonitril (bau busuk)
- Uji fluoresensi : berwarna hijau biru

8. Papaverin

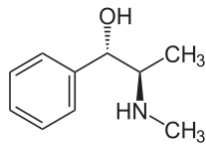
Rumus Bangun



- Zat + Erdmann \rightarrow ungu, hijau biru pada kondisi dingin.
- Zat + Marquis \rightarrow Coklat
- Zat + Frohde \rightarrow Violet merah sampai Coklat
- Zat + $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{p}) \rightarrow$ ungu kadang hijau biru
- Zat + 5 ml H_2SO_4 encer \rightarrow panaskan \rightarrow + 1-2 tetes $\text{FeCl}_3 \rightarrow$ warna violet \rightarrow setelah dingin + 1 tetes asam nitrat pekat \rightarrow warna merah
- Bosmann: lar zat + $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{e})$ + KMnO_4 , kocok dengan $\text{CHCl}_3 \rightarrow$ larutan CHCl_3 Violet
- Reaksi Coralyn : 10 mg zat uji + 1 ml asam asetat anhidrida + 3 tetes asam sulfat pekat \rightarrow fluoresensi kuning kehijauan
- Zat + 5 ml air yang mengandung 0,5 ml HCl encer + 5 tetes kalium ferrisianida \rightarrow endapan kuning jeruk \rightarrow amati kristal di bawah mikroskop (bedakan dengan alkaloid opium lain)

9. 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 4N → Violet, kocok dengan eter → merah/merah ungu
- g. Zat + CuSO₄ encer + NaOH → ungu
- h. Zat + asam sulfanilat + NaNO₂ → merah tua/jingga
- i. Zat + 2 ml air + beberapa tetes NaOH + kalium ferri sianat → panaskan → bau aldehide
- j. Reaksi kristal dengan Dragendorf, K-oxalat padat.

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

LEMBAR KERJA

Nama : **Tanggal** :
No. Sampel : **Kelompok**:
Objek :

Reaksi Pendahuluan

Reaksi Penegas

Kristal

Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung senyawa golongan yaitu
.....

7. Soal Latihan

- a. Apa yang dimaksud dengan senyawa analgetik dan alkaloid
- b. Sebutkan reaksi penggolongan senyawa analgetik dan alkaloid

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- b. Anonim, 1995, Farmakope Indonesia Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- c. Anonim, 2014, *Farmakope Indonesia Edisi V*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- d. Austerhooff-Kovar, *Identifikasi Obat*, terbitan keempat, 1987, ITB Press, Bandung.
- e. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- f. Gholib Ganjar, Ibnu dan Rohman, Abdul. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- g. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- h. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

PRAKTIKUM 3: ANTIBIOTIK

1. Kompetensi Dasar

Memahami dan terampil menganalisis obat –obat golongan antibiotika

2. Indikator Capaian

Mahasiswa terampil menganalisis obat –obat golongan antibiotika

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu mahasiswa mampu menganalisis obat dari golongan antibiotika.

4. Uraian Teori

Antibiotika adalah suatu zat kimia yang dihasilkan oleh mikroorganisme hidup yang berkhasiat bakteriostatik atau bakterisida terhadap mikroorganisme hidup lainnya. Reaksi penggolongan pada antibiotik sulit dilakukan karena antibiotik mempunyai struktur yang berbeda-beda.

A. Reaksi warna

1. Asam-asam pekat
2. FeCl_3
3. Marquis: 2 tetes formalin + H_2SO_4 pekat
4. Reaksi Frohde: (Amm. Molibdat 0,5% dalam air) + H_2SO_4 pekat
5. Reaksi Fehling

B. Reaksi Pengendapan/ Kristal

1. Aseton -air
2. Fe Kompleks
3. Dragendorf

5. Pelaksanaan Praktikum

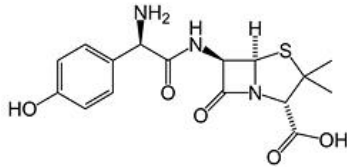
a. Alat dan Bahan

Pereaksi senyawa antibiotika, Tabung reaksi, pipet tetes, rak tabung, objek glass, cover glass, mikroskop, lampu spiritus, ring sublimasi

b. Prosedur Kerja

1. Amoxicillin

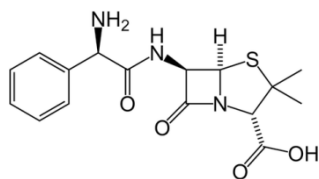
Rumus Bangun



- Lar Zat dalam air + Fehling → ↓merah dengan larutan coklat
- Zat + FeCl_3 → coklat
- Zat + H_2SO_4 Pekat → kuning
- Zat + HNO_3 Pekat → kuning
- Zat + pereaksi Diazo A & B → merah
- Lar Zat dalam air, panaskan di penangas air 2 menit sambil tambahkan 5 tetes merkuri nitrit dalam suasana asam → merah
- Lar Zat dalam air + CuSO_4 dalam NaOH → ungu
- Zat + Pb. Asetat → ↓ hitam
- Reaksi kristal: aseton air, Mayer, Dragendorf.

2. Ampisillin

Rumus Bangun

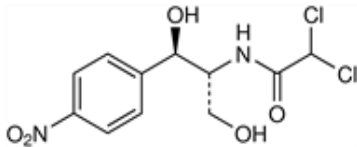


- Zat + H_2SO_4 Pekat → kuning
- Zat + HNO_3 Pekat → kuning
- Zat dalam alkohol + H_2SO_4 + resorsin, dipanaskan → kuning hijau
- Zat dalam alkohol + lart. Tembaga nitrat amoniakal, dipanaskan → hijau-kuning tua
- Zat + pereaksi Diazo A & B → merah
- suspensi zat dalam air + 2 ml Fehling + air → violet/ merah violet
- suspensi zat dalam air + 2 ml Kalium Tembaga (II) Tartrat → violet

- h. suspensi zat dalam air + CuSO₄ dalam NaOH → ungu
- i. Zat + FeCl₃ → coklat kuning/coklat
- j. Zat + Pb. Asetat → ↓ hitam
- k. Zat + kalium CuSO₄-air (2:6) → ungu kemerahan
- l. Reaksi kristal: aseton air, Mayer, Dragendorf.

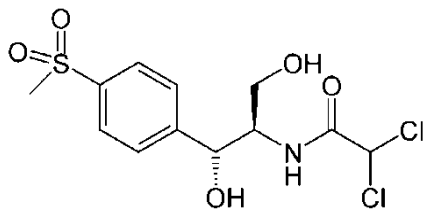
3. Kloramfenikol

Rumus Bangun



- 1. Zat dalam air + H₂SO₄ → negatif
- 2. Zat + Marquis → hijau
- 3. Zat + HCl pekat + serbuk Zn dipanaskan → setelah dingin + DAB HCl 2 tetes → orange/kuning
- 4. Zat + NaOH kemudian dipanaskan → orange merah
- 5. Zat + Cuprifil → biru tua, jika dipanaskan → ↓ merah bata
- 6. Zat + Carletti → ungu
- 7. Zat + FeCl₃ → Kuning Jingga
- 8. Zat + Azo → merah terang
- 9. Zat + Nessler → ↓ abu-abu/Kuning
- 10. Zat + Deniges → ↓ putih
- 11. Zat + Mayer → ↓ putih
- 12. Zat + Dragendorf → jingga muda
- 13. Zat dalam air + 5 tetes Cu(NH₃)₂(NO₃)₂, diamkan 5 menit, panaskan 2 menit → coklat abu-abu
- 14. Zat dalam air + AgNO₃ → tidak terbentuk endapan
- 15. Zat + p-DAB-HCl → tidak berwarna, panaskan + Zn + HCl + p-DAB-HCl → kuning
- 16. Zat dalam air + 2 ml NaOH 40% Pyridin, panaskan perlahan → lapisan pyridin merah, lapisan air kuning ppt
- 17. Reaksi kristal: aseton air.

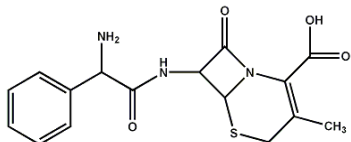
4. Tiamfenikol



- Zat + Marquis → hijau lemah
- Zat + Cuprifil → biru
- Zat + Carletti → ungu lemah
- Zat + Deniges → ↓ putih
- Zat + FeCl₃ → Kuning terang
- Zat + Azo → merah
- Zat + Nessler → Kuning jingga
- Zat + Mayer → ↓ putih
- Zat + Dragendorf → kuning hijau
- Zat dalam air + 5 tetes Cu(NH₃)₂(NO₃)₂, diamkan 5 menit, panaskan 2 menit → coklat abu-abu
- Zat dalam air + AgNO₃ → tidak terbentuk endapan
- Zat + p-DAB-HCl → tidak berwarna, panaskan + Zn + HCl + p-DAB-HCl → kuning
- Zat dalam air + 2 ml NaOH 40% Pyridin, panaskan perlahan → lapisan pyridin kuning terang, lapisan air kuning ppt
- Reaksi kristal: aseton air.

5. Sefaleksin

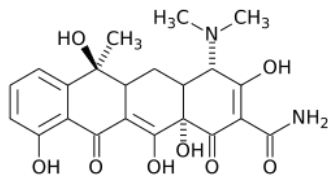
Rumus Bangun



- a. Zat dalam air + Hidroksilamin HCl + NaOH, biarkan 5 menit + HCl + FeCl₃ → ungu/merah
- b. Zat dalam air + larutan Potasium Cupril tartrat → ungu/hijau yang kemudian bila didiamkan menjadi warna kuning/coklat
- c. Zat dalam air + FeCl₃ → tidak berwarna
- d. Zat + larutan parafomaldehid dalam H₂SO₄ → kuning, kemudian bila dipanaskan dengan w.b. 2 menit dan langsung didinginkan tetap berwarna kuning

6. Tetrasiklin

Rumus Bangun



- a. Zat + Marquis → merah anggur
- b. Zat + H₂SO₄ Pekat → merah ungu diencerkan dengan air → kuning tua
- c. Zat + Frohde → merah anggur/ ungu biru
- d. Zat + HNO₃ pekat → negatif (jingga)
- e. Zat + FeCl₃ → coklat muda
- f. Zat + Vitalli → kuning/coklat
- g. Zat + Diazo A+ Diazo B+Na₂CO₃ → merah jingga
- h. Zat + Marquis → jingga coklat/merah anggur
- i. Zat + Nessler (+ NaOH) → coklat-hitam
- j. Zat + Nessler → coklat-hitam
- k. Zat + Millon → rosa, aduk → coklat
- l. Zat + AgNO₃ → reduksi
- m. Zat + Benedict → ungu hijau
- n. Zat + vanilin-H₂SO₄ → larutan hijau, dipanaskan → hijau lumut
- o. Zat + Amm. molibdat → biru hitam
- p. Zat + H₂SO₄ pekat → ungu hijau, jika ditambah air → kuning tua

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

b. Pembahasan

Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

LEMBAR KERJA

Nama :

Tanggal :

No. Sampel :

Kelompok:

Objek :

Reaksi Pendahuluan

Reaksi Penegas

Kristal

Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung senyawa golongan
yaitu

LEMBAR KERJA

Nama : Tanggal :
No. Sampel : Kelompok:
Objek :

Reaksi Pendahuluan

Reaksi Penegas

Kristal

Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung senyawa golongan yaitu
.....

7. Soal Latihan

- a. Apa yang dimaksud dengan antibiotika
- b. Bagaimana reaksi penggolongan senyawa antibiotika

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- b. Anonim, 1995, Farmakope Indonesia Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- c. Anonim, 2014, *Farmakope Indonesia Edisi V*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- d. Auterhooff-Kovar, *Identifikasi Obat*, terbitan keempat, 1987, ITB Press, Bandung.
- e. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- f. Gholib Ganjar, Ibnu dan Rohman, Abdul. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- g. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- h. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

PRAKTIKUM 4: ANTIHISTAMIN

1. Kompetensi Dasar

Memahami dan terampil menganalisis obat –obat golongan antihistamin.

2. Indikator Capaian

Mahasiswa terampil menganalisis obat –obat golongan antihistamin.

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu mahasiswa mampu menganalisis obat dari golongan antihistamin.

4. Uraian Teori

Antihistamin adalah suatu senyawa obat yang dapat mengurangi efek farmakologis dengan cara memblokir masuknya histamin ketempat reseptor dalam sel. Antihistamin berdasarkan strukturnya dibagi menjadi 5 golongan, yaitu: amino alkil eter, etilendiamin, Piperazine, propilamin, dan phenothiazine.

Golongan antihistamin bersifat basa, tidak larut dalam air, dalam bentuk basa larut dalam kloroform dan pelarut organik. Rasanya pahit, larut dalam HCl menjadi bentuk garam yang larut dalam air dan etanol.

A. Reaksi warna

1. Mayer
2. FeCl_3
3. H_2SO_4 pekat
4. HNO_3 pekat
5. Marquis: 2 tetes formalin + H_2SO_4 pekat
6. Reaksi Frohde:(Amm. Molibdat 0,5% dalam air) + H_2SO_4 pekat
7. Reaksi Fehling
8. Mandelin
9. Cuprifil
10. P-DAB HCl
11. Parri

B. Reaksi Pengendapan/ Kristal

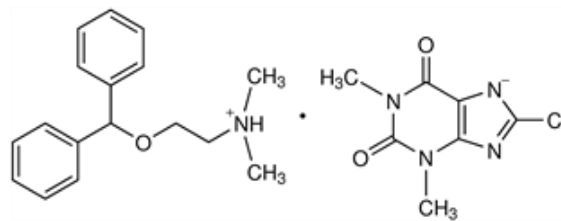
Umumnya reaksi Kristal golongan antihistamin dengan: Aseton –air, Asam pikrat, Reinecket

5. Pelaksanaan Praktikum

- Alat dan Bahan
- Pereaksi senyawa antihistamin, Tabung reaksi, pipet tetes, rak tabung, objek glass, cover glass, mikroskop, lampu spiritus, ring sublimasi
- Prosedur Kerja

1. Dimenhidrinat (difenhidramin teoklat)

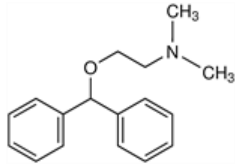
Rumus Bangun



- Zat + H₂SO₄ pekat → jingga hingga merah
- Zat + HCl pekat → rosa lemah
- Zat + HNO₃ pekat → negatif
- Zat + aqua brom → negatif
- Zat + Marquis → kuning sampai coklat
- Zat + Prohde → kuning jingga
- Zat + FeCl₃ → merah coklat
- Zat + Aquadest + Cuprifil (NaOH 2 tetes + HCl 2 tetes + CuSO₄ 1 tetes) → positif (biru)
- Zat + Roux → coklat
- Reaksi Kristal: Asam Pikrat, aseton air

2. Dipenhidramin

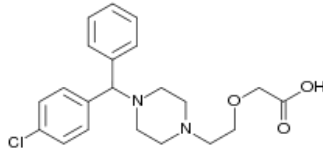
Rumus Bangun



- Zat + H_2SO_4 pekat \rightarrow jingga merah-merah coklat (di atasnya ada tetesan minyak) biasanya ada endapan, pada pengenceran dengan air warna tetap
- 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 jingga-coklat merah
- Zat + Frohde \rightarrow kuning terang
- Zat + Mayer \rightarrow ungu muda/kuning muda
- Reaksi Kristal: Asam Pikrat(kristal batang) latar belakang kuning, $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ (kristal batang) latar belakang kehijauan, aseton air

3. Cetirizin

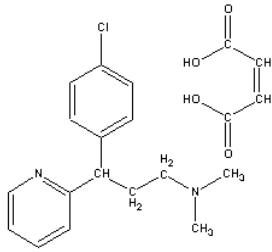
Rumus Bangun



- Zat + H_2SO_4 pekat \rightarrow kuning
- Zat + KMnO_4 \rightarrow coklat muda
- Zat + CuSO_4 \rightarrow larutan jernih
- Zat + Aquadest + Cuprifil (NaOH 2 tetes + HCl 2 tetes + CuSO_4 1 tetes \rightarrow positif (biru)
- Zat + I_2 \rightarrow coklat kuning
- Zat + Fe Kompleks \rightarrow coklat kekuningan

4. Clortrimeton (Chlorpheniramin Maleat)

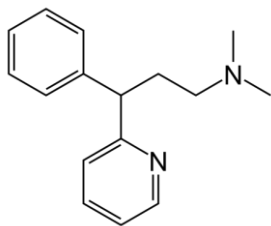
Rumus Bangun



- Zat + Aquadest + Cuprifil (NaOH 2 tetes + HCl 2 tetes + CuSO₄ 1 tetes → positif (biru/biru hijau)
- Zat + Marquis → kuning
- Zat + Frohde → kuning
- Inti Piridin: Zat + asam citrat + Asam asetat anhidrat, dipanaskan → (+) merah
- Zat + HCl + Mayer → endapan kuning
- Frohde: kuning
- Zat dalam air + NaOH (hingga Basa) → biru hijau
- Zat + p- DAB HCl → kuning/biru hijau
- Reaksi Kristal: Asam Pikrat, aseton air (kristal jarum) latar belakang putih

5. Avil (Pheniramine)

Rumus Bangun

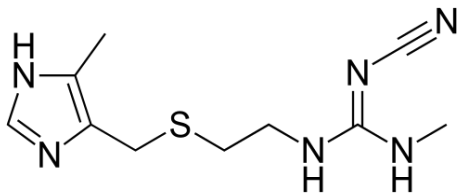


- Zat + H₂SO₄ pekat → Coklat/Kuning lemah
- Zat + H₂SO₄ + K₂Cr₂O₇ → hijau
- Zat + FeCl₃ → merah violet kecoklatan (tidak stabil dalam alkohol)
- Zat + HNO₃ pekat → (-) Coklat /Kuning + gas
- Zat + aqua brom → kuning jingga
- Zat + Mayer → endapan + HCl encer → tidak larut
- Zat + Marquis → kekuningan

- h. Frohde: lama-lama ungu lemah
- i. Zat + $\text{CuSO}_4 \rightarrow$ coklat
- j. Zat + DAB HCl \rightarrow kuning jingga
- k. Reaksi korek api \rightarrow jingga
- l. Reaksi Kristal: Sublimasi, Asam Pikrat, aseton air

6. Simetidine

Rumus Bangun



- a. Zat + Nessler, panaskan \rightarrow hitam
- b. Zat + Natrium Pikrat \rightarrow merah
- c. Zat larutkan dalam etanol + asam sitrat + asam asetat anhidrat, panaskan di water bath (10-15 menit) \rightarrow merah violet
- d. Reaksi Kristal: Sublimasi, Asam Pikrat, aseton air

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

b. Pembahasan

- c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

LEMBAR KERJA

Nama : **Tanggal** :
No. Sampel : **Kelompok**:
Objek :

Reaksi Pendahuluan

Reaksi Penegas

Kristal

Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung senyawa golongan
yaitu

LEMBAR KERJA

Nama :
No. Sampel :
Objek :

Tanggal :
Kelompok:

Reaksi Pendahuluan

Reaksi Penegas

Kristal

Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung senyawa golongan
yaitu

7. Soal Latihan

- a. Apa yang dimaksud dengan antihistamin
- b. Bagaimana reaksi penggolongan senyawa antihistamin
- c. Bagaimana reaksi pembeda untuk golongan senyawa antihistamin dan alkaloid

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- b. Anonim, 1995, Farmakope Indonesia Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- c. Anonim, 2014, *Farmakope Indonesia Edisi V*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- d. Auterhooff-Kovar, *Identifikasi Obat*, terbitan keempat, 1987, ITB Press, Bandung.
- e. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- f. Gholib Ganjar, Ibnu dan Rohman, Abdul. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- g. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- h. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

PRAKTIKUM 5: SULFONAMIDA

1. Kompetensi Dasar

Memahami dan terampil menganalisis obat –obat golongan Sulfonamida

2. Indikator Capaian

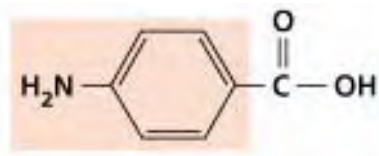
Mahasiswa terampil menganalisis obat –obat golongan Sulfonamida

3. Tujuan Praktikum

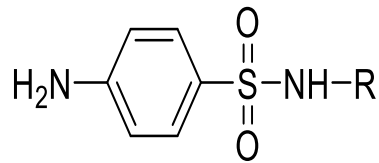
Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu mahasiswa mampu menganalisis obat dari golongan Sulfonamida

4. Uraian Teori

Sulfonamida merupakan suatu senyawa yang dianggap sebagai turunan PABA (*para amino benzoic acid*).



Senyawa organik yang mempunyai unsur N dan S disamping C, H dan O yang mempunyai khasiat sebagai kemoterapi, diuretik, antidiabetik. Rumus Umum



Sulfonamida digunakan sebagai kemoterapeutika, Antibiotika, desinfektan dan Diuretika.

Sifat Umum golongan Sulfonamida

1. Organoleptis :

- Berupa zat padat, bentuk kristal, tidak higroskopis, berwarna putih atau agak kekuningan
- Bila kena sinar matahari langsung, warna menjadi lebih tua
- Hampir tidak berasa atau pahit

- d. Tidak berbau
2. Bersifat amfoter sehingga sulit dipisahkan dengan cara pengocokan yang umum dilakukan dalam analisis kimia organik
3. Kelarutan :
 - a. Umumnya tidak larut dalam air dingin, larut dalam air panas
 - b. Mudah larut dalam asam asetat kecuali sulfasuksidin, ftalazol dan elkosin
 - c. Larut dalam aseton dan alkohol
 - d. Larut dalam alkali hidroksida (dalam bentuk garam)
 - e. Tidak larut dalam eter, CHCl_3
4. Zat uji + 1-2 tetes DAB HCl \rightarrow amati warna yang terjadi, amati pula kristalnya di bawah mikroskop (bandingkan tiap-tiap sulfa)
5. Zat uji pada tabung reaksi + NaOH \rightarrow kelebihan alkali netralkan dengan HCl \rightarrow + $\text{CuSO}_4 \rightarrow$ gojog/kocok \rightarrow amati warna yang terjadi (bandingkan tiap-tiap sulfa)
6. Zat uji + larutan jenuh KBrO_3 + 1-2 tetes H_2SO_4 pekat \rightarrow amati warna yang terjadi (bandingkan tiap-tiap sulfa)

A. Reaksi warna

1. Erlich
Sedikit zat padat pada pelat tetes lalu ditambahkan 1-2 tetes pereaksi DAB HCl terbentuk warna kuning-jingga.
2. Reaksi korek api
Zat ditambahkan HCl encer, kemudian kedalamnya dicelupkan batang korek api, timbul warna jingga intensif-kuning jingga.
3. Reaksi Diazo
Zat ($\pm 10\text{mg}$) dalam 2 tetes HCl 2 A lalu ditambah dengan 1 ml air. Pada larutan ini ditambahkan 2 tetes diazo B (larutan 0,9% NaNO_2) dan teteskan larutan 0,1 g β -naftol dalam 2 ml NaOH terbentuk warna jingga lalu merah darah.
4. Indofenol
Sebanyak 50-100 mg zat dilarutkan dalam 2 ml air, dipanaskan sampai mendidih lalu ditambah 2 tetes NaOH dan 2 ml larutan NaOCl atau kaporit kemudian ditambahkan 1 tetes fenol.

5. Reaksi Roux
Zat diletakkan di atas plat tetes kemudian ditambahkan 1 tetes pereaksi Roux, aduk dengan batang pengaduk.
6. Reaksi gugus sulfon
Zat + H₂O₂ 30% + 1 tetes FeCl₃ + HNO₃ dan BaCl₂ atau Barium Nitrat → endapan putih BaSO₄ (BaSO₄ sukar larut, bahkan dalam aqua regia).
7. Reaksi furfural : terhadap gugus amin bebas.
1 tetes pereaksi (furfural 2% dalam asam asetat glasial) + zat memberi warna merah tua segerah berubah menjadi ungu. Semua sulfa memberikan hasil positif, kecuali sulfasuksidin, pthalazol, septazin.

B. Identifikasi dengan cara kelarutan

1. Larut dalam air
 - a. Garam – garam natriumnya
 - b. Sulfonamidum
 - c. Sulfonamida = larut sebagian air
2. Diasamkan dengan asam cuka 3 %
 - a. Larut : Sulfanilamid, Sulfacetamid, Soluseptazin
 - b. Tidak larut : Sulfadiazin, Sulfamorazin, Sulfametazin, Sulfathiazol , Sulfapyridin,
3. Larut dalam alkohol 96%. Sulfacetamid, Sulfathiazol Na
4. Tidak larut dalam alkohol 96 %. Sulfadiazin Na, Sulfamerazin Na, Sulfametazin Na, Sulfapyridin Na, dan Sulfathiazol Na.
5. Larut dalam asam cuka 7%. Sulfanilamid, Sulfacetamid
6. Tidak larut dalam air. larut dalam air panas : sulfanilamid, sulfasetamid
7. Tidak larut dalam NaOH 10 %. Sulfaguanidin

C. Reaksi Pengendapan/ Kristal

Pereaksi yang umum digunakan: Aseton –air, Alkohol-air, Asam pikrat, Bouchardat, Dragendorf, Cu Kompleks, Fe Kompleks, P-DAB HCl, Mayer

5. Pelaksanaan Praktikum

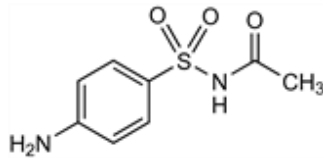
a. Alat dan Bahan

Pereaksi senyawa sulfonamida, Tabung reaksi, pipet tetes, rak tabung, objek glass, cover glass, mikroskop, lampu spiritus, ring sublimasi

b. Prosedur Kerja

1. Sulfacetamid

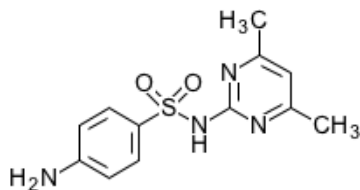
Rumus Bangun



- Reaksi Roux: hijau zamrud
- Zat + p-DAB-HCl → hijau tua segera kuning jingga
- Zat + KBrO₃ → kuning jingga → coklat tua
- Zat ± 20 mg + 0,5 ml NaOH 0,1 N + 2 tetes CuSO₄ → ↓kuning kehijauan/larutan biru, bila dikocok → coklat
- Esterifikasi: Zat + etanol+ H₂SO₄ pekat → etil asetat
- Reaksi Indofenol: hijau/endapan merah bata
- Reaksi Zwikker: Biru-violet
- Korek api: Jingga
- Reaksi Parri: positif/endapan hijau
- Reaksi Kristal: p-DAB-HCl, aseton air, asam pikrat.

2. Sulfadiazin

Rumus Bangun

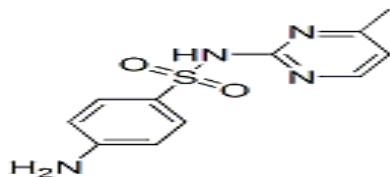


- Korek Api: kuning orange

- b. Reaksi Roux: segera ungu → ungu/biru/kuning/hijau
- c. Zat + p-DAB-HCl → kuning tua, jingga
- d. Zat + CuSO₄ → ungu + aseton → ungu hitam
- e. Zat + air, panaskan + NaOH 2 tetes, dinginkan + CuSO₄ 1 tetes, netralkan dengan HCl encer → Kuning lama-lama violet
- f. Zat uji + reagen Parri → warna hijau ungu
- g. Zat + Alkohol + Parri + NH₄OH 1 tetes → Merah tua
- h. Zat + Vanillin + H₂SO₄ → coklat
- i. Zat + 1 ml H₂SO₄ encer + 1 tetes pereaksi KBrO₃ jenuh → kuning jingga-coklat merah
- j. Zat dalam 10 ml air + 1 ml NaOH 0,1 N + 0,5 ml CuSO₄ → endapan kuning hijau diamkan → coklat
- k. Reaksi Indofenol: merah rosa/merah bata
- l. Zwikker: Pink
- m. Reaksi PirolisA: merah coklat-hijau
- n. Reaksi Raybin: zat + H₂SO₄ pekat → merah carmin + asam asetat glasial + NH₄OH → biru berfluoresensi kuning hijau
- o. Esterifikasi: Zat + etanol + H₂SO₄ pekat → etil asetat
- p. Reaksi Kristal: sublimasi, aseton air, asam pikrat, bouchardat, dragendorf

3. Sulfamerazin

Rumus Bangun

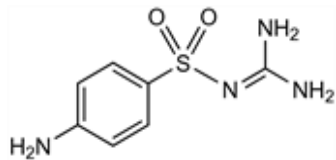


- a. Reaksi Korek api: (-)
- b. Reaksi Roux: violet- ungu biru- biru hijau - hijau
- c. Zat + p-DAB-HCl → kuning kemudian jingga merah/merah hijau
- d. Zat + CuSO₄ → kelabu coklat
- e. Zat + NaOH + CuSO₄ → Hijau ---Abu-Abu---- Coklat
- f. Zat + CuSO₄ + Aseton → coklat hitam
- g. Zat + Vanillin + H₂SO₄ → Merah spesifik

- h. Zat + Alkohol + Parri + NH_4OH 1 tetes \rightarrow Violet-merah jambu
- i. Zat dalam 10 ml air + 1 ml NaOH 0,1 N + 0,5 ml CuSO_4 \rightarrow endapan hijau pudar diamkan \rightarrow kelabu (abu-abu gelap)
- j. Reaksi Parri: positif (ungu)
- k. Reaksi Vanilin \rightarrow merah stabilatan
- l. Reaksi indofenol: pink/rose
- m. Reaksi Raybin: positif
- n. Reaksi Kristal: sublimasi, aseton air, asam pikrat, Dragendorf, Fe. Kompleks. Bouchardat

4. Sulfaguanidin

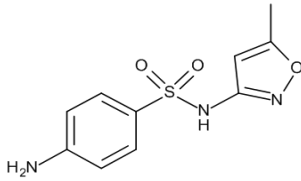
Rumus Bangun



- a. Reaksi Korek api: jingga
- b. Reaksi Roux: kuning hijau---- hijau kotor
- c. Zat + p-DAB-HCl \rightarrow jingga, ada kristal agak putih
- d. Zat + CuSO_4 \rightarrow alkalis : biru ungu, netral: negatif
- e. Zat + Cu. asetat \rightarrow biru muda
- f. Zat + KBrO_3 \rightarrow ungu kecoklatan
- g. Reaksi kuprifil \rightarrow warna biru muda
- h. Zat uji + H_2SO_4 + KCl \rightarrow warna orange yang lama-lama hilang
- i. Zat uji + 5 ml NaOH \rightarrow didihkan untuk melarutkan \rightarrow bau amonia
- j. Reaksi Pyrolisa: ungu + gas NH_3
- k. Reaksi Indofenol: coklat jingga/kuning
- l. Reaksi Parri: hijau biru
- m. Zwikker: ungu
- n. Zat+ 3 tetes HCl encer + air+ 2 tetes NaNO_3 0,1 % + 5 tetes diphenyl amin 1% dalam spiritus \rightarrow merah ungu, tarik dengan kloroform \rightarrow hijau kuning
- o. Reaksi Kristal: sublimasi, asam picrolonat.

5. Sulfametoksazol

Rumus Bangun



- Reaksi Diazo: positif
- Zat + p-DAB-HCl → jingga
- 5 mg zat dilarutkan dalam 0,5 ml 2N NaOH, lalu diencerkan dengan air sampai 5 ml, ditambahkan 0,1 gram fenol, dididihkan, setelah dingin ditambahkan 1 ml natrium hipoklorit 15%, akan segera timbul warna kuning emas.
- Zat ± 10 mg dilarutkan dalam 5 ml air + 2 tetes NaOH 0,1 N + 2 ml CuSO₄ → ↓ Biru Kehijauan
- Zat ± 50 mg zat + 2 ml HCl 6M (masukkan dalam tangas Es) + 4 ml NaNO₂ 1 % , biarkan ± 2 menit, + β- naftol + Na. asetat → ↓ Merah Orange

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

LEMBAR KERJA

Nama : **Tanggal** :
No. Sampel : **Kelompok**:
Objek :

Reaksi Pendahuluan

Reaksi Penegas

Kristal

Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung senyawa golongan
yaitu

LEMBAR KERJA

Nama : Tanggal :
No. Sampel : Kelompok:
Objek :

Reaksi Pendahuluan

Reaksi Penegas

Kristal

Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung senyawa golongan
yaitu

7. Soal Latihan

- a. Apa yang dimaksud dengan sulfonamida
- b. Bagaimana reaksi penggolongan senyawa sulfonamida

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- b. Anonim, 1995, Farmakope Indonesia Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- c. Anonim, 2014, *Farmakope Indonesia Edisi V*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- d. Auterhooff-Kovar, *Identifikasi Obat*, terbitan keempat, 1987, ITB Press, Bandung.
- e. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- f. Gholib Ganjar, Ibnu dan Rohman, Abdul. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- g. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- h. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

MATERI PRAKTIKUM 6: VITAMIN DAN LAIN-LAIN

1. Kompetensi Dasar

Memahami dan terampil menganalisis obat –obat golongan Vitamin

2. Indikator Capaian

Mahasiswa terampil menganalisis obat –obat golongan Vitamin

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu mahasiswa mampu menganalisis obat dari golongan Vitamin

4. Uraian Teori

Vitamin (bahasa Inggris: vital amine, vitamin) adalah sekelompok senyawa organik berbobot molekul kecil yang memiliki fungsi vital dalam metabolisme organisme. Dipandang dari sisi enzimologi (ilmu tentang enzim), vitamin adalah kofaktor dalam reaksi kimia yang dikatalisasi oleh enzim. Istilah "vitamin" sebenarnya sudah tidak tepat untuk dipakai tetapi akhirnya dipertahankan dalam konteks ilmu kesehatan dan gizi. Nama ini berasal dari gabungan kata latin vita yang artinya hidup dan amina (amine) yang mengacu pada suatu gugus organik yang memiliki atom nitrogen (N), karena pada awalnya vitamin dianggap demikian. Kelak diketahui bahwa banyak vitamin sama sekali tidak memiliki atom N.

Terdapat 13 jenis vitamin yang dibutuhkan oleh tubuh untuk dapat bertumbuh dan berkembang dengan baik. Vitamin tersebut antara lain vitamin A, C, D, E, K, dan B (tiamin, riboflavin, niasin, asam pantotenat, biotin, vitamin B6, vitamin B12, dan folat). Walau memiliki peranan yang sangat penting, tubuh hanya dapat memproduksi vitamin D dan K dalam bentuk provitamin yang tidak aktif. Oleh karena itu, tubuh memerlukan asupan vitamin yang berasal dari makanan yang kita konsumsi. Buah-buahan dan sayuran diketahui memiliki kandungan vitamin yang tinggi dan baik untuk tubuh. Asupan vitamin lain dapat diperoleh melalui suplemen makanan.

Vitamin adalah suatu senyawa organik yang dalam jumlah sedikit sangat diperlukan tubuh untuk pertumbuhan normal, tidak dapat dibuat oleh tubuh, tidak dapat memberi energy, sifatnya sebagai katalisator

Vitagen adalah : suatu senyawa organik yang dalam jumlah sedikit sangat diperlukan tubuh untuk pertumbuhan normal, tidak dapat dibuat oleh tubuh, dapat memberi energi. Contoh : asam amino, karbohidrat, kolin

Penggolongan Vitamin berdasarkan kelarutannya: Vitamin yang larut dalam minyak dan Vitamin yang larut dalam air. Sifat umum sebagian besar berbentuk serbuk atau kristal, kecuali vitamin E, K₁ dan asam pantotenat berupa cair (minyak)

5. Pelaksanaan Praktikum

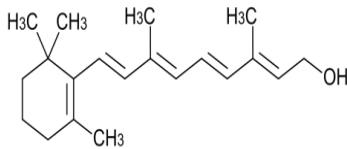
a. Alat dan Bahan

Pereaksi senyawa vitamin, Tabung reaksi, pipet tetes, rak tabung, objek glass, cover glass, mikroskop, lampu spiritus, ring sublimasi

b. Prosedur Kerja

1. Vitamin A

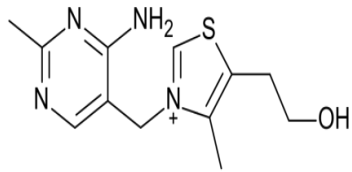
Rumus Bangun



- Fluoresensi: hijau kuning pupus
- Zat + AgNO₃ → rosa
- Zat dalam air → jingga
- Zat + Fosfomolibdat → biru
- Reaksi Carr - Price: Zat dalam 10 tetes kloroform + 2 tetes asam asetat anhidrat + SbCl₃ (sedikit) → biru → merah coklat.
- Reaksi Trikloroasetat (TCA): Zat + 1 ml trikloroasetat dalam kloroform, kocok → biru kehijauan.

2. Vitamin B1

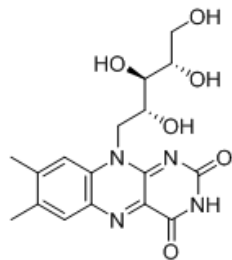
Rumus Bangun



- Formaldehyde Azo test: Zat + azo benzen + H_2SO_4 + NaOH + formaldehid \rightarrow merah
- Zat + $\text{HgCl}_2 \rightarrow \downarrow$ putih
- Zat + larutan Pb-asetat 10% dan 1 mL NaOH 6 N \rightarrow warna kuning, panaskan $\rightarrow \downarrow$ coklat-hitam
- Zat + 10 tetes larutan bismuth nitrat + 2 tetes larutan KI 5% $\rightarrow \downarrow$ merah jingga
- Zat + NaOH + $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ + amil alcohol \rightarrow jika dikocok, berfluoresensi biru ungu pada lapisan amil alkohol
- Zat + Nessler \rightarrow kuning hitam
- Zat + NaOH \rightarrow kuning hijau + $\text{KMnO}_4 \rightarrow$ hijau
- Zat + NaOH , panaskan \rightarrow kuning
- Zat + ninhidrin \rightarrow kuning stabil
- Zat + Fosfomolibdat \rightarrow biru
- Reaksi Kristal: fe. Kompleks, asam pikrat, Bouchardat.

3. Vitamin B2 (Riboflavin)

Rumus Bangun

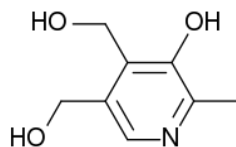


- Zat + H_2SO_4 pekat \rightarrow merah chery/merah jingga
- Zat + HNO_3 pekat \rightarrow hijau kuning
- Zat + HCl pekat \rightarrow hijau kuning
- Zat + asam asetat pekat \rightarrow kuning keruh

- e. Zat + Frohde → merah
- f. Zat + Liebermann Bouchard → kuning kehijauan (-)
- g. Zat + Salkowski → merah (+)
- h. Zat + Cuprifil → (+)
- i. Zat + Marquis → jingga + gas
- j. Zat + AgNO₃ → merah kersen, atau lama-lama terbentuk endapan merah
- k. Zat + KMnO₄ → merah keunguan (+)
- l. Zat + Diazo A + Diazo B + NaOH → kuning → jingga merah
- m. Zat + FeCl₃ → merah jingga/merah kecoklatan
- n. Zat + Diazo → merah
- o. Zat + Fehling → ↓merah
- p. Zat + Nessler → ↓
- q. Zat + air → larutan + AgNO₃ → terjadi perubahan warna. Beberapa saat dapat terbentuk ↓merah
- r. Zat dalam air → kuning ± jingga pada cahaya berfluoresensi kuning hijau tua + NaOH 3N/HCl 3 N, fluoresensi hilang
- s. Reaksi kristal : Dragendorf, Bouchardat, Mayer, Asam pikrat, Sublimasi

4. Vitamin B6

Rumus Bangun

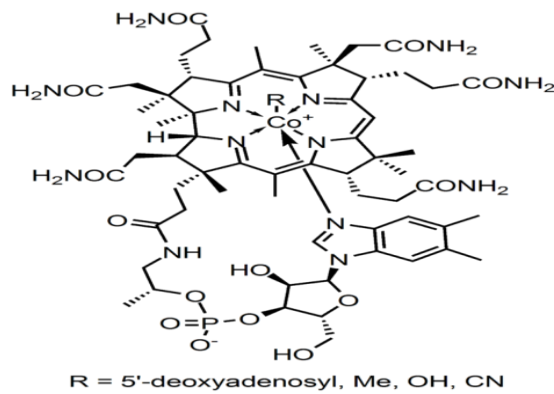


- a. Formaldehyde Azo test: Zat + azo benzen + H₂SO₄ + NaOH + formaldehid → merah
- b. Zat + Diazo A + Diazo B + NaOH ad basa → kuning jingga merah
- c. Zat + FeCl₃ → warna jingga sampai merah tua/merah darah
- d. Zat + 2 tetes larutan CuSO₄ 2% dan 10 tetes NaOH 3 N → biru-ungu
- e. Zat + Nessler → kuning hitam
- f. Zat + NaOH → kuning hijau + KMnO₄ → hijau kuning stabil
- g. Zat + ninhidrin → kuning stabil
- h. Zat + Fosfomolibdat → biru

- i. Zat uji + $\text{AgNO}_3 \rightarrow$ endapan + $\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$ endapan larut
- j. Zat + Diazo A & B + $\text{NaOH} \rightarrow$ kuning \rightarrow jingga merah
- k. Reaksi Kristal: Fe. Kompleks, asam pikrat, Bouchardat.

5. Vitamin B12

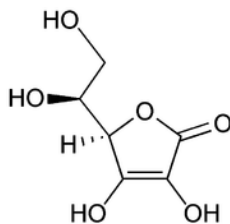
Rumus Bangun



- a. Zat + Nessler \rightarrow hitam
- b. Zat + KMnO_4 , dalam suasana dingin \rightarrow warna ungu direduksi menjadi hitam
- c. Zat + KNO_3 dalam asam \rightarrow endapan Kuning (identifikasi Co)

6. Vitamin C

Rumus Bangun

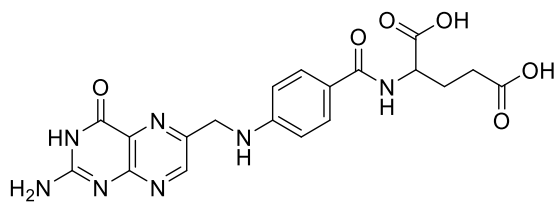


- a. Zat + Nessler \rightarrow hitam
- b. Zat + KMnO_4 , dalam suasana dingin \rightarrow warna ungu direduksi menjadi hitam
- c. Zat + AgNO_3 , \rightarrow endapan abu-abu, panaskan \rightarrow cermin perak
- d. Zat + NaHCO_3 5% + 2 tetes larutan FeCl_3 \rightarrow merah ungu
- e. Zat + Fosfomolibdat \rightarrow ungu
- f. Zat + FeCl_3 \rightarrow negatif

- g. Zat + ninhidrin → negatif
- h. Cuprifil, (Zat + NaOH ad alkalis + CuSO₄ 1% → ungu biru)
- i. Zat uji + NaOH + FeSO₄ (cair) → warna violet hijau
- j. Zat + NaOH → kuning + KMnO₄ → hijau
- k. Zat + NaOH, panaskan → rosa
- l. Zat + HNO₃ + AgNO₃ → ↓ abu-abu
- m. Mereduksi reagen Fehling, (Zat + pereaksi Fehling A: Fehling B (1:1) + NaOH 2N ad alkalis, panaskan di WB → ↓ Cu₂O (merah bata))
- n. Mereduksi reagen Luff, (Zat + pereaksi Luff, panaskan di WB → ↓ Cu₂O (merah bata))
- o. Mereduksi reagen Barfoed (3 ml pereaksi Barfoed + 1 ml larutan sampel, panaskan di WB → ↓ Cu₂O (merah bata))
- p. Zat + 15 tetes pereaksi benedict, panaskan hingga mendidih 2 menit → ↓ hijau kekuningan sampai merah
- q. Zat + air + NaHCO₃ (padat) + FeSO₄ (padat), kocok, diamkan → ungu + H₂SO₄ encer → warna ungu hilang
- r. Zat dalam air + Potasium Cupril Tartrat → ↓ jingga, dipanaskan → coklat merah

7. Asam Folat

Rumus Bangun



- a. Larutan dalam Na₂CO₃ berwarna kuning
- b. Larutan dalam HCl encer panas berwarna kuning. Bila ditambah H₂SO₄ pekat warna kuning hilang
- c. Larutan dalam NaOH berfluoresensi hijau biru
- d. Zat dalam asam nitrat dipanaskan + NaOH → fluoresensi hijau kekuningan
- e. Zat + pereaksi Marquis → merah
- f. Zat + H₂SO₄ → hijau, lama –lama hilang

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

LEMBAR KERJA

Nama : **Tanggal** :
No. Sampel : **Kelompok**:
Objek :

Reaksi Pendahuluan

Reaksi Penegas

Kristal

Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung senyawa golongan
yaitu

LEMBAR KERJA

Nama : Tanggal :
No. Sampel : Kelompok:
Objek :

Reaksi Pendahuluan

Reaksi Penegas

Kristal

Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung senyawa golongan
yaitu

7. Soal Latihan

- a. Apa yang dimaksud dengan vitamin
- b. Bagaimana reaksi penggolongan senyawa vitamin
- c. Bagaimana membedakan vitamin yang larut dalam air dan larut dalam lemak

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- b. Anonim, 1995, Farmakope Indonesia Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- c. Anonim, 2014, *Farmakope Indonesia Edisi V*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- d. Gholib Ganjar, Ibnu dan Rohman, Abdul. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- e. Auterhooff-Kovar, *Identifikasi Obat*, terbitan keempat, 1987, ITB Press, Bandung.
- f. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- g. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- h. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.

LEMBAR KERJA UJIAN SAMPEL TUNGGAL

Nilai

Nama :
No. Sampel :
Objek :

Tanggal :
Kelompok:

1. Reaksi Pendahuluan

2. Reaksi Penegas

3. Kristal

4. Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung senyawa golongan yaitu
.....

LEMBAR KERJA UJIAN SAMPEL CAMPURAN

Nama :
No. Sampel :
Objek :

Tanggal :
Kelompok:

Nilai

1. Reaksi Pendahuluan

2. Reaksi Penegas

3. Kristal

4. Kesimpulan

Nomor Sampel mengandung:

1. senyawa golongan yaitu
2. senyawa golongan yaitu

PRAKTIKUM 7: KIMIA ANALISA KUANTITATIF

1. Kompetensi Dasar

Memahami dan terampil menganalisis obat secara kuantitatif

2. Indikator Capaian

Mahasiswa terampil menganalisis obat secara kuantitatif

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu memahami metode analisis secara kuantitatif

4. Uraian Teori

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. Pada cara gravimetri pengukuran menyangkut pengukuran berat. Istilah analisis instrumental berhubungan dengan pemakaian peralatan istimewa pada langkah pengukuran.

Metode yang baik dalam suatu analisis kuantitatif seharusnya memenuhi kriteria yaitu: Peka (*sensitive*), Presisi (*Precise*), Akurat (*Accurate*), Selektif, Praktis. Pemilihan metode yang memenuhi semua kriteria tersebut 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, ketepatan 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 kebawah. 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:

1) 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.

2) 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.

B. Teknik Analisa Kuantitatif

Beberapa hal di bawah ini yang perlu diketahui mahasiswa ketika melakukan analisis kuantitatif agar dalam melaksanakan analisis kuantitatif diperoleh hasil yang tepat dan benar.

1. Kebersihan

a. Jaga agar meja dan alat yang digunakan tetap bersih. Sediakanlah serbet meja, serbet untuk alat gelas (dibawa dari rumah).

- b. Sebelum digunakan, bilas semua alat gelas dengan air. Seka bagian luar dengan serbet sampai kering tetapi jangan bagian dalam (kecuali dilakukan titrasi bebas air).

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 ke dalam 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.

2. Kerapian

- a. Kembalikanlah botol pereaksi ke tempat semula jika sudah digunakan.
- b. Jangan menaruh tutup pereaksi di atas meja tetapi dipegang dengan tangan kiri.
- c. Semua larutan dan serbuk harus ditutup untuk mencegah kontaminasi kotoran dan zat lain.

3. Penandaan

- a. Berilah label secara sistematis pada semua larutan, filtrat dan endapan yang dianalisis (Label dibawa sendiri oleh mahasiswa).
- b. Jika bejana berisi cairan selain air maka diberi tanda selama analisis dilakukan.

4. Perencanaan

- a. Sebelum melakukan praktikum, mahasiswa memahami petunjuk cara kerja dan prinsip penetapan kadar. Sediakan alat dan pereaksi yang akan digunakan. Rencanakan hal apa yang harus dikerjakan utama sehingga pekerjaan akan berjalan lancar.
- b. Jangan memanaskan sampel dengan alat gelas yang berskala karena gelasannya akan memuai dan jika kembali dingin maka volumenya belum tentu kembali dengan sempurna.

5. Penimbangan.

- a. Gunakan sendok untuk mengambil zat yang akan ditimbang.
- b. Pilih timbangan dengan kapasitas yang tepat dan sesuai. Jangan menimbang zat melebihi kapasitas maksimal timbangan yang digunakan. Catatlah hasil timbangan.

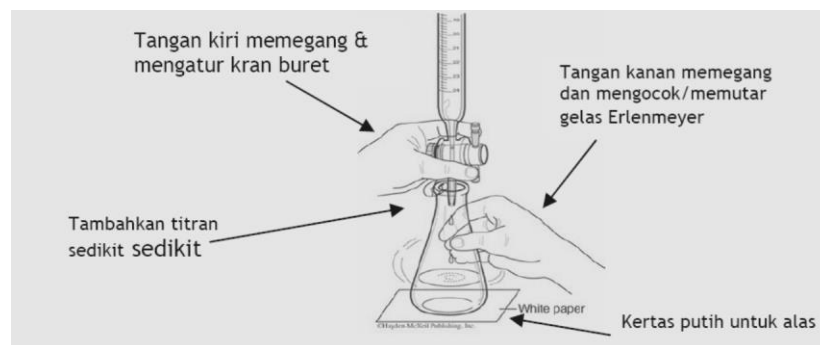
Perhatikan contoh perintah penimbangan berikut:

- 1) **“Timbang lebih kurang...”** artinya: jumlah yang harus ditimbang tidak boleh kurang dari **90%** dan tidak boleh lebih dari **110%** dari jumlah yang harus ditimbang.
 - 2) **“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 dibelakang 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.
6. **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 5,0 ml bahwa pengukuran harus dilakukan dengan saksama.

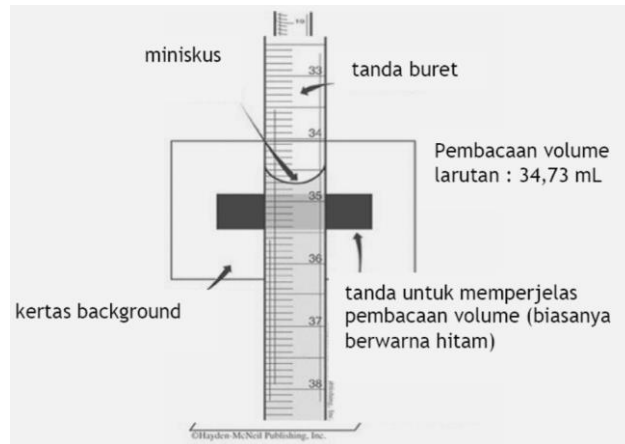
7. Penggunaan buret

- a. Periksa terlebih dahulu apakah buret dalam kondisi baik (tidak pecah atau bocor), berikan sedikit saja vaselin pada kran agar pengaturan penetesannya mudah dilakukan.
- b. Bersihkan buret sebelum digunakan dengan air, bilaslah buret tersebut dengan sedikit zat kimia yang akan dimasukkan ke dalamnya.

- c. 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.
 - d. Pasang buret pada statif dan klem agar posisinya stabil dan tegak lurus
 - e. Untuk pembacaan skala digunakan kertas hitam-putih, pegang dibelakang buret sedikit dibawah permukaan garis lengkungan (miniskus).
 - f. Pada buret *Schellbach* dinding belakang bagian dalam diberi garis biru di atas dasar putih, pembacaan tepat pada bagian lancip dari garis biru.
- 8. 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.
- 9. 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.



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



11. Penetapan dalam duplo. Lakukan penetapan paling sedikit dua kali. Jika kesesuaian hasilnya lebih dari 0,4 ml 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.

12. 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 :

- a. 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**.
- b. Banyaknya desimal hasil penjumlahan atau pengurangan sama dengan faktor yang mengandung desimal paling sedikit.
- c. Banyaknya desimal hasil perkalian atau pembagian sama dengan satu angka lebih banyak daripada yang terdapat pada faktor yang mengandung desimal paling sedikit.

- d. Penulisan hasil akhir yang memerlukan pembulatan angka desimal, maka angka desimal **5 atau lebih dibulatkan ke atas**, sedangkan angka decimal **< 5 dibulatkan ke bawah**.
- e. 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:

$$\begin{array}{lcl}
 \text{grek titran} & = & \text{grek titrat} \\
 V_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} & = & \text{mol} \times \text{ekuivalensi} \\
 V_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} & = & \text{gram} / \text{BM} \times \text{ekuivalensi} \\
 \text{gram} & = & \frac{V_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} \times \text{BM}}{\text{ekuivalensi}} \\
 \text{gram}_{\text{zat}} & = & V_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} \times \text{BE}_{\text{zat}} \\
 \text{atau} \quad \text{mg}_{\text{zat}} & = & \text{ml}_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} \times \text{BE}_{\text{zat}}
 \end{array}$$

Jadi

$$\text{kadar} = \frac{\text{mg}_{\text{zat}}}{\text{mg}_{\text{sampel}}} \times 100 \quad \%b/b$$

$$\text{kadar} = \left(\frac{\text{ml}_{\text{titran}} \times N_{\text{titran}} \times \text{BE}_{\text{zat}} \times 100}{\text{mg}_{\text{sampel}}} \right) \% b/b$$

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

$$\text{kadar} = \frac{\text{mg}_{\text{zat}}}{\text{ml}_{\text{sampel}} \times 1000} \times 100 \quad \%b/v$$

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

5. Pelaksanaan Praktikum

Ceramah dan diskusi

6. Evaluasi

Pre test dan post test

7. Soal Latihan

- a. Apa yang dimaksud dengan analisa kualitatif
- b. Apa beda timbang seksama dengan timbang kurang lebih
- c. Bila menggunakan buret volume 25 ml, berapakah volume buret yang dianggap valid untuk analisis
- d. Apa yang dimaksud dengan pembakuan, titik ekivalen dan titik akhir reaksi

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- b. Cartika, Harpolia. 2016. *Kimia Farmasi*, Modul Cetak Bahan Ajar Farmasi. Kementerian Kesehatan Republik Indonesia, Pusdik SDM Kesehatan. Jakarta.
- c. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- d. Gholib Ganjar, Ibnu dan Rohman, Abdul. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- e. Harjadi, W. 1986. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Gramedia. Jakarta.
- f. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- g. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.
- h. Wunas, J. Said. 1986. *Analisa Kimia Farmasi Kuantitatif*. UNHAS. Makassar

MATERI PRAKTIKUM 8: PERMANGANOMETRI

1. Kompetensi Dasar

Memahami dan terampil menganalisis obat secara kuantitatif dengan metode Permanganometri

2. Indikator Capaian

Mahasiswa terampil menganalisis obat secara kuantitatif dengan metode Permanganometri

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu memahami metode analisis secara kuantitatif dengan metode Permanganometri

4. Uraian Teori

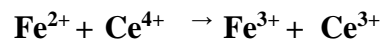
Titration redoks adalah metode penentuan kuantitatif yang reaksi utamanya adalah reaksi redoks, Reaksi ini hanya dapat berlangsung kalau terjadi interaksi dari senyawa/unsur/ion yang bersifat oksidator dengan unsur/senyawa/ion bersifat reduktor. Jadi kalau larutan bakunya oksidator, maka analit harus bersifat reduktor atau sebaliknya.

Titration redoks banyak digunakan dalam pemeriksaan kimia karena berbagai zat organik dan zat anorganik dapat ditentukan dengan cara ini. Namun demikian agar titration redoks ini berhasil dengan baik, maka persyaratan berikut harus dipenuhi:

1. Harus tersedia pasangan sistem redoks yang sesuai sehingga terjadi pertukaran elektron secara stokhiometri.
2. Reaksi redoks harus berjalan cukup cepat dan berlangsung secara terukur (kesempurnaan 99%).
3. Harus tersedia cara penentuan titik akhir yang sesuai.

Titration ini didasarkan pada reaksi oksidasi-reduksi antara analit dan titran. Analit yang mengandung spesi reduktor dititrasi dengan titran berupa larutan standar dari oksidator atau sebaliknya. Berbagai reaksi redoks data digunakan sebagai dasar reaksi oksidimetri, misalnya penetapan ion besi(II),

Fe²⁺ dalam analit dengan menggunakan titran larutan standar cesium(IV), Ce⁴⁺ yang mengikuti persamaan reaksi



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.

Titration redoks banyak dipergunakan untuk penentuan kadar logam/senyawa yang bersifat sebagai oksidator atau reduktor. Sepertinya akan menjadi tidak mungkin bisa mengaplikasikan titration redoks tanpa melakukan penyetaraan reaksinya dulu. Selain itu pengetahuan tentang perhitungan sel volta, sifat oksidator dan reduktor juga sangat berperan. Dengan pengetahuan yang cukup baik mengenai semua itu maka perhitungan stoikiometri titration redoks menjadi jauh lebih mudah. Perlu diingat dari penyetaraan reaksi kita akan mendapatkan harga equivalen tiap senyawa untuk perhitungan

Titik akhir titration dalam titration redoks dapat dilakukan dengan membuat kurva titration antara potensial larutan dengan volume titrant (potensiometri), atau dapat juga menggunakan indicator. Dengan memandang tingkat kemudahan dan efisiensi maka titration redoks dengan indicator sering kali yang banyak dipilih. Beberapa titration redoks menggunakan warna titrant sebagai indicator contohnya penentuan oksalat dengan permanganate, atau penentuan alkohol dengan kalium dikromat.

Reaksi redoks secara luas digunakan dalam analisa titrimetri baik untuk zat anorganik maupun organik. Reaksi redoks dapat diikuti dengan perubahan potensial, sehingga reaksi redoks dapat menggunakan perubahan potensial untuk mengamati titik akhir satu titration. Selain itu cara sederhana juga dapat dilakukan dengan menggunakan indicator

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 :



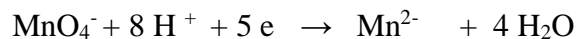
di mana **red** menunjukkan bentuk tereduksi (disebut juga reduktan atau zat pereduksi), **oks** adalah bentuk teroksidasi (oksidan atau zat pengoksidasi), **n** adalah jumlah elektron yang ditransfer dan **e** adalah elektron.

Reaksi redoks secara luas digunakan dalam analisa titrimetrik 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.

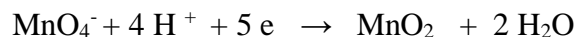
Kalium permanganat merupakan senyawa anorganik dengan rumus KMnO_4 . Garam yang terdiri dari K^+ dan MnO_4^- ion. Kalium permanganat merupakan oksidator (zat pengoksidasi) kuat yang dapat bereaksi dengan cara berbeda-beda tergantung pada pH larutannya. Titrasi permanganometri digunakan untuk menetapkan kadar reduktor dalam suasana asam sulfat encer.

Dalam suasana penetapan basa atau asam lemah akan terbentuk endapan coklat yang MnO_2 yang mengganggu.

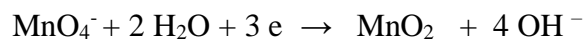
a. Dalam asam sulfat encer:



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 akhir tercapai, yaitu sampai pada tetesan dimana warna merah jambu pucat mantap. Akhir titrasi ditandai dengan timbulnya warna merah muda/pink yang disebabkan kelebihan permanganat. Titrasi permanganometri tidak memerlukan indikator karena larutan KMnO_4 sendiri sudah berfungsi sebagai indikator (autoindikator).

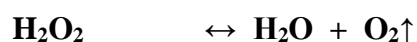
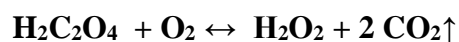
Reaksi ini berjalan lambat pada temperatur kamar dan biasanya diperlukan pemanasan hingga 60°C . Bahkan bila pada temperatur yang lebih tinggi reaksi akan berjalan makin lambat dan bertambah cepat setelah terbentuknya ion mangan (II). Pada penambahan tetesan titrasi selanjutnya warna merah hilang semakin cepat karena ion mangan (II) yang terjadi berfungsi sebagai katalis, katalis untuk mempercepat reaksi.

Sumber-sumber kesalahan pada titrasi permanganometri, antara lain terletak pada: Larutan KMnO_4 pada buret. Apabila percobaan dilakukan dalam waktu yang lama, larutan KMnO_4 pada buret yang terkena sinar akan terurai menjadi MnO_2 sehingga pada titik akhir titrasi akan diperoleh pembentukan presipitat coklat yang seharusnya adalah larutan berwarna merah rosa.

Penambahan KMnO_4 yang terlalu cepat pada larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang telah ditambahkan H_2SO_4 dan telah dipanaskan cenderung menyebabkan reaksi antara MnO_4^- dengan Mn^{2+} .



Penambahan KMnO_4 yang terlalu lambat pada larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang telah ditambahkan H_2SO_4 dan telah dipanaskan mungkin akan terjadi kehilangan oksalat karena membentuk peroksida yang kemudian terurai menjadi air.



Hal ini dapat menyebabkan pengurangan jumlah KMnO_4 yang diperlukan untuk titrasi yang pada akhirnya akan timbul kesalahan titrasi permanganometri yang dilaksanakan

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Buret, pipet volume, labu ukur, timbangan analitik, corong, beaker, Erlenmeyer, botol semprot, bulp, gelas ukur, KMnO_4 0,1 N, Asam Oksalat, Natrium Oksalat, Asam Sulfat 2 N, aquadest.

b. Prosedur Kerja

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, didihkan selama 15-30 menit, dinginkan pada suhu kamar. Saring dengan glass wol atau krus saring dari kaca masir. 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 2 N. Titrasi dengan KMnO_4 0,1 N hingga warna merah jambu mantap.

Panaskan $\pm 70^\circ\text{C}$ sampai warna hilang. Lanjutkan titrasi dengan KMnO_4 0,1 N sampai timbul warna merah muda. Lakukan pembakuan Triplo (tiga kali). Hitung normalitas larutan titer.

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.

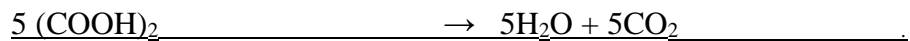
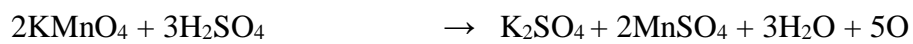
6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

Data pembakuan

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

Reaksi Pembakuan



BE KMnO_4 =

Perhitungan Pembakuan

$$N \text{ KMnO}_4 = \frac{\text{mg asam oksalat}}{\text{vol. KMnO}_4 \times \text{BE KMnO}_4 \times \text{BM asam oksalat}}$$

. Data Penetapan Kadar

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

Perhitungan Penetapan kadar

Reaksi:

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

7. Soal Latihan

- a. Apa yang saudara ketahui tentang reaksi Redoks
- b. Sebutkan contoh-contoh tirasi redoks
- c. Apa saja syarat yang harus dipenuhi untuk titrasi redoks

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- b. Anonim, 1995, Farmakope Indonesia Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- c. Anonim, 2014, *Farmakope Indonesia Edisi V*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- d. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- e. Gholib Ganjar, Ibnu dan Rohman, Abdul. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- f. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- g. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.
- h. Wunas, J. Said. 1986. *Analisa Kimia Farmasi Kuantitatif*. UNHAS. Makassar

PRAKTIKUM 9: TITRASI IODO-IODIMETRI

1. Kompetensi Dasar

Memahami dan terampil menganalisis obat secara kuantitatif dengan metode Iodo-Iodimetri

2. Indikator Capaian

Mahasiswa terampil menganalisis obat secara kuantitatif dengan metode Iodo-Iodimetri

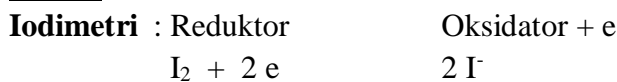
3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu memahami metode analisis secara kuantitatif dengan metode Iodo-Iodimetri

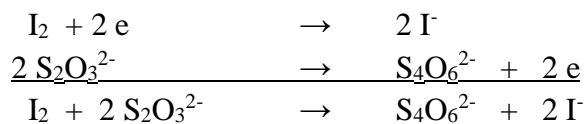
4. Uraian Teori

Apabila zat uji (reduktor) langsung dititrasi dengan larutan iodium, maka penetapan kadar ini disebut dengan *Iodimetri*. Sebaiknya bila zat uji (reduktor) mula-mula direaksikan dengan ion iodida berlebih, kemudian iodium yang terjadi dititrasi dengan larutan tiosulfat maka cara ini dinamakan *iodimetri*. Metode ini dapat digunakan untuk menetapkan kadar oksidator maupun reduktor, di samping itu cara ini akurat karena titik akhir titrasi jelas.

Reaksi



Atau



Bila tidak terdapat zat pengganggu yang berwarna, sebenarnya larutan iodium sendiri dapat berfungsi sebagai indikator meskipun warna terjadi tidak sejelam KMnO_4 . Umumnya lebih disukai larutan kanji sebagai indikator yang dengan larutan iodium memberikan warna biru cerah. Bobot Ekuivalen pada Iodimetri adalah banyaknya mol zat yang setara dengan 1 mol I^- .

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Buret, pipet volume, labu ukur, timbangan analitik, corong, beaker, Erlenmeyer, botol semprot, bulp, gelas ukur, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N, I_2 0,1N, KIO_3 , indikator amylum, Kalium Iodida, Asam Sulfat 2 N, aquadest.

b. Prosedur Kerja

1. Pembuatan larutan titer I_2 0,1 N

Larutkan 18 gram KI dalam 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 Yodium larut. Diamkan larutan dalam suhu kamar dan tambahkan air hingga 1000,0 ml.

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

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

3. Pembuatan Indikator Kanji

10 gram amylum dalam 100 ml air panas

4. Pembakuan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Timbang seksama 100 mg KIO_3 , tambahkan 300 mg KI dan 10 ml asam sulfat encer. Titrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampai warna kuning muda. Tambahkan indikator kanji titrasi kembali sampai timbul perubahan warna. Lakukan triplo. Hitung normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

5. Pembakuan larutan titer I_2 dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Pipet 15,0 ml larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang telah dibakukan, masukkan dalam erlemeyer tambahkan indikator kanji, titrasi dengan larutan I_2 sampai berwarna biru. Lakukan triplo. Hitung normalitas I_2 .

6. Penetapan kadar

Timbang seksama 150 mg sampel, masukkan dalam erlemeyer 100 ml tambahkan 5 ml larutan asam sulfat encer, titrasi dengan I_2 0,1 N dengan indikator amylum hingga warna biru. Lakukan titrasi triplo, tetapkan kadar sampel.

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

Data Pembakuan Larutan Na₂S₂O₃

KIO₃ (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 Na₂S₂O₃

Reaksi:

BE KIO₃=

Perhitungan

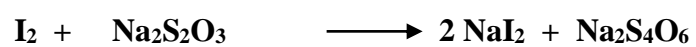
$$N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{\text{mg Sampel}}{\text{vol. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{BM KIO}_3}$$

Data Pembakuan I₂

Volume lar. Baku Na₂S₂O₃ (ml)	Volume titran I₂ (ml)	Paraf (Dosen/asisten)
	- =	
	- =	
	- =	
	- =	

Perhitungan Normalitas I₂

Reaksi:



Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{mgrek I}_2 &= \text{mgrek Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \\ V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \end{aligned}$$

Data Penetapan Kadar

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

Perhitungan penetapan Kadar Sampel

Reaksi:

b. Pembahasan

Dari data dan hasil percobaan lakukan analisa dan pembahasan tentang

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

7. Soal Latihan

Jelaskan perbedaan titrasi Iodometri dan Iodimetri

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- b. Anonim, 1995, Farmakope Indonesia Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- c. Anonim, 2014, *Farmakope Indonesia Edisi V*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- d. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- e. Gholib Ganjar, Ibnu dan Rohman, Abdul. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- f. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- g. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.
- h. Wunas, J. Said. 1986. *Analisa Kimia Farmasi Kuantitatif*. UNHAS. Makassar

PRAKTIKUM 10: TITRASI NITRIMETRI

1. Kompetensi Dasar

Memahami dan terampil menganalisis obat secara kuantitatif dengan metode Nitrimetri

2. Indikator Capaian

Mahasiswa terampil menganalisis obat secara kuantitatif dengan metode Nitrimetri

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu memahami metode analisis secara kuantitatif dengan metode Nitrimetri

4. Uraian Teori

Salah satu metode yang termasuk dalam titrasi redoks adalah diazotasi (nitritometri). Titrasi diazotasi berdasarkan pada pembentukan garam diazonium dari gugus amin aromatis bebas yang direaksikan dengan asam nitrit, dimana asam nitrit ini diperoleh dengan cara mereaksikan natrium nitrit dengan suatu asam.

Diazotasi adalah reaksi antara amin aromatis primer/ fenil amina primer (aromatik) dengan asam nitrit yang berasal dari natrium nitrit dalam suasana asam untuk membentuk garam diazonium. Titrasi diazotasi dapat digunakan untuk:

1. Penetapan kadar Senyawa-senyawa yang mempunyai amin aromatis primer bebas seperti sulfanilamid
2. Penetapan kadar Senyawa-senyawa yang mempunyai amin aromatis yang terikat dengan gugus lain seperti suksinil sulfatiazol, ptalil sulfatiazol dan Parasetamol

Dalam nitrimetri, BE suatu senyawa sama dengan BM nya karena 1 mol senyawa bereaksi dengan 1 mol asam nitrit dan menghasilkan 1 mol garam diazonium. Dengan alasan ini pula, untuk nitrimetri, konsentrasi larutan baku sering dinyatakan dengan M (molaritas) karena molaritasnya sama dengan normalitasnya (Sudjadi, 2008).

Metode nitrimetri ini didasarkan 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 Amina Primer Aromatik berdasarkan reaksi pembentukan garam diazonium dengan asam nitrit pada suhu di bawah 15°C. Titrasi diazotasi berdasarkan pada pembentukan garam diazonium dari gugus amin aromatis bebas yang direaksikan dengan asam nitrit, dimana asam nitrit ini diperoleh dengan cara mereaksikan natrium nitrit dengan suatu asam (Sudjadi, 2008).

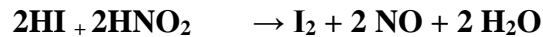
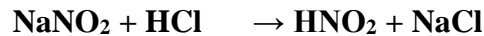
Reaksi ini tidak stabil dalam suhu kamar, karena garam diazonium yang terbentuk mudah tergedradasi membentuk senyawa fenol dan gas nitrogen. Sehingga reaksi dilakukan pada suhu dibawah 15°C. Reaksi diazonasi dapat dipercepat dengan menambahkan kalium bromida. Reaksi yang terjadi sangat cepat, maka titrasi harus dilakukan perlahan-lahan. Untuk menjaga kondisi suhu dapat digunakan bongkahan es atau sirkulator. Di atas suhu 15 °C garam diazonium yang terbentuk akan terhidrolisa menjadi fenol dan reaksi tidak berlangsung kuantitatif.

Pada titrasi diazotasi, penentuan titik akhir titrasi dapat menggunakan indikator luar, indikator dalam dan secara potensiometri (Gholib, 2009).

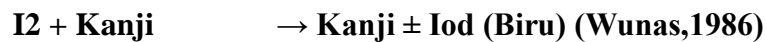
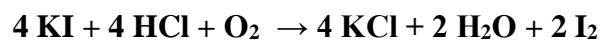
a. Indikator Luar

Indikator luar yang digunakan adalah pasta kanji-iodida atau dapat pula menggunakan kertas kanji-iodida, ketika larutan digoreskan pada pasta/kertas, adanya kelebihan asam nitrit akan mengoksidasi iodida menjadi iodium dan dengan adanya kanji/amilum akan menghasilkan warna biru segera. Indikator kanji-iodida ini peka terhadap kelebihan 0,05-

0,10 ml natrium nitrit dalam 200 ml larutan. Reaksi yang terjadi dapat dituliskan sbb :



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. Hal ini disebabkan karena oksidasi iodida oleh udara (O_2) menurut reaksi:



Untuk meyakinkan apakah benar-benar sudah terjadi titik akhir titrasi, maka pengujian seperti di atas dilakukan lagi setelah dua menit (Gholib,2009). Keuntungan dari indikator ini adalah terjadinya perubahan warna yang jelas, sedangkan kerugiannya adalah:

- a. Pelaksanaan tidak praktis karena kita harus menggoreskan setiap kali penambahan titran.
- b. Larutan yang dititer harus didinginkan.
- a. Memerlukan reaksi orientasi untuk memperkirakan titik akhir titrasi (Wunas,1986).

b. Indikator Luar

Penetapan titik akhir dapat juga ditunjukkan dengan campuran tropeolin-oo dan biru metilen sebagai indikator dalam. Indikator dalam terdiri atas campuran tropeolin OO dan metilenbiru. Tropeolin OO merupakan indikator asam-basa yang berwarna merah dalam suasana asam dan berwarna kuning bila dioksidasi oleh adanya kelebihan asam nitrit, sedangkan metilen biru sebagai pengkontras warnasehingga pada titik akhir titrasi akan terjadi perubahan dari ungu menjadi birusampai hijau tergantung senyawa yang dititrasi (Gholib,2009).

Pemakaian kedua indikator ini (indicator luar dan indikator dalam) memiliki kekurangan. Pada indikator luar harus diketahui dulu perkiraan

jumlah titran yang diperlukan, sebab kalau tidak tahu perkiraan jumlah titra yang dibutuhkan, maka sering melakukan pengujian apakah sudah tercapai titik akhir titrasi atau belum. Disamping itu, kalau sering melakukan pengujian, dikhawatirkan akan banyak larutan yang dititrasi (sampel) yang hilang pada saat pengujian titik akhir sementara itu pada pemakaian indikator dalam walaupun pelaksanaannya mudah tetapi seringkali untuk mengatasi hal ini, maka digunakan metode pengamatan titik akhir secara potensiometri (Rivai, 1995).

c. Metode Potensiometri

Metode yang baik untuk penetapan titik akhir nitrimetri adalah metode potensiometri dengan menggunakan elektrode kolomel platina yang dicelupkan ke dalam titrat. Pada saat titik akhir titrasi (adanya kelebihan asam nitrit), akan terjadi depolarisasi elektroda sehingga akan terjadi perubahan arus yang sangat tajam sekitar +0,80 Volt sampai +0,90 Volt. Metode ini sangat cocok untuk sampel dalam bentuk sediaan sirup yang berwarna (Sudjadi, 2008).

Hal-hal yang perlu diperhatikan pada reaksi diazotasi:

1. Suhu

Titrasi diazotasi sebaiknya dilakukan pada suhu rendah, lebih kecil dari 15°C karena asam nitrit yang terbentuk dari reaksi natrium nitrit dengan asam tidak stabil dan mudah terurai, dan garam diazonium yang terbentuk pada hasil titrasi juga tidak stabil. Reaksi ini tidak stabil dalam suhu kamar, karena garam diazonium yang terbentuk mudah tergedradasi membentuk senyawa fenol dan gas nitrogen.

2. Kecepatan reaksi

Reaksi titrasi amin aromatis pada reaksi diazotasi berjalan agak lambat, titrasi sebaiknya dilakukan secara perlahan-lahan, dan reaksi diazotasi dapat dikatalisa dengan penambahan natrium dan kalium bromida sebagai katalisator (Wunas, 1986:115).

5. Pelaksanaan Praktikum

- a. Alat dan Bahan
- b. Buret, pipet volume, labu ukur, timbangan analitik, corong, beaker, Erlenmeyer, botol semprot, bulb, gelas ukur, NaNO_2 0,1N, asam sulfabilat, indikator tropeolin-OO, metilen blue, Kalium Bromida, Asam klorida 10%, aquadest.

- c. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Larutan Titer 0,1 N

Timbang seksama 7,5 gram NaNO_2 , larutkan dalam 1000 ml air.

2. Pembuatan Indikator

- a. Metilen Blue (MB)

- 1) Timbang secara seksama 100 mg Metilen Blue serbuk.
- 2) Larutkan bahan tersebut ke dalam Beaker glass yang sudah terisi 100 ml aquades.
- 3) Panaskan larutan pada suhu sekitar 60-70 °C, sambil diaduk perlahan agar bahan serbuknya larut seluruhnya.
- 4) Simpan Larutan indikator dalam botol reagen coklat untuk menambah tingkat keawetannya.

- b. Tropeolin OO (TOO)

- 1) Timbang seksama 150 mg TOO serbuk lalu tuang ke dalam beaker glass yang sudah terisi oleh 100 ml aquades.
- 2) panaskan Larutan tersebut diatas kompor listrik sambil diaduk.
- 3) tunggu hingga semua bahan serbuk terlarut sempurna/ seluruhnya.
- 4) Angkat, lalu tunggu hingga dingin dan saring larutan jika perlu.
- 5) Simpan larutan di dalam botol reagen coklat supaya meminimalisir dari radiasi UV.

NB: Indikator Metilen Blue biasa digunakan dalam titrasi volumetri secara Nitrimetri dengan campuran Indikator Tropeolin OO dengan perbandingan (3 tetes MB : 5 tetes TOO). sebagai pengganti pasta kanji iodida.

3. Pembakuan larutan titer NaNO_2

Timbang seksama 100 mg asam sulfanilat/sulfanilamid, masukkan dalam erlemeyer. Tambahkan 10 ml HCl 10% dan 300 mg KBr, aduk hingga larut. masukkan dalam penangas es dinginkan sampai suhu kurang dari 15 °C. Tambahkan indikator. Titrasi dengan NaNO_2 sampai terjadi warna biru. Lakukan titrasi triplo, hitung konsentrasi larutan titer.

4. Penetapan Kadar

Timbang seksama 200 mg sampel, masukkan dalam erlemeyer. Tambahkan 20 ml air, aduk hingga larut. Tambahkan 10 ml HCl 10%

dan 300 mg KBr, masukkan dalam penangas es dinginkan sampai suhu 15°C. Tambahkan indikator. Titrasi dengan NaNO₂ sampai terjadi warna biru. Lakukan titrasi triplo, hitung kadar sampel.

6. Evaluasi

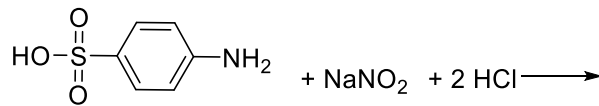
a. Hasil Percobaan

Data Pembakuan larutan NaNO₂

(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 NaNO₂

a. Reaksi:



sulphanilic acid

Perhitungan

$$- \text{ mgrek NaNO}_2 = \frac{\text{mgrek asam Sulfanilat}}{V \times N} = \text{mgrek asam Sulfanilat}$$

Data Penetapan Kadar

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

Perhitungan penetapan Kadar Sampel

Reaksi:

b. Pembahasan

Dari data dan hasil percobaan lakukan analisa dan pembahasan tentang

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

7. Soal Latihan

- a. Apa saja syarat reaksi titasi diazotasi
- b. Apa beda indicator luar dan indicator dalam, sebutkan keuntungan dan kerugiannya

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- b. Anonim, 1995, Farmakope Indonesia Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- c. Anonim, 2014, *Farmakope Indonesia Edisi V*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- d. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- e. Gholib Ganjar, Ibnu dan Rohman, Abdul. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- f. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- g. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.
- h. Wunas, J. Said. 1986. *Analisa Kimia Farmasi Kuantitatif*. UNHAS. Makassar

MATERI PRAKTIKUM 11: PENETAPAN KADAR CAMPURAN

1. Kompetensi Dasar

Memahami dan terampil menganalisis obat secara kuantitatif dengan metode Titrimetri/Volumetri

2. Indikator Capaian

Mahasiswa terampil menganalisis obat secara kuantitatif dengan metode Titrimetri/Volumetri

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu memahami metode analisis secara kuantitatif dengan metode Titrimetri/Volumetri

4. Uraian Teori

Pada penetapan kadar campuran dilakukan pada sampel vitamin C dan asam salisilat. Dalam hal ini asetosal dan vitamin C merupakan zat yang bersifat asam, maka dapat ditentukan kadarnya dengan metode alkalimetri. Metode alkalimetri ini akan didapat kadar sampel asam campuran.

Sedangkan vitamin C menurut Farmakope Indonesia ditetapkan dengan metode iodimetri. Setelah didapatkan kadar vitamin C. Maka dapat dihitung kadar/mol asam salisilat dengan menghitung selisih dari kadar/mol sampel total dikurangi dengan kadar sampel vitamin C.

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

Buret, pipet volume, labu ukur, timbangan analitik, corong, beaker, Erlenmeyer, botol semprot, bulb, gelas ukur, Na₂S₂O₃ 0,1N, I₂ 0,1N, KIO₃, indikator amilum, Kalium Iodida, Asam Sulfat 2 N, NaOH 0,1N, Kalium Hidrogen Ptalat, aquadest.

b. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Larutan Titer NaOH 0,1 N

$$\begin{aligned} V & \times N & = & \text{mgrek NaOH} \\ 1000 \text{ ml} & \times 0,1 \text{ N} & = & \text{gram/ BE} \\ & \text{Gram} & = & 100/ 40 \\ & & = & 4 \text{ gram} \end{aligned}$$

Larutkan 4,0 gram NaOH dalam air bebas CO₂ secukupnya hingga 1000,0 ml.

2. Pembuatan Indikator Phenolftalein

Larutkan 0,1 g indikator dalam 100 ml etanol 95% (v/v).

3. Pembakuan larutan titer NaOH

Timbang seksama 100 mg Kalium Biftalat, masukkan dalam erlemeyer, tambahkan 20 ml air bebas CO₂, aduk hingga larut. Beri indikator Penolftalein 1-2 tetes. Titrasi dengan NaOH sampai terjadi warna merah muda seulas. Lakukan titrasi triplo, hitung konsentrasi larutan titer.

4. Penetapan Kadar

Timbang seksama 250 mg sampel, tambahkan etanol masukkan dalam erlemeyer, tambahkan 20 ml air bebas CO₂, aduk hingga larut. Beri indikator Penolftalein 1-2 tetes. Titrasi dengan NaOH sampai terjadi warna merah muda seulas. Lakukan titrasi triplo, hitung kadar sampel.

Prosedur Iodimetri

1. Pembuatan larutan titer I₂ 0,1 N

Larutkan 18 gram KI dalam dalam 30 ml air dalam labu tertutup. Timbang sekitar 12,69 gram I₂ dalam gelas arloji, tambahkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan KI. Tutup labu dan kocok hingga Yodium larut. Diamkan larutan dalam suhu kamar dan tambahkan air hingga 1000,0 ml.

2. Pembuatan larutan Na₂S₂O₃ 0,1 N

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

3. Pembuatan Indikator Kanji

10 gram amyllum dalam 100 ml air panas

4. Pembakuan Na₂S₂O₃

Timbang seksama 100 mg KIO₃, tambahkan 300 mg KI dan 10 ml asam sulfat encer. Titrasi dengan Na₂S₂O₃ sampai warna kuning muda. Tambahkan indikator kanji titrasi kembali sampai timbul perubahan warna. Lakukan triplo. Hitung normalitas Na₂S₂O₃.

5. Pembakuan larutan titer I₂ dengan Na₂S₂O₃

Pipet 15,0 ml larutan Na₂S₂O₃ yang telah dibakukan, masukkan dalam erlemeyer tambahkan indikator kanji, titrasi dengan larutan I₂ sampai berwarna biru. Lakukan triplo. Hitung normalitas I₂.

6. Penetapan kadar

Timbang seksama 150 mg sampel, masukkan dalam erlemeyer 100 ml tambahkan 5 ml larutan asam sulfat encer, titrasi dengan I₂ 0,1 N dengan indikator amylum hingga warna biru. Lakukan titrasi triplo, tetapkan kadar sampel.

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

**LEMBAR KERJA
PENETAPAN KADAR SAMPEL CAMPURAN**

1. Sampel: Asetosal dan Vitamin C

- a. ditetapkan secara
 dengan indicator

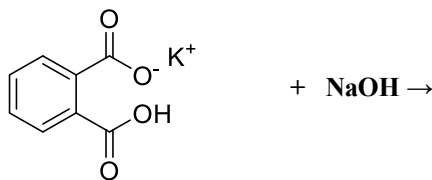
- b. ditetapkan secara
 dengan indicator

2. Data pembakuan larutan titer NaOH

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

Perhitungan Normalitas larutan Baku

a. Reaksi:



potassium hydrogen phthalate

BE NaOH =

b. Perhitungan

$$N \text{ NaOH} = \frac{\text{mg Kalium Biftalat}}{\text{vol. NaOH} \times \text{BE NaOH} \times \text{BM Kalium Biftalat}}$$

3.Data Pembakuan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

KIO₃ (BM:)			Volume titran (ml)	Paraf (Dosen/ asisten)
Zat + kertas perkamen (mg) A	Kertas perkamen + sisa zat (mg) B	Berat Zat (mg) (A-B)		
			- =	
			- =	
			- =	
			- =	

4. Pembakuan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

a. **Reaksi Pembakuan :**

BE KIO_3 =

b. Perhitungan Pembakuan

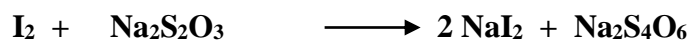
$$\text{N Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{\text{mg KIO}_3}{\text{vol. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{BE Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{BM KIO}_3}$$

5. Data Pembakuan I₂

Volume lar. Baku Na ₂ S ₂ O ₃ (ml)	Volume titran I ₂ (ml)	Paraf (Dosen/asisten)
	- =	
	- =	
	- =	
	- =	

6. Perhitungan Pembakuan titer I₂

a. Reaksi:



b. Perhitungan

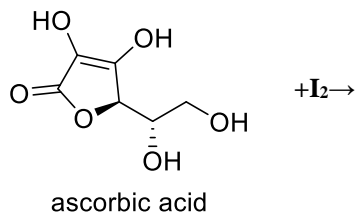
$$\begin{aligned} \text{mgrek I}_2 &= \text{mgrek Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \\ V \text{ I}_2 \times N \text{ I}_2 &= V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \end{aligned}$$

7. Data Penetapan Kadar Vitamin C

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

8. Perhitungan penetapan Kadar Vitamin C

Reaksi:



BE Vitamin C =

Perhitungan mg Vit C dalam Sampel

$\text{mg Vit C} = V_{I_2} \times N_{I_2} \times \text{BE Vit C}$

$$mmol\ Vit\ C = \frac{mg\ Vit\ C\ dalam\ sampel}{BM\ Vit\ C}$$

Replika	mmol sampel vitamin C
1	
2	
3	
Rata-rata	

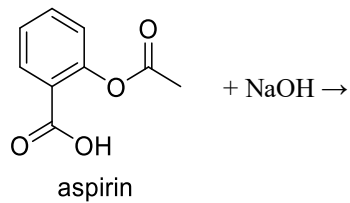
$$\% \text{ kadar Vitamin C} = \frac{mg\ Vit\ C\ dalam\ sampel}{mg\ penimbangan\ sampel\ vit\ C} \times 100\%$$

9. Data Penetapan kadar Asam Total (asetosal dan Vitamin C)

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

10. Perhitungan Kadar asetosal

Reaksi:



BE Asetosal =

Perhitungan mmol Asam Total

$\text{mmol Asam total} = V \text{ NaOH} \times N \text{ NaOH}$

Replika	mmol sampel asam total
1	
2	
3	
Rata-rata	

Perhitungan

$$\text{mmol asetosal} = \text{Rata}_2 \text{ mmol asam total} - \text{Rata}_2 \text{ mmol vit C}$$

$$\% \text{ kadar asetosal} = \frac{\text{mmol asetosal} \times \text{BE asetosal}}{\text{mg asetosal}} \times 100\%$$

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

7. Soal Latihan

Jelaskan mengapa campuran asam salisilat dan vitamin C dapat dilakukan penetapan kadar secara kuantitatif dengan titrimetri

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- b. Anonim, 1995, Farmakope Indonesia Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- c. Anonim, 2014, *Farmakope Indonesia Edisi V*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- d. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- e. Gholib Ganjar, Ibnu dan Rohman, Abdul. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- f. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- g. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.
- h. Wunas, J. Said. 1986. *Analisa Kimia Farmasi Kuantitatif*. UNHAS. Makassar

MATERI PRAKTIKUM 12: SPEKTROFOTOMETER UV-VIS

1. Kompetensi Dasar

Memahami dan terampil menganalisis obat secara kualitatif dan kuantitatif dengan metode spektrofotometer uv-vis

2. Indikator Capaian

Mahasiswa memahami dan terampil menganalisis obat secara kualitatif dan kuantitatif dengan metode spektrofotometer uv-vis

3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu Mahasiswa memahami metode analisis secara kualitatif dan kuantitatif dengan spektrofotometer uv-vis

4. Uraian 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:

$$E = hv = hc / \lambda$$

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 dasar 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)

5. Pelaksanaan Praktikum

a. Alat dan Bahan

- | | |
|--------------------|---------------------------|
| - Baku Vitamin B1 | - asam salisilat |
| - Baku Parasetamol | - Spektrofotometer UV-Vis |
| - NaOH/HCl 0,1 N | - Aquadest |
| - Alat-alat gelas | - Timbangan Analitik |

b. Prosedur Kerja

a. Pembuatan Spektrum (UV)

- Timbang seksama 100,0mg baku murni Vitamin B1, masukkan dalam labu tentukur 100ml, 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 dgn pelarut NaOH 0,1 N dan HCl 0,1 N.
- Ukur serapan dari masing masing larutan yang berbeda pH dengan Spektrofotometer.

b. Pembuatan Spektrum Asam Salisilat

- Timbang seksama 100,0mg 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-ml, encerkan dengan aquadest.
- lakukan hal yang sama pada asam salisilat dgn pelarut NaOH 0,1 N dan HCl 0,1N.
- Tambahkan pereaksi warna $\text{FeCl}_3 / \text{FeNO}_3$
- Ukur serapan dengan Spektrofotometer

6. Evaluasi

a. Hasil Percobaan

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

7. Soal Latihan

- a. Jelaskan mengapa jenis pelarut dapat mempengaruhi bentuk spectrum
- b. Apa yang dimaksud dengan batokromik, hipsokromik, hiperkromik, hipokromik, auksokrom dan kromofor
- c. Bagaimana cara menganalisis obat secara kualitatif dan kuantitatif dengan metode spektrofotometer uv-vis

8. Daftar Pustaka

- a. Anonim, 1979, Farmakope Indonesia Edisi III, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- b. Anonim, 1995, Farmakope Indonesia Edisi IV, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- c. Anonim, 2014, *Farmakope Indonesia Edisi V*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta
- d. Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Erlangga, Jakarta.
- e. Gholib Ganjar, Ibnu dan Rohman, Abdul. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- f. Mursyidi, A., & Rohman, A., 2006, Pengantar Kimia Farmasi Analitik: *Volumetri dan Gravimetri*, Yayasan Farmasi Indonesia, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- g. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 1999, *Analytical Chemistry: an Introduction*, 7th Edition, Thomson Learning, Inc., United States of America.
- h. Wunas, J. Said. 1986. *Analisa Kimia Farmasi Kuantitatif*. UNHAS. Makassar