



Petunjuk Praktikum Analisis Farmasi Dasar Versi Luring 2023



TAHUN 2023

Endah Widhihastuti, M. Sc., Apt



**PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga Buku Petunjuk Praktikum Analisis Farmasi Dasar ini dapat hadir ke hadapan pembaca. Buku ini berisi petunjuk teknis dalam pelaksanaan Praktikum Analisis Farmasi Dasar. Diharapkan agar mahasiswa mampu mengikuti praktikum ini dengan baik.

Praktikum Analisis Farmasi Dasar merupakan penunjang kemampuan dalam aspek ketrampilan teknis terhadap teori-teori yang disajikan dalam perkuliahan Analisis Farmasi Dasar dan materi lain yang terkait. Buku petunjuk praktikum ini disusun dengan harapan untuk dapat menjadi panduan yang singkat dan mudah dipahami oleh mahasiswa dalam melaksanakan praktikum.

Materi yang disajikan dalam Praktikum Analisis Farmasi Dasar ini diharapkan dapat membekali mahasiswa sebagai landasan pada bidang teknologi farmasi dan lebih lagi pada saat bekerja di lapangan. Sehingga diharapkan mahasiswa dapat mengaplikasikan ilmu yang didapat untuk mengembangkan teknologi farmasi khususnya dan ilmu pengetahuan pada umumnya.

Buku petunjuk praktikum ini bukanlah tuntunan yang baku dan final sehingga masih perlu penyempurnaan dan harus menyesuaikan dengan perkembangan di lapangan. Penyusun akan senantiasa mengevaluasi materi praktikum untuk mendukung pembekalan mahasiswa yang lebih baik. Semoga buku ini dapat bermanfaat dan mencapai sasaran serta tujuan penyusunnya.

Semarang, Januari 2023

Penyusun

Daftar Isi	
Halaman Judul	i
Kata Pengantar	ii
Daftar Isi	iii
Tata Tertib Praktikum Kimia Dasar.....	iv
Keselamatan Dan Kesehatan Kerja Di Laboratorium.....	vi
Petunjuk Umum	1
Percobaan I. Material Safety Data Sheet (MSDS).....	9
Percobaan ii. Pembuatan Larutan	14
Percobaan iii. Identifikasi Anion Dan Kation.....	17
Percobaan iv. Identifikasi Obat Golongan Asam.....	24
Percobaan v. Identifikasi Obat Golongan Fenol.....	29
Percobaan vi. Penetapan Kadar Asam Salisilat Dengan Metode Alkalimetri	34
Percobaan vii. Penetapan Kadar NaCl Dengan Metode Argentometri.....	41
Percobaan viii. Penetapan Kadar Vitamin C Dengan Metode Iodimetri	46
Percobaan ix. Penetapan Kadar Fero Sulfat Dengan Metode Permanganometri.....	52
Percobaan x. Penetapan Kalsium Laktat Dengan Metode Kompleksometri	56
Referensi	61

TATA TERTIB PRAKTIKUM KIMIA DASAR

1. Kehadiran
 - a. Praktikan wajib datang 10 menit sebelum praktikum dimulai. Praktikan yang terlambat lebih dari 10 menit tanpa izin, tidak diperkenankan mengikuti pretest, dan bila terlambat lebih dari 20 menit dengan alasan apapun, tidak diperkenankan mengikuti praktikum.
 - b. Praktikan wajib hadir sesuai jadwal praktikum, apabila terpaksa tidak dapat hadir harus memberi surat keterangan yang sah
 - c. Sebelum pelaksanaan praktikum, Praktikan wajib mempersiapkan alat dan bahan praktikum sesuai jadwal yang ditentukan
2. Pelaksanaan praktikum
 - a. Praktikan wajib memakai jas praktikum dan membawa kain lap selama bekerja di laboratorium. Praktikan yang tidak memakai jas praktikum tidak diperkenankan mengikuti praktikum.
 - b. Praktikan wajib mempelajari petunjuk praktikum dan membuat buku laporan Sementara yang berisi:
 - A. Tujuan
 - B. Dasar Teori
 - C. Alat dan bahan
 - D. Cara kerja (skematik/ diagram alir)
 - E. Data percobaan dan perhitungan (jika ada)
 - c. Sebelum pelaksanaan praktikum, Praktikan melaksanakan pretes untuk mata acara yang akan dipraktikumkan. Tes ini dinilai.
 - d. Praktikan yang kurang mengetahui cara menggunakan peralatan, diharap menghubungi asisten sebelum melakukan praktikum.
 - e. Praktikan wajib mengganti alat yang dirusakkannya paling lambat sebelum seluruh pelaksanaan praktikum berakhir.
3. Pengamatan praktikum
 - a. Semua pengamatan harus dicatat dalam lembar data pengamatan sesuai dengan buku petunjuk praktikum
 - b. Semua data pengamatan harus disahkan oleh asisten/ dosen
4. Laporan Praktikum
 - a. Setiap percobaan yang dilakukan harus dibuat laporannya pada kertas HVS dengan cover kertas ber-kop HIMA Kimia.
 - b. Susunan laporan meliputi:
 - A. Tujuan
 - B. Dasar Teori
 - C. Alat dan bahan
 - D. Cara kerja (skematik/ diagram alir)
 - E. Data percobaan dan perhitungan (jika ada)

- F. Pembahasan
- G. Kesimpulan
- H. Daftar Pustaka
- c. Laporan harus diserahkan sebelum melakukan praktikum berikutnya. Bila belum menyerahkan laporan tidak diperkenankan mengikuti praktikum.
- 5. Praktikum Khusus
 - a. Praktikum khusus diadakan bagi Praktikan yang dibatalkan secara resmi, yaitu Praktikan yang berhalangan hadir dengan surat keterangan yang sah atau Praktikan yang tidak diizinkan melakukan praktikum karena sesuatu hal.
 - b. Praktikan yang akan melakukan praktikum khusus wajib menghubungi dosen/ asisten seminggu sebelumnya.
- 6. Mahasiswa yang tidak mengikuti praktikum dengan alasan sakit/kondisi mendesak WAJIB menulis surat ijin yang ditujukan kepada dosen yang DIBERI LAMPIRAN dengan surat keterangan dokter (jika ijin sakit), atau surat keterangan terkait
- 7. Mahasiswa yang tidak mengikuti praktikum dengan alasan yang tidak jelas dan tidak meminta ijin kepada dosen maka akan diberikan nilai 0 pada praktikum tersebut dan tidak diperbolehkan untuk inhal
- 8. Kecuali dengan alasan yang sangat kuat, mahasiswa hanya diperbolehkan inhal sebanyak-banyaknya dua mata praktikum. Bila inhal lebih dari itu, mahasiswa dinyatakan gagal mengikuti praktikum.
- 9. Peraturan lain yang belum tercantum dapat ditambahkan sesuai kesepakatan dosen dan praktikan.

KESELAMATAN DAN KESEHATAN KERJA DI LABORATORIUM

1. Sebagian besar zat di laboratorium kimia analitik mudah terbakar dan beracun. Ikuti petunjuk berikut untuk menjaga keselamatan :
 - a. Perlakukan semua zat sebagai racun. Jika zat kimia mengenai kulit, cuci segera dengan air yang banyak. Gunakan sabun dan air menghilangkan zat padat berbau atau cairan kental. Jangan pernah mencicipi zat kimia kecuali ada petunjuk khusus. Jika harus membaui zat kimia lakukan dengan mengibas gas dan menempatkan wadahnya 15 sampai 25 cm dari hidung dan hisap sesedikit mungkin. Jika ada zat yang tertumpah, segera bersihkan, hal ini termasuk untuk tumpahan terhadap permukaan meja, lantai, alat pemanas, timbangan, dll.
 - b. Zat yang bertitik didih rendah yang mudah terbakar harus didestilasi atau dievaporasi dengan menggunakan heating mantle atau dalam penangas oil, jangan dipanaskan. Jangan dipanaskan dengan pembakar bunsen. Senyawa seperti : metanol, etanol, benzen, petroleum eter, aseton, dll.
 - c. Pelarut yang mudah terbakar disimpan dalam botol bermulut kecil dan disimpan agak jauh dengan tempat anda bekerja
 - d. Jangan mengembalikan zat yang sudah dikeluarkan ke dalam botol asalnya. Hitung dengan seksama keperluan anda terhadap suatu zat dan ambil sesuai dengan keperluan. Bawa tempat zat yang akan ditimbang ke dekat neraca, dan tutup kembali segera setelah penimbangan.
 - e. Gunakan zat sesuai dengan keperluan praktikum, hal ini untuk mengurangi limbah dan mencegah kecelakaan
 - f. Ketika melarutkan asam kuat dengan air, selalu tambahkan asam ke dalam air sambil terus diaduk.
 - g. Jangan membuang pelarut organik ke dalam tempat sampah, karena dapat menyebabkan kebakaran.
2. Jangan membuang campuran air-pelarut tak larut air (eter, petroleum eter, benzen, dll) dan campuran yang mengandung senyawa yang tak larut air ke dalam bak cuci. Gunakan kaleng atau tempat khusus untuk menampung limbah ini. Jika masuk ke dalam bak cuci maka harus diguyur dengan air yang banyak

PETUNJUK UMUM

A. Teknik Analisis Kualitatif

Reaksi pembentukan warna atau pembentukan endapan: jika tidak disebutkan lain, ambilah 1 ml (20 tetes) larutan sampel, masukkan ke dalam tabung reaksi (jika ada proses selanjutnya) atau druppel plat (jika tidak terdapat proses selanjutnya) kemudian tambahkan pereaksi bertetes-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.

1. Cara memanaskan

Pembakar : Bunsen atau lampu spiritus jika tidak digunakan supaya dimatikan.

- a. Cara memanaskan dengan cawan porselin/Erlenmeyer/gelas beker :
 - ambillah kaki tiga dan letakan kasa kawat di atasnya.
 - Letakan gelas kimia yang berisi larutan diatas kasa dan panaskan dengan lampu spiritus.
- b. 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.
2. Cara menyaring : ketika melakukan penyaringan jagalah jangan sampai saringan penuh, cairan hanya boleh sampai 1 cm di bawah pinggir kertas saring dan tepi atas kertas saring 1 cm di bawah tepi atas corong.
3. Cara mencuci endapan pada kertas saring : arahkan aliran air dari botol pencuci. Pertama-tama di sekitar pinggir atas kertas saring menyusul gerakan spiral menuju endapan dan setiap pencucian, kertas saring terisi antara separuh sampai dua pertiganya.
4. Cara melarutkan endapan :
 - ❖ Buatlah lubang kecil pada bagian bawah kertas saring dengan batang pengaduk dan endapan di semprot dengan pelarut, ditampung di gelas piala kecil atau tabung reaksi.
 - ❖ Ambil kertas saring dari corong, buka diatas gelas arloji, endapan diambil dan dilarutkan dalam gelas piala.
5. Cara pengenceran : asam kuat atau basa kuat yang mempunyai bobot lebih besar dari air, lakukan dengan cara menuangkan asam atau basa tersebut ke dalam air dan bukan sebaliknya (hati-hati dengan asam sulfat pekat).

6. 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.

B. Prinsip dalam analisis kuantitatif

Beberapa hal dibawah ini ditujukan untuk mengenalkan teknik dasar yang perlu diketahui oleh mahasiswa ketika melakukan teknik analisis kuantitatif agar dalam melaksanakan analisis kuantitatif diperoleh hasil yang benar menurut kaidah kimia.

1. Kebersihan

- ✓ Jaga agar meja dan alat yang digunakan tetap bersih. Sediakanlah serbet meja, serbet alat gelas (dibawa dari rumah).
- ✓ Sebelum digunakan, bilas semua alat gelas dengan air. Seka bagian luar dengan serbet sampai kering tetapi jangan bagian dalam (kecuali dilakukan titrasi bebas air).
- ✓ Bagian dalam bejana harus bebas minyak. Cucilah alat gelas dengan deterjen atau sabun. Bilaslah dengan air kran sampai bersih.
- ✓ Pada alat gelas berskala, bilas dengan air yang banyak secepatnya untuk mencegah alat tersebut menjadi panas ketika larutan bercampur dengan air.

2. Kerapian

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

3. Penandaan

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

4. Perencanaan

- ✓ 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.
- ✓ Jangan memanaskan sampel dengan alat gelas yang berskala karena gelasannya akan memuai dan jika kembali dingin maka volumenya belum tentu kembali dengan sempurna.

5. Penetapan dalam duplo

Lakukan penetapan paling sedikit dua kali. Jika kesesuaian hasilnya lebih dari 0,4 janganlah hasil tersebut dirata-rata. Jika digunakan volume larutan sama, pembacaan buret tidak boleh berselisih lebih dari 0,05 mL. Jika syarat- syarat ini tidak tercapai lakukan titrasi lagi sampai diperoleh selisih yang tidak lebih dari 0,5 mL.

6. Pencatatan

Hal-hal yang perlu dimasukkan dalam catatan :

- Nama, jenis, dan sifat sampel
- Tanggal analisis
- Semua data numerik, misalnya volume larutan, bobot sampel, normalitas, volume titran.
- Suhu pengeringan
- Perhitungan, hasil dan lain-lain yang berkaitan dengan pengamatan.

7. Penimbangan

- ❖ Gunakanlah sendok untuk mengambil zat yang akan ditimbang.
- ❖ Pilihlah timbangan yang sesuai dengan kapasitas zat yang akan ditimbang. Janganlah menimbang zat yang melebihi kapasitas timbangan. Catatlah hasil penimbangan.
- ❖ Pengertian “*timbang lebih kurang ...*” artinya jumlah yang harus ditimbang atau diukur tidak boleh kurang dari 90% dan tidak boleh lebih dari 110% dari jumlah yang tertera.
- ❖ Pengertian “*timbang seksama ...*” artinya kesalahan penimbangan tidak boleh lebih dari 0,1% dari jumlah yang dimaksud. Misal dengan pernyataan timbang seksama 500 mg, berarti batas kesalahan penimbangan tidak lebih dari 0,5 mg. Penimbangan seksama dapat dinyatakan dengan menambahkan angka 0 di belakang koma pada akhir bilangan yang bersangkutan. Misal dengan pernyataan timbang seksama 300,0 mg artinya bahwa penimbangan harus dilakukan dengan seksama.
- ❖ Pernyataan “*ukur dengan seksama ...*” artinya bahwa pengukuran dilakukan dengan pipet volume atau buret yang memenuhi syarat. Pengukuran seksama dapat dinyatakan dengan dengan pipet atau dengan menambahkan angka 0 di belakang koma angka yang bersangkutan. Misalnya dengan pernyataan pipet 10,0 mL, artinya adalah bahwa pengukuran harus dilakukan dengan seksama.

8. Cara menyatakan hasil

Diantara hasil yang diperoleh dari seri pengukuran adakalanya terdapat hasil yang sangat menyimpang bila dibandingkan dengan yang lain. Untuk mengetahui apakah harga itu ditolak atau diterima perlu dilakukan analisis data secara statistik

Misalnya pada penetapan kadar NaCl diperoleh harga-harga 95,72%; 95,81%; 95,83%; 95,92%; dan 96,18%. Jika diperhatikan harga 96,18% paling besar menyimpang dari hasil pengukuran yang lain, maka harga ini perlu dicurigai tidak dimasukkan. Hasil yang menyimpang ini disebut dengan *outlier*. Jadi reratanya :

$$\bar{X} = \frac{(95,72 + 95,81 + 95,83 + 95,92)}{4} = 95,82$$

X	\bar{X}	$d = (\bar{X} - X)$	d^2
95,72	95,82	-0,10	0,0100
95,81		-0,01	0,0001
95,83		+0,01	0,0001
95,92		+0,01	0,0100
		$\sum d = 0,22$	$\sum d^2 = 0,0202$

Deviasi rata-rata (\bar{d}) :

$$\bar{d} = \frac{\sum |x - \bar{x}|}{N}$$

Standar Deviasi (SD) :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (\bar{X} - X)^2}{(N - 1)}}$$

Standar Deviasi Relative (SDR)/Koefisien Variasi (CV)

$$\text{Standar Deviasi Relative/koefisien variasi} = \frac{SD}{X} \times 100\%$$

$$\bar{d} = \frac{0,22}{4} = 0,055$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0202}{3}} = 0,08$$

Selisih antara hasil yang dicurigai dengan rata-rata = 96,18 - 95,82 = 0,36

Hasil analisis (α) ditolak jika $\frac{(x_i - \bar{X})}{d} > 2,5$ (jika dipakai deviasi rata-rata)

Hasil analisis (α) ditolak jika $\frac{(x_i - \bar{X})}{SD} > 2$ (jika dipakai standar deviasi)

Pada contoh ini :

$$\frac{(Xi - \bar{X})}{d} = \frac{0,36}{0,055} = 6,54 > 2,5$$

Jadi hasil 96,18% ditolak.

Jika dihitung berdasarkan SDnya akan diperoleh hasil yang sama

$$\frac{(Xi - \bar{X})}{SD} = \frac{0,36}{0,08} = 4,5 > 2$$

Cara menyatakan hasil akhir penetapan kadar suatu bahan :

$$\text{Kadar} = \bar{X} \pm t \cdot \frac{SD}{\sqrt{n}}$$

\bar{x} = rerata

t = suatu harga yang besarnya tergantung derajat kebebasan dan taraf kepercayaan yang dipilih

n = jumlah penetapan

untuk n = 4; P = 0,095 ; t = 3,182

Jadi kadar NaCl = $95,82 \pm (3,182 \times 0,08 / \sqrt{4})\% = (95,82 \pm 0,13)\%$

9. Cara penulisan angka

Penulisan angka hasil pengukuran atau hasil analisis pada hakikatnya berkaitan dengan ketelitian alat yang digunakan. Angka penting adalah semua digit dalam suatu bilangan (diperoleh dari hasil pengukuran) yang bersifat pasti dan satu yang mengandung suatu ketidakpastian (*uncertain number*).

- ❖ Secara umum, penulisan hasil pengukuran hanya terdapat satu angka yang harganya tak tentu yaitu angka terakhir. Misalnya suatu hasil penimbangan dituliskan dengan 1,0 dan 1,0000 gr, ini berarti bahwa ketelitian timbangan yang pertama hanya sampai 0,1 gr. Jika penulisan dilakukan dengan 1,0000 gr hal ini menunjukkan bahwa penimbangan dilakukan dengan neraca yang mempunyai ketelitian 0,1 mg dan hanya angka nol yang terakhir merupakan angka tidak tentu. Hasil penimbangan ini hanya dapat diperoleh jika menggunakan neraca analitik.

Contoh lainnya ; pembacaan buret makro dengan skala terkecil 0,1 ml seharusnya dituliskan dua desimal misalnya 12,50 ml dan bukan 12,5 ml, sebab angka 5 belum pasti sehingga dapat diartikan volume titran berada antara 12,4 ml sampai 12,6 ml, padahal angka 5 yang menyatakan 0,5 ml dapat dibaca dengan pasti.

- ❖ Dalam menuliskan hasil rata-rata pembacaan buret, banyaknya desimal disesuaikan dengan banyaknya desimal pada masing-masing pembacaan.
- ❖ Banyaknya desimal hasil penjumlahan atau pengurangan sama dengan faktor penjumlahan atau pengurangan yang mengandung desimal paling sedikit. Contoh : $12,4 + 121,502 + 3,6653 = 137,5673$. Hasil akhir cukup dituliskan 137,6. Dalam hal tertentu dapat dituliskan 137,57.
- ❖ Banyaknya desimal hasil perkalian atau pembagian, sama dengan satu angka lebih

banyak daripada yang terdapat pada faktor perkalian atau pembagian yang mengandung desimal paling sedikit. Contoh : $11,32 \times 12,2 \times 0,0321 = 4,4331384$. Hasil perkalian cukup dituliskan, 4,43.

- ❖ Penulisan hasil akhir yang memerlukan pembulatan angka desimal, maka angka desimal 5 atau lebih dibulatkan ke atas sedangkan angka desimal kurang dari 5 dibulatkan ke bawah.

C. Teknik Analisis Volumetri

Teknik analisis volumetri memerlukan pengukuran dengan seksama volume larutan yang bereaksi. Alat yang lazim digunakan adalah labu takar, pipet, buret, dan gelas ukur.

1. Labu takar

Labu takar biasanya digunakan untuk pembuatan larutan dengan kadar tertentu. Caranya adalah masukkan senyawa dengan bobot tertentu yang sudah ditimbang seksama ke dalam gelas piala, kemudian larutkan dalam air atau pelarut lainnya sampai larut. Masukkan secara kuantitatif larutan ke dalam labu takar dengan bantuan batang gelas, corong dan botol pencuci dengan sebagai berikut :

- pegang gelas piala dengan tangan kanan dan tuangkan pelan-pelan melalui batang gelas yang dipegang dengan tangan kiri ke dalam corong yang ditempatkan di atas labu takar.
- Pindahkan gelas piala ke tangan kiri dengan tetap dijungkir dan dipegang di atas corong. Cuci gelas piala dan batang pengaduk dengan aliran air botol pencuci yang dipegang dengan tangan kanan. Goyangkan labu takar untuk mencampur isinya sampai larut semua, dan tambahkan pelarut hingga tanda

2. Pipet

Pipet ada dua jenis yaitu :

- 1) Pipet volume : pipet yang digunakan untuk pengambilan sejumlah volume tertentu secara tepat yang ukurannya seperti tertera pada kapasitas pipet. Pipet jenis ini ditandai dengan bagian tengahnya yang menggelembung.
- 2) Pipet ukur : pipet yang ada garis-garis skala yang menyatakan banyaknya volume terukur. Pengukuran volume dengan pipet ukur berkisar dari sepersepuluh hingga ke batas kapasitas volumenya. Titik nolnya terletak di sebelah atas, sedangkan paling bawah menunjukkan volume kapasitasnya. Terkadang garis bawahnya tidak ada, artinya volume terukur harus tertuang seluruhnya.

Cara menggunakan pipet :

- ❖ Sebelum digunakan pipet dicuci dengan air dengan cara menghisapnya menggunakan bola penghisap, lalu dikeluarkan lagi. Tetes cairan yang menempel diujung dihilangkan dengan menempelkan ujung pipet di kertas saring. Bagian luar dikeringkan juga agar tidak menambah encernya larutan.
- ❖ Pembilasan dilakukan 2-3 kali dengan larutan yang akan dipipet. Cairan bilasan dibuang.
- ❖ Cairan yang akan dihisap dari lubang atas sehingga cairan naik ke atas sampai tanda. Lubang atas ditutup dengan jari telunjuk, pipet diangkat dari tempat cairan, bagian luar

diseka dengan kertas saring atau serbet.

- ❖ Pipet dipegang tegak berdiri, mata sejajar garis tanda, jari telunjuk dikendorkan yang menutup lubang atas sehingga cairan dalam pipet akan turun sampai meniscus terletak pada garis tanda dan rapatkan lagi jari telunjuk yang menutup lubang. Kenakan ujung pipet pada bagian luar gelas agar menghilangkan tetesan yang ada pada ujung pipet.
 - ❖ Masukkan pipet kedalam labu penerima, alirkan ujung pipet menyentuh dinding bejana dengan membentuk sudut 80°. Perhatikan bahwa pipet jangan dicelupkan ke dalam larutan yang telah dipindahkan. Tahan 5 detik lalu pipet diangkat jika cairan telah keluar semua.
 - ❖ Sedikit cairan pada ujung pipet jangan dimasukkan kembali ke dalam cairan penerima, sebab adanya sedikit cairan itu sudah diperhitungkan dalam penentuan pipet tersebut.
3. Buret : ada dua macam buret dengan kran dan buret dengan karet penjepit (buret mohr) biasanya digunakan untuk pembakuan natrium hidroksida.
- ❖ Periksa apakah karet buret sudah diolesi dengan pelicin (valesin atau silicon grease) sebelum digunakan. Bilas dua kali dengan sedikit larutan yang akan diisikan. Lebih kurang 5 mL setiap pengambilan biarkan buret tuntas dahulu sebelum dibilas untuk kedua kali.
 - ❖ Pemilihan buret : lakukan titrasi orientasi terlebih dahulu menggunakan buret kapasitas 50 mL. Untuk titrasi replikasi selanjutnya buret harus berdasarkan ketentuan volume terukur yang teliti adalah sebanyak 20-80% dari kapasitas buret. Jadi jika hasil dari orientasi didapat volume titrasi 10,0 mL maka titrasi selanjutnya menggunakan buret kapasitas 25,0 mL.
 - ❖ Masukkan zat kimia yang akan digunakan ke dalam buret dengan menggunakan corong hingga sedikit di atas tanda 0.
 - ❖ Bukalah kran atau bagian penjepit agar semua ujungnya terisi dan gelembung udara terdesak keluar, sementara mata sejajar dengan titik nol. Cairan dikeluarkan hati-hati sampai meniscus terletak tepat pada tanda nol. Hilangkan tetesan pada ujung buret dengan menyentuh pada bagian luar gelas. Setelah lapisan tipis
 - ❖ Cara titrasi : zat yang akan dititrasi disebut titrat (ditampung dalam erlenmeyer), sedangkan larutan yang digunakan untuk titrasi disebut titran (dimasukkan ke dalam buret).
 - ❖ Pembacaan : Mata harus sejajar dengan meniscus, gunakan meniscus bawah untuk menentukan volume titrasi. Jangan lupa perhatikan skala buret karena masing-masing kapasitas buret memiliki skala yang berbeda. Untuk mempertajam pembacaan dapat digunakan karton hitam putih sebagai latar belakang di balik meniscus. Tempatkan sisi yang hitam ± 1 mm di bawah meniscus, dengan demikian bagian bawah meniscus menjadi gelap dan berlatar belakang gelap dan terhadap latar belakang yang putih menjadi nampak jelas sehingga meniscus cairan dapat terbaca dengan teliti. Baca sampai 1/10 skala terkecil.
4. Gelas ukur
- Gelas ukur ada yang bertutup dan tidak. Gelas ukur yang bertutup digunakan untuk

mengukur cairan yang beruap, misalnya asam klorida pekat. Gelas ukur hanya digunakan untuk mengukur volume secara kasar (tidak memerlukan ketelitian yang tinggi). Jangan menggunakan gelas ukur untuk mengukur volume yang seksama.

PERCOBAAN I. MATERIAL SAFETY DATA SHEET (MSDS)

A. TUJUAN

1. Mahasiswa mengenal dan menggunakan MSDS
2. Mahasiswa mampu mencari dan menyiapkan MSDS dari sumber yang terpercaya

B. DASAR TEORI

Lembar Data Keselamatan Bahan atau Material Safety Data Sheet (MSDS) adalah merupakan kumpulan data keselamatan dan petunjuk dalam penggunaan bahan-bahan kimia berbahaya. Pembuatan MSDS dimaksudkan sebagai informasi acuan bagi para pekerja dan supervisor yang menangani langsung dan mengelola bahan kimia berbahaya dalam industri maupun laboratorium kimia. Informasi tersebut diharapkan berguna untuk menumbuhkan naluri atau sikap untuk mencegah, menghindari dan mampu menanggulangi kecelakaan kimia yang mungkin terjadi, serta sikap kehati-hatian dalam menangani bahan kimia berbahaya.

Lembar Data Keselamatan Bahan memuat informasi tentang sifat fisik bahan dan juga sifat kimianya. Sifat fisik bahan misalnya: titik leleh, titik didih, titik nyala. Sifat kimia bahan meliputi kereaktifan dan toksisitas. Selain itu MSDS juga memuat mengenai efek bahan terhadap kesehatan, cara penyimpanan, cara pembuangan, cara perawatan alat, serta prosedur pertolongan pertama jika terjadi kecelakaan atau kebocoran pada penggunaan bahan-bahan kimia. Panjang dari MSDS bervariasi, tergantung pada format, isi dan ukuran hurufnya.

Orang-orang yang membutuhkan MSDS antara lain:

1. Pekerja yang mempunyai resiko tinggi terhadap paparan atau penggunaan bahan-bahan kimia berbahaya.
2. Pekerja yang membutuhkan informasi tentang penyimpanan bahan-bahan kimia
3. Para petugas keamanan yang berhubungan dengan bahan-bahan kimia, misalnya: petugas pemadam kebakaran, tim material berbahaya pada industri, dan paramedis yang menangani kecelakaan.

MSDS tidak terlalu penting bagi para konsumen produk-produk kimia, yang hanya menggunakan bahan-bahan kimia pada waktu tertentu saja. Seseorang yang menggunakan produk cat sekali dalam setahun tidak perlu tahu tentang MSDS, tetapi para pekerja pada pabrik cat yang terpapar dengan bahan-bahan pembuat cat selama kurang lebih 40 jam per minggu sangat penting mengetahui tentang MSDS, begitu juga dengan para laboran yang setiap hari berhubungan dengan bahan-bahan kimia.

BAHAN KIMIA

Sebelum mulai bekerja di laboratorium kimia maka pengetahuan tentang jenis-jenis bahan kimia harus dikuasai. Sifat – sifat bahan kimia bisa diketahui dari Material Safety Data Sheet (MSDS). Bahan-bahan kimia memiliki sifat yang beragam dari yang bersifat mudah terbakar, beracun, mengiritasi, korosif, dan dapat merusak lingkungan.

Bahan kimia dibedakan menjadi 3 jenis :

1. padat
2. cair
3. gas

Bahan berdasarkan kualitas

1. teknis
2. special grade : pro analyses (p.a)

3. special grade : material references (bahan pembanding)

BEKERJA DENGAN BAHAN KIMIA

Hal-hal yang harus diperhatikan bila bekerja dengan bahan kimia :

- Hindari kontak langsung dengan bahan kimia
- Hindari menghirup langsung uap bahan kimia
- Jangan mencicipi atau mencium bahan kimia kecuali ada perintah khusus (cukup dengan mengkibaskan kearah hidung)
- Hati-hati kontak dengan bahan kimia karena dapat bereaksi langsung dengan kulit menimbulkan iritasi (pedih dan gatal)

1. Pemindahan dan pengambilan bahan kimia

Untuk memindahkan atau mengambil bahan kimia perlu diperhatikan hal-hal berikut ini :

- a. Baca label bahan dengan seksama untuk menghindari kesalahan pengambilan bahan karena ada beberapa bahan yang mempunyai nama hampir sama misalnya antara asam sitrat dan asam nitrat.
- b. Pindahkan sesuai jumlah yang diperlukan
- c. Bila ada sisa bahan saat pengambilan, jangan dikembalikan ke dalam wadahnya kembali karena bisa mengkontaminasi.

Bahan kimia dapat berupa bahan padat maupun cair, sehingga penanganan kedua bahan tersebut akan berbeda. Pada saat pengambilan bahan kimia perlu diperhatikan hal- hal berikut ini :

- a. Bahan cair :
 - 1) Tutup botol dibuka dengan cara dipegang dengan jari tangan dan sekaligus telapak tangan memegang botol tersebut, gunakan satu tangan. Tutup botol jangan diletakkan di atas meja karena kotoran diatas meja bisa mengotori tutup botol sehingga dapat mencemari bahan kimia.
 - 2) Dengan satu tangan yang lain ambil bahan sesuai kebutuhan, gunakan alat yang memudahkan pekerjaan seperti pipet volume.
 - 3) Pindahkan cairan menggunakan bantuan batang pengaduk untuk menghindari percikan.
- b. Bahan padat :
 - 1) Gunakan sendok sungu atau alat lain yang sesuai, bukan berasal dari logam.
 - 2) Ambil secukupnya sesuai kebutuhan. Jangan mengeluarkan bahan kimia secara berlebihan.
 - 3) Satu sendok untuk satu bahan, jangan mencampurkan sendok untuk mengambil aneka bahan.

2. Pemanasan bahan kimia

Pada saat bekerja di laboratorium kimia sering kali dilakukan pemanasan bahan. Pemanasan bisa dilakukan dengan tabung reaksi atau alat gelas kimia lain. Apabila melakukan pemanasan harus diperhatikan hal-hal berikut ini :

- a. Tabung reaksi
 - 1) Isi tabung reaksi sebagian saja, sekitar sepertiganya.
 - 2) Api pemanas terletak pada bagian bawah larutan.
 - 3) Goyangkan tabung reaksi agar pemanasan merata. Arah mulut tabung reaksi pada tempat yang kosong agar percikannya tidak mengenai orang lain.
- b. Gelas kimia
 - 1) Gunakan kaki tiga sebagai penopang gelas kimia tersebut.
 - 2) Letakkan batang gelas atau batu didih pada gelas kimia untuk menghindari pemanasan mendadak.
 - 3) Jika gelas kimia tersebut berfungsi sebagai penangas air, isikan air seperempatnya saja

supaya tidak tumpah.

LAMBANG BAHAN KIMIA

Demi keselamatan kerja di laboratorium perlu dipahami simbol yang menyertai setiap bahan kimia yang terdapat pada wadahnya. Simbol – simbol tersebut diperlukan untuk mengetahui sifat bahan sehingga memudahkan penanganannya. Berikut ini beberapa simbol yang umum kita jumpai pada wadah bahan kimia :



Nama : Flammable (mudah terbakar)

Lambang : F

simbol untuk bahan kimia yang mempunyai titik nyala rendah, mudah terbakar dengan api bunsen, permukaan metal panas atau loncatan bunga api.

Penanganan : Jauhkan dari benda-benda yang berpotensi mengeluarkan api.

Contoh : Minyak terpentin.



Nama : Toxic (beracun)

Lambang : T

Bahan yang bersifat beracun yang dapat menyebabkan kematian atau sakit yang serius bila terhirup, tertelan, atau terabsorpsi melalui kulit.

Penanganan : Jangan ditelan dan jangan dihirup, hindari kontak langsung dengan kulit.

Contoh : Metanol, Benzena.



Nama : harmful (berbahaya)

Lambang : Xn

Bahan yang dapat menyebabkan gangguan kesehatan apabila terhirup, tertelan, atau kontak dengan kulit.

Penanganan : Jangan dihirup, jangan ditelan dan hindari kontak langsung dengan kulit.

Contoh : Etilen glikol, Diklorometan.



Nama : explosive (mudah meledak)

Lambang : E

Bahan kimia yang mudah meledak dengan adanya panas atau percikan bunga api, gesekan atau benturan.

Penanganan : Hindari pukulan/benturan, gesekan, pemanasan, api dan sumber nyala lain bahkan tanpa oksigen atmosferik.

Contoh : $KClO_3$, NH_4NO_3 , Trinitro Toluena (TNT).



Nama : irritant (mudah mengiritasi)

Lambang : I

Bahan yang dapat menyebabkan gatal-gatal, iritasi atau kulit terbakar.

Penanganan : hindarkan kontak langsung dengan kulit

Contoh : $NaOH$, C_6H_5OH , Cl_2



Nama : Corrosive (korosif)

Lambang : C

Produk ini dapat merusak jaringan hidup, menyebabkan iritasi pada kulit, gatal-gatal bahkan dapat menyebabkan kulit mengelupas.

Penanganan : Jangan sampai terpercik pada Mata Contoh : HCl , H_2SO_4 , $NaOH (>2\%)$



Nama : Oxidizing (pengoksidasi)

Lambang : O

Bahan kimia bersifat pengoksidasi, dapat menyebabkan kebakaran dengan menghasilkan panas saat kontak dengan bahan organik dan bahan pereduksi.

Penanganan : Hindarkan dari panas dan reduktor. Contoh :
H₂O₂, KClO₄



Nama : Dangerous For the Environment (berbahaya bagi lingkungan)

Lambang : N

Bahan kimia yang berbahaya bagi lingkungan yang dapat menyebabkan kerusakan ekosistem.

Penanganan : Hindari kontak atau bercampur dengan lingkungan yang dapat membahayakan makhluk hidup.

Contoh : Tributyl timah klorida, Tetraklorometan, Petroleum bensin

C. ALAT DAN BAHAN

1. Lembar MSDS
2. Kertas dan bollpoint
3. Kamus/sejenisnya
4. Komputer/laptop

D. PROSEDUR KERJA

1. Di laboratorium, cermati dan buat daftar tentang zat-zat kimia berbahaya yang tersedia,
2. Lakukan identifikasi produk berdasarkan daftar tersebut dan carilah MSDSnya,
3. Terjemahkan dan tuliskan bahaya yang mungkin ditimbulkan oleh zat kimia tersebut,
4. Tuliskan garis besar penanganan dan penyimpanan produk,
5. Identifikasi cara pengendalian terhadap paparan dan alat pelindung yang dapat digunakan,
6. Tuliskan langkah-langkah yang harus dilakukan jika terjadi paparan.
7. Presentasikan dan dokumentasikan hasil kerja

E. HASIL KERJA DENGAN CONTOH FORMAT MSDS DALAM BAHASA INDONESIA

1. Identifikasi Senyawa (Tunggal dan Campuran)
2. Identifikasi Bahaya
3. Tindakan pertolongan pertama
4. Tindakan Pemadaman Kebakaran
5. Tindakan Penanggulangan jika terjadi Kebocoran
6. Penanganan dan Penyimpanan
7. Kontrol Paparan/Perlindungan Diri
8. Sifat Fisika dan Kimia
9. Stabilitas dan Reaktifitas
10. Informasi Toksikologi
11. Informasi Ekologi
12. Pertimbangan Pembuangan/Pemusnahan, Informasi Transportasi dan lainnya.

PERCOBAAN II. PEMBUATAN LARUTAN

A. TUJUAN :

1. Mahasiswa mampu mengetahui cara penggunaan alat dan bahan
2. Mahasiswa terampil membuat larutan dari padatan dan dari larutan yang pekat
3. Mahasiswa mampu menentukan konsentrasi larutan dengan beberapa satuan
4. Mahasiswa mengetahui cara penentuan sifat pelarutan suatu senyawa.
5. Mahasiswa mampu membuat larutan kimia sesuai dengan prosedur dan cara pembuatannya.

B. DASAR TEORI

Reaksi kimia di alam dan di laboratorium kebanyakan berlangsung tidak dalam bentuk senyawa murni melainkan dalam bentuk larutan. Pada percobaan ini. Saudara akan membuat larutan dari larutan pekat (dengan pengenceran) dan padatan murni. Larutan yang akan anda buat harus bisa dinyatakan konsentrasinya dengan beberapa satuan. Saudara juga akan menentukan konsentrasi suatu larutan yang belum diketahui melalui titrasi dengan larutan baku yang sudah diketahui konsentrasinya.

Larutan adalah campuran homogen dimana setiap bagian dari larutan mempunyai komposisi yang sama. Larutan terdiri dari zat terlarut (solute) yang berada dalam jumlah yang lebih kecil dan pelarut (solvent) dalam jumlah yang lebih banyak. Larutan dibagi atas larutan gas, larutan cair (gas dalam cair, cair dalam cair dan padat dalam cair) dan larutan padat. Untuk larutan padat dalam cair, proses pelarutan dapat terjadi jika gaya tarikan antara molekul padatan dan cairan dapat mengimbangi gaya tarikan antar molekul padatan dan antar molekul cairan. Selama pelarutan molekul padatan ditarik keluar dari kristalnya oleh molekul cairan.

Kental atau encernya suatu larutan ditentukan oleh konsentrasi larutan tersebut. Konsentrasi suatu larutan adalah perbandingan jumlah zat terlarut dengan jumlah pelarut. Ada beberapa cara untuk menyatakan konsentrasi suatu larutan yaitu dengan molaritas (M), normalitas (N), molalitas (m), persen (%) berat atau volume, fraksimol, ppm dan ppb.

- a. Molaritas (M): menyatakan jumlah mol zat terlarut yang terdapat dalam satu liter larutan.

$$M = \text{mol zat terlarut} / \text{1L larutan}$$

Contoh:

Larutan HCl 0,6 M artinya terdapat 0,6 mol HCl dalam setiap liter larutan HCl. Larutan dapat dibuat dengan cara melarutkan 0,6 mol HCl dalam air sampai volume menjadi 1 liter.

- b. Normalitas (N): menyatakan jumlah molekivalen zat terlarut yang terdapat dalam satu liter larutan.

$$N = \text{mol ekivalen zat terlarut} / 1 \text{ L larutan}$$

Contoh:

Larutan 0,5 N KMnO_4 adalah larutan yang mengandung 0,5 mol ekivalen KMnO_4 dalam tiap liter larutan. Jumlah mol ekivalen tergantung pada suasana reaksi atau lebih tepatnya tergantung pada jumlah elektron yang ditransfer dalam proses pelarutan.

- c. Molalitas (m): menyatakan jumlah mol zat terlarut yang terdapat dalam 1000 g (1 Kg) pelarut.

$$m = \text{mol zat terlarut} / 1 \text{ Kg larutan}$$

Contoh:

Larutan NaOH 0,6 m adalah larutan yang mengandung 0,6 mol NaOH dalam satu Kg pelarut. Larutan dibuat dengan menambahkan 0,6 mol NaOH kedalam 1000 g air.

- d. Persen berat (%b/b): menyatakan jumlah gram zat terlarut dalam 100 g larutan.

Contoh:

Larutan NaOH 5%, artinya terdapat 5 gram NaOH dalam 100 gram larutan, dengan kata lain 5 gram NaOH, 95 gram air.

- e. Persen volume (%v/v): menyatakan jumlah mL zat terlarut dalam 100 mL larutan.

Contoh:

Larutan alkohol 70% adalah larutan yang mengandung 70 mL alkohol dalam 100 mL larutan (70 mL alcohol dengan 30 mL air).

Larutan dibuat dengan menambahkan 70 mL alkohol kedalam air sampai volumenya 100 mL (30 mL air).

- f. Persen berat per volume (% b/v): menyatakan jumlah gram zat terlarut dalam 100 mL larutan.

Contoh:

Larutan gula 10% adalah larutan yang mengandung 10 gram gula dalam 100 mL larutan.

Larutan dibuat dengan melarutkan 10 gram gula kedalam air sampai volumenya 100 mL.

Larutan ideal akan terjadi bila gaya antar molekul sejenis maupun bukan sejenis kurang lebih sama kuat. Bila gaya antar molekul yang tidak sejenis lebih besar dari gaya antar molekul sejenis maka terbentuk larutan non ideal dan proses pelarutan bersifat eksotern ($\Delta H < 0$) dan bila

sebaliknya maka bersifat endoterm ($\Delta H > 0$). Hal ini menunjukkan pada pembuatan larutan, sering kali melibatkan kalor, baik diserap atau dilepas. Pada percobaan ini pula, saudara akan mengamati kalor yang terlibat dalam proses pelarutan, yaitu dilepas atau diserap.

Apabila dari larutan yang lebih pekat, sesuaikan satuan konsentrasi larutan yang diketahui dengan satuan yang diinginkan. Jumlah zat terlarut sebelum dan sesudah pengenceran adalah sama, memenuhi persamaan :

$$V_1 M_1 = V_2 M_2$$

$$V_1 N_1 = V_2 N_2$$

V_1 = Volume atau massa larutan sebelum dilarutkan

M_1 = Konsentrasi larutan sebelum diencerkan

N_1 = Normalitas larutan sebelum diencerkan

V_2 = Volume atau massa larutan setelah diencerkan

M_2 = Konsentrasi larutan sebelum diencerkan

N_2 = Normalitas larutan sebelum diencerkan

C. ALAT dan BAHAN

Alat

- Set peralatan gelas kimia
- Neraca/timbangan
- Botol timbang/kertas untuk menimbang
- Sendok stainless steel,

Bahan

- Pertemuan Selanjutnya

D. PROSEDUR PERCOBAAN

Persiapkanlah larutan larutan yang akan digunakan pada percobaan mendatang

PERCOBAAN III. IDENTIFIKASI ANION DAN KATION

A. TUJUAN :

1. Mahasiswa mengenal reaksi-reaksi identifikasi kation-kation dan anion-anion zat anorganik.
2. Mahasiswa dapat menjelaskan perubahan-perubahan yang terjadi dalam setiap reaksi identifikasi kation dan anion.
3. Mahasiswa dapat menuliskan persamaan-persamaan reaksi yang terjadi.

B. PETUNJUK UMUM

1. Untuk setiap reaksi pengujian, gunakanlah masing-masing paling banyak 0.5 mL larutan yang mengandung kation/anion yang akan diteliti.
2. Gunakan pereaksi sesuai dengan keperluan (jangan terlalu banyak).
3. Pengamatan meliputi perubahan warna, pembentukan endapan/ kekeruhan, pelarutan kembali dan yang lain, catatlah semua pengamatan dalam kolom yang tersedia.
4. Carilah reaksi-reaksi kimia yang diramalkan akan terjadi sebelum pengerjaan dimulai dengan melihat dari buku Vogel Kualitatif dan yang lain.
5. Reaksi-reaksi kimia yang dituliskan dalam laporan resmi dalam bentuk reaksi ion.

C. REAKSI IDENTIFIKASI KATION

Cara kerja	Reaksi Ion	Pengamatan
<p>Kation Golongan I Argentium (Ag^+)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Larutan $AgNO_3$ + Larutan HCl Endapan yang terbentuk dibagi empat, <ol style="list-style-type: none"> a. Endapan dikenakan sinar matahari b. Endapan + air panas c. Endapan + NH_4OH, hasilnya + HNO_3 encer d. Endapan + KCN berlebihan 2. Larutan $AgNO_3$ + KI Endapan yang terbentuk dibagi tiga, <ol style="list-style-type: none"> a. Endapan + air panas b. Endapan + larutan KI berlebihan c. Endapan + larutan KCN berlebihan 3. Larutan $AgNO_3$ + lar. NaOH. Endapan setelah dipisahkan dari filtratnya lalu ditambah larutan NaOH berlebihan. 4. Larutan $AgNO_3$ + lar. K_2CrO_4 		

Cara kerja	Reaksi Ion	Pengamatan
<p>Endapan yang terbentuk dibagi dua,</p> <ol style="list-style-type: none"> a. Endapan + lar CH_3COOH b. Endapan + larutan HNO_3 <p>5. Larutan AgNO_3 + larutan Na_3PO_4 sekunder.</p> <p>Merkuro (Hg_2^{2+})</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Larutan $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ + lar HNO_3 <p>Endapan yang terbentuk dibagi dua,</p> <ol style="list-style-type: none"> a. Endapan + air panas b. Endapan + larutan NH_4OH <ol style="list-style-type: none"> 2. Larutan $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ + larutan K_2CrO_4 3. Larutan $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ + larutan KI <p>Endapan yang terbentuk dibagi dua,</p> <ol style="list-style-type: none"> a. Endapan + air panas b. Endapan + larutan KI berlebihan <ol style="list-style-type: none"> 4. Larutan $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ + larutan NaOH, lalu tambahkan NaOH berlebihan 5. Larutan $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ + NH_3 <p>Timah Hitam (Pb^{2+})</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Larutan PbNO_3 + larutan HCl <p>Endapan yang terbentuk dibagi tiga,</p> <ol style="list-style-type: none"> a. Endapan + air panas, kemudian didinginkan b. Endapan + HCl pekat c. Endapan + larutan $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ <ol style="list-style-type: none"> 2. Larutan $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ + Lar KI <p>Endapan yang terbentuk dibagi dua,</p> <ol style="list-style-type: none"> a. Endapan + air panas setelah itu didinginkan b. Endapan + larutan KI berlebihan <ol style="list-style-type: none"> 3. Larutan $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ + larutan NaOH bertetes-tetes, kemudian berlebihan. 4. Larutan $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ + larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$ 5. Larutan $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ + H_2SO_4 encer <p>Kation Golongan II</p> <p>Bismuth (Bi^{3+})</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Larutan $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ + larutan KI bertetes-tetes. <p>Endapan yang terbentuk dibagi dua,</p>		

Cara kerja	Reaksi Ion	Pengamatan
<ol style="list-style-type: none"> a. Endapan + larutan KI berlebihan b. Endapan + air lalu dipanaskan <ol style="list-style-type: none"> 2. Larutan $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ + larutan NaOH bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. 3. Larutan $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ + larutan NH_4OH bertetes tetes, kemudian berlebihan. 		
<p>Merkuri (Hg^{2+})</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ + larutan KI bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. 2. Larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ + larutan NaOH bertetes tetes, kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. 3. Larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ + larutan NH_4OH. 4. Larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ + SnCl_2 bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. 		
<p>Kadmium (Cd^{2+})</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Larutan CdSO_4 + larutan NaOH bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. 2. Larutan CdSO_4 + NH_4OH bertetes tetes, kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. 3. Larutan CdSO_4 + larutan KCN bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. 		
<p>Tembaga (Cu^{2+})</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Larutan CuSO_4 + larutan NaOH bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. 2. Larutan CuSO_4 + NH_4OH bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. 3. Larutan CuSO_4 + $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ 4. Larutan CuSO_4 + larutan KCN bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. 5. Larutan CuSO_4 + larutan KI. 		

Cara kerja	Reaksi Ion	Pengamatan
<p>Timah Putih (Sn²⁺)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan SnCl₂ + larutan KOH bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. Larutan SnCl₂ + larutan HgCl₂. <p>Kation Golongan III</p> <p>Ferro (Fe²⁺)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan FeSO₄ + larutan NaOH Larutan FeSO₄ + K₄Fe(CN)₆ Larutan FeSO₄ + larutan KI bertetes tetes, kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. <p>Ferri (Fe³⁺)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan FeCl₃ + larutan NaOH Larutan FeCl₃ + lar K₄Fe(CN)₆ Larutan FeCl₃ + larutan KSCN <p>Aluminium (Al³⁺)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan Al₂(SO₄)₃ + larutan NaOH bertetes tetes, kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. Larutan Al₂(SO₄)₃ + larutan Na₂CO₃ bertetes tetes, kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. <p>Nikel (Ni²⁺)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan NiSO₄ + larutan KCN bertetes tetes, kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. Larutan NiSO₄ + larutan NaOH bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. Larutan NiSO₄ + NH₄OH selanjutnya + larutan dimetil gliok-sim. <p>Kobalt (Co²⁺)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan Co(NO₃)₂ + larutan KCN bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. Larutan Co(NO₃)₂ + larutan NaOH, perhatikan perubahan warna endapan. <p>Seng (Zn²⁺)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan ZnSO₄ + lar K₄Fe(CN)₆ Larutan ZnSO₄ + larutan NaOH bertetes tetes kemudian dilanjutkan sampai berlebihan. 		

Cara kerja	Reaksi Ion	Pengamatan
<p>3. Larutan ZnSO₄ + larutan NH₃ bertetes tetes, kemudian dilanjutkan sampai berlebihan.</p> <p>Kation Golongan IV</p> <p>Barium (Ba²⁺)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan BaCl₂ + lar K₂Cr₂O₄ Larutan BaCl₂ + lar Na₂CO₃ Larutan BaCl₂ + lar (NH₄)₂C₂O₄ Larutan BaCl₂ + larutan H₂SO₄ encer <p>Kalsium (Ca²⁺)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan CaCl₂ + lar K₂Cr₂O₄ Larutan CaCl₂ + H₂SO₄ encer Larutan CaCl₂ + lar (NH₄)₂C₂O₄ Larutan CaCl₂ + lar K₄Fe(CN)₆ 		

D. REAKSI IDENTIFIKASI ANION

Cara kerja	Reaksi Ion	Pengamatan
<p>Karbonat (CO₃²⁻)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan Na. Karbonat + larutan HCl. Gas yang terjadi dikenai batang pengaduk yang dibasahi larutan Barium Hidroksida. Larutan Na. Karbonat + larutan AgNO₃. Endapan yang terjadi dibagi dua : <ol style="list-style-type: none"> Endapan + larutan Asam Nitrat Endapan + Amonia <p>Sulfat (SO₄²⁻)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan Na. Sulfat + larutan Barium Sulfat Endapan + larutan Asam Nitrat encer Larutan Na. Sulfat + larutan Pb(II) Asetat Endapan + larutan Amonium Asetat <p>Tiosulfat (S₂O₃²⁻)</p> <ol style="list-style-type: none"> Larutan Na. Tiosulfat + larutan Iodium Larutan Na Tiosulfat + larutan Asam Klorida, kemudian dipanas-kan, gas yang terbentuk dikenai kertas saring yang dibasahi larutan Kalium Bi-kromat. 		

Cara kerja	Reaksi Ion	Pengamatan
<p>Nitrat (NO₃⁻) 1. Larutan 1 mL Na Nitrat + 1 mL Fe(II) sulfat, kemudian alirkan Asam Sulfat pekat melalui din-ding tabung, amati batas antara 2 lapisan.</p> <p>Nitrit (NO₂⁻) 1. Larutan Na Nitrit + larutan Asam Asetat sampai larutan bersifat asam. Tambahkan berturut-turut KI dan Amilum.</p> <p>Klorida (Cl⁻) 1. Larutan Na Klorida + larutan Perak Nitrat . Endapan + Amonia, kemudian ditambah Asam Nitrat.</p> <p>Bromida (Br⁻) 1. Larutan Na Bromida + larutan Perak Nitrat Endapan yang terjadi dibagi 2 : a. Endapan + Amonia pekat b. Endapan + larutan Natrium Tiosulfat</p> <p>Iodida (I⁻) 1. Larutan Kalium Iodida + Larutan Perak Nitrat Endapan yang terjadi dibagi 2 : a. Endapan + Amonia pekat b. Endapan + larutan Kalium Sianida</p> <p>Pospat (PO₄³⁻) 1. Larutan Kalium Pospat + bebe-rapa tetes Asam Nitrat pekat dan Amonium Molibdat beberapa mL. Apabila tidak terjadi perubahan panaskan.</p> <p>Iodat (IO₃⁻) 1. Larutan Kalium Iodat + larutan Besi (II) Sulfat dan Asam Sulfat pekat.</p> <p>Asetat (CH₃COO⁻) 1. Larutan Kalium Asetat + Kalium Hidrogen Sulfat padat digerus. Amati baunya.</p>		

Cara kerja	Reaksi Ion	Pengamatan
Oksalat ($C_2O_4^{2-}$) 1. Larutan Na Oksalat + larutan Asam Asetat 2 M + larutan Kal-sium Klorida.		

Cara pemisahan kation-kation dalam golongan-golongan, tersaji pada Lampiran.

PERCOBAAN IV. IDENTIFIKASI OBAT GOLONGAN ASAM

A. TUJUAN :

1. Mengidentifikasi golongan senyawa asam
2. Mengidentifikasi secara spesifik asam sitrat
3. Mengidentifikasi secara spesifik asam tartrat
4. Mengidentifikasi secara spesifik asam salisilat
5. Mengidentifikasi secara spesifik asam benzoat

B. DASAR TEORI

Asam secara umum merupakan senyawa kimia yang bila dilarutkan dalam air akan menghasilkan larutan dengan pH lebih kecil dari 7. Dalam defenisi modern, asam adalah suatu zat yang dapat member proton (ion H^+) kepada zat lain yang disebut basa atau dapat menerima pasangan elektron bebas dari suatu basa. Suatu asam bereaksi dengan suatu basa dalam reaksi penetralan untuk membentuk garam. Contoh asam adalah asam asetat, asam borat, asam salisilat, asam benzoate dan lain sebagainya.

Asam asetat atau asam cuka adalah senyawa kimia asam organic yang dikenal sebagai pemberi rasa asam dan aroma dalam makanan. Asam asetat murni disebut asam asetat glasial adalah cairan higroskopis tak berwarna, dan memiliki titik beku $16,70^{\circ}C$. Asam asetat merupakan pereaksi kimia dan bahan baku industry yang penting. Asam asetat digunakan dalam produksi polimer seperti polietilena tereftalat, glukosa asetat dan polivinal asetat).

Asam borat merupakan asam organik lemah yang sering digunakan sebagai antiseptik, dan dapat dibuat dengan menambahkan asam sulfat atau asam klorida pada boraks. Dimana boraks adalah senyawa kimia natrium tetraborat ($Na_2B_4O_7$), berbentuk padat jika dilarutkan dalam air akan menjadi natrium hidroksida. Boraks ataupun asam borat memiliki khasiat antiseptika. Pemakaiannya dalam obat-obatan seperti bedak, salep, dan lain-lain.

Asam salisilat merupakan turunan dari senyawa aldehid. Senyawa ini juga biasa disebut o-hidroksibenzaldehid, o-formilfenol, atau 2-formilfenol. Senyawa ini stabil, mudah terbakar dan tidak cocok dengan basa kuat, pereduksi kuat, asam kuat, dan pengoksidasi kuat.

Gugus fungsional yang paling sering dijumpai yang mampu memberikan keasaman pada molekul obat adalah gugus karboksilat. Senyawa asam karboksilat mampu melepaskan proton (H^+) menjadi anion sisa asam. Oleh karena itu identifikasi senyawa asam ini umumnya dilakukan dengan mengidentifikasinya dalam bentuk anion organik

Dalam pemeriksaan golongan asam ini, uji pendahuluan pendukung adalah rasanya yang sangat asam. Beberapa senyawa lain yang merubah lakmus biru menjadi merah adalah garam hidroklorida dari golongan senyawa alkaloid (misalnya efedrin hidroklorida, tiamin hidroklorida, dan lain-lain), tetapi pada uji pendahuluan golongan senyawa ini rasanya yang pahit (tidak asam).

C. ALAT dan BAHAN

Alat:

- ❖ Tabung reaksi
- ❖ Plat tetes
- ❖ Pipet
- ❖ Penjepit tabung (gegep)
- ❖ Bunsen/lampu spiritus
- ❖ Cawan porselin
- ❖ Gelas kimia

Bahan:

- ❖ Asam sitrat
- ❖ Asam tartrat
- ❖ Asam salisilat
- ❖ Asam benzoat
- ❖ Besi (III) klorida
- ❖ asam sulfat
- ❖ Kalium bromida
- ❖ Resorsin
- ❖ amonia
- ❖ Etanol
- ❖ air

D. PROSEDUR PERCOBAAN

1. Uji pendahuluan

➤ Organoleptik

Lakukan pengamatan terhadap bentuk, warna, bau dan rasa masing-masing sampel obat yang diidentifikasi (As1, As2, As3, dan As4). Pengamatan bentuk obat pada umumnya berupa serbuk hablur halus dan berwarna putih. Pengamatan bau dilakukan dengan indera penciuman (tidak berbau atau berbau spesifik), pengamatan rasa dilakukan dengan indera pengecap (tidak berasa, agak pahit atau pahit).

➤ Uji kelarutan

- 1) Siapkan 2 buah tabung reaksi
- 2) Masukkan ± 50 mg zat uji As1 ke dalam masing-masing tabung reaksi tersebut
- 3) Ukur 1 ml aquades, masukkan kedalam tabung pertama. Kocok dan amati kelarutannya. Jika tidak larut, panaskan diatas api langsung dan amati kelarutannya.
- 4) Ukur 1 ml etanol, masukkan ke dalam tabung reaksi ke dua. Kocok dan amati kelarutannya.
- 5) Catat hasil uji kelarutan ini pada tabel pengamatan.
- 6) Dengan cara yang sama lakukan pada zat uji As2, As3, dan As4. Untuk memudahkan pekerjaan anda, lebih baik menyiapkan 8 tabung reaksi sekaligus lalu amati kelarutannya masing-masing.

➤ Uji keasaman

- 1) Sepotong kecil kertas lakmus merah dan biru dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berisi larutan zat uji (hasil pengamatan uji kelarutan dalam air).
- 2) Amati perubahan warna kertas lakmus tersebut.
- 3) Catat hasil pengamatan perubahan warna masing-masing kertas lakmus ini pada tabel pengamatan.

➤ Uji unsur

Senyawa asam yang identifikasi dalam praktikum ini adalah senyawa yang hanya mengandung unsur C, H, dan O, oleh karena itu tidak diperlukan uji unsur untuk membedakan senyawa-senyawa yang termasuk dalam golongan asam ini.

2. Uji golongan

Ke dalam larutan zat uji (hasil uji kelarutan dalam air), masukkan sepotong kecil kertas lakmus biru. Perubahan warna menjadi biru menunjukkan zat uji bersifat asam (golongan asam). Data pendukung golongan asam ini adalah rasa zat uji yang sangat asam.

± 50 mg masing-masing zat uji, dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Ditambahkan 2 ml metanol dan 1 ml asam sulfat pekat. Tutup mulut tabung dengan kapas, kemudian panaskan di atas penangas air selama 5 menit. Terbentuknya bau ester menunjukkan positif asam karboksilat (bau tercium pada kapas penutup tabung reaksi masing-masing)

3. Uji penegasan

- 1) Zat uji mudah larut dalam air (zat uji adalah asam sitrat dan asam laktat)
- 2) ± 50 mg zat uji yang mudah larut dalam air, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Dilarutkan dengan 1 ml aquades, netralkan larutan zat uji dengan cara tambahkan 1 tetes indikator fenolftalein kemudian tetesi dengan larutan amoniak 2 N hingga berwarna pink. Tambahkan 2 ml larutan kalsium klorida 10%, dididihkan. Terbentuknya endapan putih setelah pendidihan menunjukkan positif asam sitrat dan asam tartrat (endapan tidak terbentuk dalam keadaan dingin). Perhatikan bentuk kristal yang terbentuk, endapan Ca tartrat berbentuk kristal/serbuk kasar, sedangkan endapan Ca sitrat berbentuk serbuk halus.
- 3) ± 50 mg zat uji yang mudah larut dalam air, masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan ± 10 mg kristal kalium bromida dan ± 10 mg kristal resorsin, tambahkan 1 ml asam sulfat pekat (kerjakan di lemari asam). Tutup mulut tabung dengan kapas, panaskan di atas penangas air selama 5 menit. Terbentuknya larutan berwarna biru kehitaman menunjukkan positif asam tartrat (merupakan reaksi pembeda dengan asam sitrat)
- 4) Masukkan ±50 mg zat uji ke dalam cawan porselin, pijarkan di atas api langsung. Perlahan-lahan akan terurai dan memberikan bau seperti gula terbakar (perbedaan dari asam sitrat).

4. Zat uji mudah larut dalam etanol (asam benzoat dan asam salisilat)

- 1) ± 50 mg zat uji (asam benzoat dan asam salisilat), masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Dilarutkan dengan 1 ml etanol, tambahkan beberapa tetes larutan besi (III) klorida. Terbentuknya warna ungu menunjukkan positif salisilat.
- 2) ± 50 mg zat uji (asam benzoat dan asam salisilat), masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Dilarutkan dengan 5 ml air, netralkan larutan zat uji dengan cara tambahkan 1 tetes indikator fenolftalein kemudian tetesi dengan larutan amoniak 2 N hingga berwarna pink (jangan terlalu berlebih). Tambahkan beberapa tetes larutan besi (III) klorida, jika perlu panaskan di atas api langsung hingga mendidih.

Terbentuknya endapan kuning menunjukkan positif asam benzoat (asam salisilat tetap ungu).

E. HASIL PENGAMATAN

1. Uji Golongan Asam

a. Hasil Pengamatan Uji Pendahuluan

Pengujian		Zat Uji			
		As1	As2	As3	As4
Organoleptik	Bentuk				
	Warna				
	Bau				
	Rasa				
Kelarutan	Air				
	Etanol				
Keasaman	Lakmus merah				
	Lakmus biru				

b. Hasil pengamatan uji golongan

Pereaksi	As1	As2	As3	As4
Lakmus biru				
Pembentukan senyawa ester				
Kesimpulan				

c. Hasil pengamatan uji penegasanzat uji yang mudah larut dalam air (asam sitrat sitrat dan asam tartrat)

Pereaksi	Kode Zat Uji	

Kalsium Klorida		
Kalium bromide, resorsin, asam sulfat		
Hasil Pemijaran		
Kesimpulan		

Catatan : kesimpulan zat uji asam sitrat/asam tartrat

- d. Hasil uji penegasan zat uji yang mudah larut dalam etanol (asam salisilat dan asam benzoat)

Pereaksi	Kode Zat Uji	

Besi (III) Klorida		
Kesimpulan		

PERCOBAAN V. IDENTIFIKASI OBAT GOLONGAN FENOL

A. TUJUAN :

1. Mengidentifikasi golongan senyawa fenol
2. Mengidentifikasi secara spesifik parasetamol
3. Mengidentifikasi secara spesifik salisilamida
4. Mengidentifikasi secara spesifik nipagin

B. DASAR TEORI

Fenol merupakan gugus fungsional lain yang umum dijumpai dalam molekul obat. Fenol merupakan asam lemah yang melepaskan proton (H^+) untuk menghasilkan anion fenoksida, dengan alkali hidroksida dan alkali karbonat akan membentuk garam. Dengan besi (III) klorida hampir semua fenol dalam larutan air atau etanol akan memberikan reaksi warna karena terbentuknya senyawa kompleks. Gugus fenol ini harus bebas, tidak boleh terester misalnya pada aspirin (asetosal), lihatlah perbedaan struktur asetosal ini dengan senyawa fenol yang akan kita identifikasi dalam monografi masing-masing di Farmakope Indonesia.

Fenol atau asam karbolat atau benzenol adalah zat kristal tak berwarna yang memiliki bau khas. Rumus kimianya adalah C_6H_5OH dan strukturnya memiliki gugus hidroksil ($-OH$) yang berikatan dengan cincin fenil. Fenol memiliki kelarutan terbatas dalam air, yakni 8,3 gram/100 ml. Fenol memiliki sifat cenderung asam, artinya ia dapat melepaskan ion H^+ dari gugus hidroksilnya. Pengeluaran ion tersebut menjadikan anion fenoksida $C_6H_5O^-$ yang dapat dilarutkan dalam air.

Fenol dibagi kedalam dua golongan. Fenol monovalent, yaitu fenol yang hanya mengikat satu gugus hidroksil. Contoh: Phenol, o-Chlorophenol, m-Cresol, p-Hydroxybenzoic acid. Fenol sangat banyak pemanfaatannya dalam kehidupan sehingga disintesis secara besar-besaran dalam industry atau ekstrak dari tumbuhan alam.

Fenol merupakan senyawa yang terbentuk dari ikatan fenil dengan gugus hidroksil, mudah larut dalam etanol dan eter. Dibanding dengan alkohol alifatik lainnya, fenol bersifat lebih asam. Hal ini dibuktikan dengan mereaksikan fenol dengan $NaOH$, dimana fenol dapat melepaskan H^+ . Pada keadaan yang asam, alkohol alifatik lainnya tidak dapat bereaksi seperti itu. Pelepasan ini diakibatkan perlengkapan orbital antara satu-satunya pasangan oksigen dan sistem aromatic, yang mendelokasasi beban negatif melalui cincin tersebut dan menstabilkan anionnya.

Fenol dapat digunakan sebagai antiseptik seperti yang digunakan Sir Joseph Lister saat mempraktikkan pembedahan antiseptik. Fenol merupakan komponen utama antiseptik dagang atau dikenal sebagai TCP (trichlorophenil). Fenol juga merupakan bagian komposisi beberapa anestetika oral, misalnya semprotan kloraseptik. Fenol berfungsi dalam pembuatan obat-obatan (bagian dari produksi aspirin), dan lainnya. Fenol yang berkonsentrasi dapat mengakibatkan pembakaran kimiawi pada kulit yang terbuka.

Adanya golongan lain dalam suatu molekul yang mengandung fenol dapat mempengaruhi reaksi dengan besi (III) klorida menjadi negatif, dimana gugus karboksilat pada posisi para sangat mempengaruhi reaksi tersebut. Misalnya pada senyawa turunan p-hidroksi benzoat, metil-p-hidroksibenzoat (nipagin) dan propil-p-hidroksibenzoat (nipasol), dimana nipagin dengan pereaksi besi (III) klorida tersebut bereaksi positif dengan pembentukan warna ungu, sedangkan nipasol bereaksi negatif (tidak membentuk warna ungu). Tetapi pada senyawa n-asetil-4-aminofenol (parasetamol), adanya gugus asetamid tidak mengganggu identifikasi gugus fenol dengan besi (III) klorida tersebut.

C. ALAT dan BAHAN

Alat:

- ❖ Tabung reaksi
- ❖ Plat tetes
- ❖ Pipet
- ❖ Penjepit tabung (gegep)
- ❖ Bunsen/lampu spiritus
- ❖ Cawan porselin
- ❖ Gelas kimia

Bahan:

- ❖ Parasetamol
- ❖ Salisilamida
- ❖ Nipagin
- ❖ Besi (III) klorida
- ❖ Besi (II) sulfat
- ❖ Timbal asetat
- ❖ Natrium nitroprussida
- ❖ Perak nitrat
- ❖ Kalium bikromat
- ❖ Kertas lakmus merah dan biru
- ❖ Amonia
- ❖ Asam klorida
- ❖ Asam sulfat
- ❖ Etanol

PROSEDUR PERCOBAAN

1. Uji pendahuluan

a. Organoleptik

lakukan pengamatan terhadap bentuk, warna, bau dan rasa masing-masing sampel obat yang diidentifikasi. Pengamatan bentuk obat pada umumnya berupa serbuk hablur halus dan berwarna putih. Pengamatan bau dilakukan dengan indera penciuman (tidak berbau atau berbau spesifik), pengamatan rasa dilakukan dengan indera pengecap (tidak berasa, agak pahit atau pahit).

b. Kelarutan

Siapkan 2 buah tabung reaksi

Masukkan ± 50 mg zat uji F1 ke dalam masing-masing tabung reaksi tersebut

Ukur 1 ml aquades, masukkan kedalam tabung pertama. Kocok dan amati kelarutannya.

Jika tidak larut, panaskan diatas api langsung dan amati kelarutannya.

c. Uji keasaman

- 1) Sepotong kecil kertas lakmus merah dan biru dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berisi larutan zat uji (hasil pengamatan uji kelarutan dalam air).

- 2) Amati perubahan warna kertas lakmus tersebut.
- 3) Catat hasil pengamatan perubahan warna masing-masing kertas lakmus ini pada tabel pengamatan.

d. Uji unsur

- 1) Masukkan 15 ml aquades ke dalam gelas kimia 100 ml.
- 2) Siapkan tabung pijar (dapat dibuat dari pipet pendek yang dibakar ujungnya dengan nyala bunsen hingga tertutup).
- 3) Masukkan zat uji ± 50 mg zat uji ke dalam tabung pijar tersebut
- 4) Masukkan sepotong kecil logam Natrium, letakkan dibagian tengah tabung pijar.
- 5) Panaskan tabung pijar diatas api langsung dengan kemiringan tabung pijar ± 30 derajat hingga logam natrium lebur.
- 6) Tegakkan tabung hingga leburan logam natrium bercampur dengan zat uji, kemudian panaskan terus hingga pijar. Masukkan tabung pijar tersebut ke dalam gelas kimia yang telah berisi air, pecahkan tabung pijarnya menggunakan batang pengaduk.

Catatan : logam Na dapat digantikan dengan campuran serbuk logam Mg dan Na_2CO_3 (1:2) (Pereaksi *Castellana*). Proses destruksi dilakukan dengan cara campur sama banyak zat uji dan Pereaksi *Castellana* dalam tabung pijar. Pijarkan di atas nyala bunsen ± 5 menit. Kemudian masukkan tabung pijar tersebut ke dalam gelas kimia yang telah berisi aquades, pecahkan tabung

- 7) Panaskan di atas api langsung hingga mendidih, dan biarkan larutan mendidih selama 5 menit. Kemudian saring.
- 8) Siapkan 3 buah tabung reaksi, masukkan masing-masing 1 ml filtrat.
- 9) Tabung 1, tambahkan 5 tetes larutan FeSO_4 segar + 1 tetes FeCl_3 + 5 tetes HCl .
Kalau terbentuk endapan biru berarti ada ion sianida (CN^-) yang berarti sampel positif mengandung unsur N
- 10) Tabung 2, tambahkan 1-2 tetes larutan natrium nitroprussida, jika larutan berwarna ungu berarti ada ion sulfida (S^{2-}) yang berarti sampel positif mengandung unsur S.
Catatan: Uji unsur S dapat pula dilakukan dengan menggunakan pereaksi timbal asetat, yaitu filtrat ditambah 2-3 tetes larutan timbal asetat. Jia terbentuk endapan hitam, berarti ada ion sulfida (S^{2-}) yang berarti sampel positif mengandung unsur S.
- 11) Tabung 3, diasamkan dengan 1 ml HNO_3 2N, jika ada ion sulfida (uji nomor 2 positif) maka didihkan larutan sampai bebas sulfida (uji uap dengan kertas timbal asetat, larutan telah bebas sulfida jika uap sudah tidak membentuk warna hitam pada kertas timbal asetat tersebut). Lalu tambahkan beberapa tetes larutan AgNO_3 , jika terjadi endapan maka ada ion halida (endapan putih berarti ada ion klorida, endapan putih kekuningan berarti ada ion bromida, dan endapan kuning berarti ada ion iodida).

Catatan : kertas timbal asetat dibuat dengan mencelupkan sepotong kertas saring ke dalam larutan timbal asetat.

2. Uji golongan

- 1) Masukkan masing-masing zat uji ke dalam tabung reaksi, larutkan dengan air.
- 2) Tambahkan beberapa tetes larutan besi (III) klorida, amati yang terjadi
- 3) Jika tidak terjadi perubahan (biasanya ini terjadi pada nipagin), panaskan.
- 4) Hasil uji berwarna ungu sampai merah menunjukkan senyawa golongan fenol
- 5) Catat hasil pengamatan pada lembar kerja yang tersedia

3. Uji penegasan

a. Zat uji mengandung unsur N (zat uji adalah parasetamol / salisilamida)

- 1) Masukkan zat uji ± 100 mg ke dalam tabung reaksi, tambahkan 2 ml asam klorida 2 N. Didihkan selama beberapa saat (± 3 menit), dinginkan. Kemudian tambahkan beberapa tetes larutan kalium bikromat 0,1 N, terbentuknya warna ungu menunjukkan zat uji positif parasetamol
- 2) Masukkan zat uji ± 100 mg ke dalam tabung reaksi, tambahkan 2 ml larutan natrium hidroksida 2 N. Panaskan secara perlahan-lahan di atas api langsung, terbentuk amoniak yang dapat diuji dengan kertas lakmus merah yang telah dibasahi dengan air. Pengujian dilakukan dengan menyentuhkan kertas lakmus merah tersebut pada uap yang keluar pada mulut tabung reaksi. Adanya amoniak akan mengubah lakmus merah jadi biru. Uji ini menunjukkan zat uji positif salisilamida.

b. Zat uji tidak mengandung unsur N (zat uji merupakan Nipagin)

Masukkan zat uji ± 100 mg ke dalam tabung reaksi, tambahkan 2 ml etanol 95%. Didihkan di atas penangas air, tambahkan beberapa tetes larutan raksa (II) nitrat, terbentuknya endapan dan cairan berwarna merah di atasnya menunjukkan nipagin.

D. HASIL PENGAMATAN

1. Uji pendahuluan

Pengujian		Zat Uji		
		F1	F2	F3
Organoleptik	Bentuk			
	Warna			
	Bau			
	Rasa			
Kelarutan	Air			
	Etanol			
Keasaman	Lakmus merah			
	Lakmus biru			

Hasil Uji Unsur:

Zat Uji	Filtrat Uji			Kesimpulan (unsur yang ada)
	Uji unsur N	Uji unsur S	Uji unsur Cl	
F1				
F2				
F3				

Catatan :

uji pengamatan uji unsur ditulis dengan pembentukan endapan biru/tidak (uji unsur N), warna ungu/tidak (uji unsur S), dan mengendap/tidak (Uji unsur halogen).

2. Uji Golongan

Pereaksi	F1	F2	F3
Besi (III) klorida			
Kesimpulan			

3. Hasil Uji Penegasan

Zat Uji Yang Mengandung Unsur N

Pereaksi	Kode zat uji	

Asam klorida dan kalium bikromat		
Uji uap amoniak		
Kesimpulan		

Hasil Uji Penegasan Zat Uji Yang Tidak Mengandung Unsur N

Pereaksi	Kode zat uji
Raksa (II) nitrat	
Kesimpulan	

PERCOBAAN VI. Penetapan Kadar Asam Salisilat dengan Metode Alkalimetri

A. TUJUAN :

Untuk menetapkan kadar asam salisilat dalam sediaan dengan metode asidi-alkalimetri

B. DASAR TEORI

Titrasi asam basa bertujuan menetapkan kadar suatu sampel asam dengan mentitrasinya dengan larutan baku basa (alkalimetri) atau sampel basa dengan larutan baku asam (asidimetri).

Asidi-alkalimetri merupakan metode yang didasarkan pada reaksi netralisasi, yaitu reaksi antara ion hidrogen (berasal dari asam) dan ion hidroksida (berasal dari basa) yang membentuk molekul air. Asidimetri adalah penetapan kadar basa dari suatu sampel dengan menggunakan larutan baku asam yang sesuai. Sebaliknya, alkalimetri adalah penetapan kadar asam dari suatu sampel dengan menggunakan larutan baku basa yang sesuai.

Dalam asidi-alkalimetri, suatu **asam** didefinisikan sebagai suatu spesi (molekul atau ion) yang dalam larutannya dapat memberikan proton (donor proton). Sedangkan **basa** didefinisikan sebagai suatu spesi yang dapat menerima proton (akseptor proton). Contoh molekul asam adalah HCl, H₂SO₄, HNO₃, H₂S, CH₃COOH, dll, asam kation adalah H₃O⁺, NH₄⁺; asam anion adalah HSO₄⁻, HCO₃⁻, H₂PO₄⁻, dll. Sedangkan contoh molekul basa adalah NH₃, NaOH, Ca(OH)₂, dll; basa kation adalah Ag(NH₃)₂⁺; basa anion adalah OH⁻, SO₄²⁻, CO₃²⁻, CH₃COO⁻, dll.

Titik akhir titrasi dapat ditunjukkan dengan berbagai indikator seperti terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Trayek pH dan perubahan warna berbagai indikator yang biasa digunakan

INDIKATOR	TRAYEK PH	WARNA	
		Asam	Basa
Kuning Metil	2,4 – 4,0	Merah	Kuning
Biru Bromfenol	3,0 – 4,6	Kuning	Biru
Jingga Metil	3,1 – 4,4	Jingga	Metil
Hijau Bromkesol	3,8 – 5,4	Kuning	Biru
Merah Metil	4,2 – 6,3	Merah	Kuning
Ungu Bromkesol	5,2 – 6,8	Kuning	Ungu
Biru Bromtimol	6,1 – 7,6	Kuning	Biru
Merah Fenol	6,8 – 8,4	Kuning	Merah
Merah Kresol	7,2 – 8,8	Kuning	Merah
Biru Timol	8,0 – 9,6	Kuning	Biru
Fenolftalein	8,2 – 10,0	Tak berwarna	Merah
Timolftalein	9,3 – 10,5	Tak berwarna	Biru

Petunjuk pemilihan indikator :

- Gunakan 3 tetes larutan indikator kecuali dinyatakan lain.

2. Jika asam kuat dititrasi dengan basa kuat, atau basa kuat dititrasi dengan asam kuat, dapat digunakan indikator jingga metil, merah metil, atau fenolftalein.
3. Jika asam lemah dititrasi dengan basa kuat, digunakan indikator fenolftalein.
4. Jika basa lemah dititrasi dengan asam kuat, digunakan indikator merah metil.
5. Jangan melakukan titrasi terhadap basa lemah dengan asam lemah, atau sebaliknya karena tidak ada indikator yang dapat menunjukkan titik akhir dengan jelas.
6. Lebih mudah mengamati timbulnya warna daripada hilangnya warna.

Beberapa senyawa yang ditetapkan kadarnya secara asidi-alkalimetri dalam Farmakope Indonesia Edisi IV adalah : amfetamin sulfat dan sediaan tabletnya, ammonia, asam asetat glacial, asam asetil salisilat, asam benzoate, asam fosfat, asam klorida, asam nitrat, asam retinoat, asam salisilat, asam sitrat, asam sorbet, asam sulfat, asam tartrat, asam undesilenat, benzyl benzoate, busulfan dan sediaan tabletnya, butyl paraben, efedrin dan sediaan tabletnya, etanzinamida, etil paraben, etisteron, ekuinin, furosemida, glibenklamid, kalamina, ketoprofen, kloralhidrat, klonidin hidroklorida, levamisol HCl, linestrenol, magnesium hidroksida, magnesium oksida, meprobramat, metenamin, metil paraben, metil salisilat, naproksen, natrium bikarbonat serta sediaan tablet dan injeksinya, natrium hidroksida, natrium tetraborat, neotigmin metilsulfat, propil paraben, propin tiourasil, sakarin natrium, dan zink oksida.

Alkalimetri adalah analisis yang menggunakan alkali (basa) sebagai larutan standar dan bentuk titrasi berdasarkan reaksi netralisasi antara zat titran dan zat yang akan dititrasi. Dalam titrasi asam basa, jumlah relatif asam dan basa yang diperlukan untuk mencapai titik ekuivalen ditentukan oleh perbandingan mol asam (H^+) dan basa (OH^-) yang bereaksi (Golberg, 2002).

Indikator adalah zat yang ditambahkan untuk menunjukkan titik akhir titrasi telah dicapai. Umumnya indikator yang digunakan adalah indikator azo dengan warna yang spesifik pada berbagai perubahan pH. Titrasi melibatkan suatu proses penambahan suatu larutan yang disebut titran dari buret ke suatu flask yang berisi sampel dan disebut analit. Pada titik tersebut, jumlah mol H_3O^+ yang terdapat dalam analit. (Atkins, 1997:550).

Faktor utama dalam menentukan pengukuran adalah $[H^+]$ dan $[OH^-]$ dalam larutan, baik sebagai titrat maupun sebagai titran. Karena itulah maka dalam mempersiapkan larutan pemeriksaan harus menggunakan air suling sebagai bahan pelarut, sebab air suling netral.

Dalam titrasi alkalimetri, di dalam titrat asam sudah mempunyai harga pH tertentu. Perjalanan titrasi dengan penambahan titrasi yang akan menyebabkan perubahan pH yang pada suatu saat nanti dimana $meq_{titrat} = meq_{titran}$ akan mempunyai pH tertentu.

Syarat- syarat reaksi pada volumetri:

1. Reaksi berlangsung sederhana dapat dinyatakan dengan persamaan reaksi
2. Reaksi berlangsung terus menerus dengan cepat
3. Ada perubahan fisika maupun kimia yang dapat dideteksi pada titik ekuivalen, atau dapat mengubah indikator sehingga diketahui titik akhir titrasinya.

Syarat baku primer:

1. Harus murni
2. Tidak higroskopis, tidak teroksidasi, tidak menyerap udara selama penyimpanan tidak boleh berubah
3. Mengandung kotoran (zat lain) tidak melebihi
4. Harus mempunyai berat ekuivalen yang tinggi

5. Mudah larut dalam pelarut yang sesuai
6. Reaksinya stoichiometri dan berlangsung terus menerus

C. ALAT dan BAHAN

Alat :

- ❖ Beaker glass
- ❖ Spatel
- ❖ Erlenmeyer
- ❖ Klem
- ❖ Gelas ukur
- ❖ Statip
- ❖ Buret
- ❖ Batang pengaduk
- ❖ Pipet tetes

Bahan :

- ❖ Bedak Salisilat
- ❖ NaOH 0,1 N
- ❖ Asam oksalat
- ❖ Etanol netral
- ❖ Aqua bebas karbondioksida (CO₂)
- ❖ aquadestillata
- ❖ fenolftalein

D. PROSEDUR PERCOBAAN

1. Pembuatan Indikator Dan Perekasi

a. Etanol Encer

Campur 500 ml Etanol p dan 500 ml air murni yang diukur terpisah dan campuran diukur pada 25°C, volume campuran lebih kurang 970 ml

b. Etanol Netral

Pada sejumlah etanol (95%) tambahkan 0,5 ml larutan Fenolftain p dan natrium hidroksida 0,02 N atau 0,1 N secukupnya hingga larutan berwarna merah jambu. Etanol netral p harus dibuat baru.

c. Pembuatan NaOH 0,1 N

Larutkan sejumlah natrium hidroksida p dalam air secukupnya hingga air 1000,0 ml larutan

d. Pembuatan Aqua bebas CO₂

Air yang telah dididihkan kuat- kuat selama beberapa menit. Selama pendinginan dan penyimpanan harus terlindungi dari udara.

e. Pembuatan Fenolftalein

Larutkan 200 mg Fenolftalein p dalam 60 ml etanol (90%) P, tambahkan air secukupnya hingga 100,0 ml.

2. Pembuatan larutan titer natrium hidroksida 0,1 N

- 1) Timbang 2 g kristal natrium hidroksida dalam gelas kimia 100 ml, larutkan dengan air suling. Masukkan ke dalam labu ukur 500 ml.
- 2) Bilas gelas kimia beberapa kali dengan airsuling, masukkan bilasan ke dalam labu ukur di atas. Kemudian cukupkan volumenya dengan air suling hingga tanda.

3. Pembakuan larutan titer natrium hidroksida 0,1 N

- 1) Timbang saksama 400 mg ~~kalium-biftalat~~ / asam oksalat (H₂C₂O₄.2H₂O), masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml
- 2) Larutkan dengan 50 ml air bebas karbondioksida (mintalah sama pengawas di

laboratorium).

- 3) Tambahkan 3 tetes larutan indikator fenolftalein, kocok hingga homogen
- 4) Titrasi dengan larutan natrium hidroksida hingga warna larutan berubah dari tidak berwarna menjadi merah muda (pink)
- 5) Ulangi prosedur ini 2 kali lagi.
- 6) Hitung normalitas larutan titer natrium hidroksida tersebut (normalitas larutan hasil perhitungan ditulis sampai 4 desimal/4 angka di belakang koma), dengan rumus

$$\text{Mgrek NaOH} = \text{mgrek KH Ftalat}$$

$$V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} = \frac{\text{berat KH Ftalat}}{\text{BE KH Ftalat}}$$

$$V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} = \frac{\text{berat KH Ftalat}}{204,23}$$

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{\text{berat KH Ftalat}}{204,23 \times V_{\text{NaOH}}}$$

Dimana:

V_{NaOH} = volume larutan titer yang diperlukan pada proses titrasi (ml).

Berat KH Ftalat dibuat dalam satuan berat mg

[Standarisasi dg asam oksalat](#)

- Timbang dengan teliti 0,1 gram asam oksalat ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$), BM = 126 gr/mol.
Kemudian masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml dan tambah aquadest 25 ml. Aduk sampai larut dan tambahkan 2 – 3 tetes indikator phenolphthalein.
- Larutan asam oksalat dititrasi dengan larutan NaOH yang akan distandarisasi sampai warna merah jambu timbul secara menetap (15 detik) walaupun cairan digoyang.
- Perhitungan N NaOH adalah :
 $N_{NaOH} = (gr \text{ asam oksalat} \times 2) / (126 \times vol \text{ NaOH})$, vol NaOH diubah dalam liter.

Contoh

Diketahui :

Berat asam oksalat = 0,1 gram

BM = 126 gr/mol

Valensi = 2

Setelah titrasi didapatkan data sbb:

ml NaOH ul 1 = 15,5 ml

ml NaOH ul 2 = 15 ml

ml NaOH ul 3 = 14,8 ml

rata - rata ml NaOH = 15,1 ml = 0.0151 liter (ubah volum ke dalam satuan liter)

Perhitungan :

$$N_{NaOH} = (0,1 \text{ gram} \times 2) / (126 \times 0,0151)$$

$$= 0,2/1,9 = 0,105$$

4. Penetapan kadar asam salisilat dalam bedak

- 1) Timbang saksama sampel uji (bedak salisil) setara dengan 300 mg asam salisilat, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 ml

$$(\text{sampel uji yang ditimbang} = \frac{0,3}{\text{kadar pd etiket (\%)}} \times 100 \text{ (g)})$$

- 2) Masukkan ke dalam erlenmeyer, tambahkan 25 ml etanol yang sudah dinetralkan dengan natrium hidroksida 0,1 N (mintalah sama pengawas di laboratorium).
- 3) Tambahkan 25 ml air suling dan beberapa tetes indikator fenolftalein (untuk memperjelas titik akhir karena adanya talkum, indikator fenolftalein ditambahkan sebanyak 10 tetes)
- 4) Titrasi hingga warna larutan berubah dari tidak berwarna menjadi pink. Ulangi prosedur ini 2 kali lagi.
- 5) Hitung kadar asam salisilat dalam sampel uji (hasil perhitungan ditulis sampai 2 desimal/2 angka dibelakang koma), dengan rumus :

$$\frac{m_{\text{Mgrek}} \text{ asam salisil}}{m_{\text{Mgrek}} \text{ NaOH}} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}}}{m_{\text{Mgrek}} \text{ asam salisil}}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Asam salisil} &= V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{BE As Salisilat} \\ &= \dots\dots \text{ mg} \end{aligned}$$

Kadar asam salisilat dalam sampel :

$$= \frac{\text{jumlah as salisil perhitungan (mg)}}{\text{berat zat uji (mg)}} \times 100\%$$

Dimana :

V_{NaOH} = volume larutan titer yang diperlukan

N_{NaOH} = Normalitas NaOH hasil pembakuan

BE as salisilat = BM = 138

E. HASIL PENGAMATAN

1. Pembakuan Larutan NaOH 0,1 N

Data Penimbangan dan Titrasi pada Pembakuan

No	Berat (g)	Pembacaan Skala buret		Vol. Titrasi (ml)
		Titik Awal Titrasi	Titik Akhir Titrasi	

2. Penetapan kadar asam salisilat

Karakteristik sampel Uji :

Merk sampel :

No. Batch :

Kadar asam salisilat sesuai label :

Perhitungan jumlah sampel uji yang harus ditimbang :

$$\begin{aligned} &= \frac{0,3}{\text{kadar pd etiket (\%)}} \times 100 \text{ (g)} \\ &= \frac{0,3}{\dots\dots\dots} \times 100 \text{ (g)} = \dots\dots\dots \text{ g} \end{aligned}$$

Data Penimbangan dan Titrasi pada Penetapan Kadar

No	Berat (g)	Pembacaan Skala buret		Vol. Titrasi (ml)
		Titik Awal Titrasi	Titik Akhir Titrasi	

PERCOBAAN VII. Penetapan Kadar NaCl dengan Metode Argentometri

A. TUJUAN :

Mahasiswa dapat menetapkan kadar NaCl dengan metode argentometri.

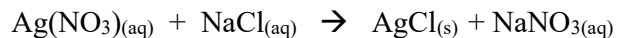
B. DASAR TEORI

Argentometri merupakan titrasi yang melibatkan pembentukan endapan dari garam argentum (perak) yang tidak mudah larut antara titrant dan analit. Hal dasar yang diperlukan dari titrasi jenis ini adalah pencapaian keseimbangan pembentukan yang cepat setiap kali titran ditambahkan pada analit, tidak adanya interferensi yang mengganggu titrasi, dan titik akhir titrasi yang mudah diamati.

Salah satu jenis titrasi pengendapan yang sudah lama dikenal adalah melibatkan reaksi pengendapan antara ion halida (Cl^- , I^- , Br^-) dengan ion perak Ag^+ . Titrasi ini biasanya disebut sebagai Argentometri yaitu titrasi penentuan analit yang berupa ion halida (pada umumnya) dengan menggunakan larutan standart perak nitrat AgNO_3 . Titrasi argentometri tidak hanya dapat digunakan untuk menentukan ion halide akan tetapi juga dapat dipakai untuk menentukan merkaptan (thioalkohol), asam lemak, dan beberapa anion divalent seperti ion fosfat dan ion arsenat.

Metode argentometri yang lebih luas lagi digunakan adalah metode titrasi kembali. Perak nitrat (AgNO_3) berlebihan ditambahkan ke sampel yang mengandung ion klorida atau bromide. Sisa AgNO_3 , selanjutnya dititrasi kembali dengan ammonium tiosianat menggunakan indikator besi (III) ammonium sulfat.

Dasar titrasi argentometri adalah pembentukan endapan yang tidak mudah larut antara titran dengan analit. Sebagai contoh yang banyak dipakai adalah titrasi penentuan NaCl dimana ion Ag^+ dari titran akan bereaksi dengan ion Cl^- dari analit membentuk garam yang tidak mudah larut AgCl.



Setelah semua ion klorida dalam analit habis maka kelebihan ion perak akan bereaksi dengan indikator. Indikator yang dipakai biasanya adalah ion kromat CrO_4^{2-} dimana dengan indikator ini ion perak akan membentuk endapan berwarna coklat kemerahan sehingga titik akhir titrasi dapat diamati. Indikator lain yang bisa dipakai adalah tiosianida dan indikator adsorpsi. Berdasarkan jenis indikator dan teknik titrasi yang dipakai maka titrasi argentometri dapat dibedakan atas Argentometri dengan metode Mohr, Volhard, atau Fajans. Selain menggunakan jenis indikator diatas maka kita juga dapat menggunakan metode potensiometri untuk menentukan titik ekuivalen.

Ketajaman titik ekuivalen tergantung dari kelarutan endapan yang terbentuk dari reaksi antara analit dan titrant. Endapan dengan kelarutan yang kecil akan menghasilkan kurva titrasi argentometri yang memiliki kecuraman yang tinggi sehingga titik ekuivalen mudah ditentukan, akan tetapi endapan dengan kelarutan rendah akan menghasilkan kurva titrasi yang landai

sehingga titik ekuivalen agak sulit ditentukan. Hal ini analog dengan kurva titrasi antara asam kuat dengan basa kuat dan anantara asam lemah dengan basa kuat.

1. Metode Fajans

Prinsip: Pada titrasi Argentometri dengan metode Fajans ada dua tahap untuk menerangkan titik akhir titrasi dengan indikator absorpsi (fluorescein). Indikator adsorpsi dapat dipakai untuk titrasi argentometri. Titrasi argentometri yang menggunakan indikator adsorpsi ini dikenal dengan sebutan titrasi argentometri metode Fajans. Sebagai contoh marilah kita gunakan titrasi ion klorida dengan larutan standart Ag^+ .

Endapan perak klorida membentuk endapan yang bersifat koloid. Sebelum titik ekuivalen dicapai maka endapan akan bermuatan negative disebabkan teradsorbsinya Cl^- di seluruh permukaan endapan. Dan terdapat counter ion bermuatan positif dari Ag^+ yang teradsorpsi dengan gaya elektrostatis pada endapan. Setelah titik ekuivalen dicapai maka tidak terdapat lagi ion Cl^- yang teradsorpsi pada endapan sehingga endapan sekarang bersifat netral.

2. Metode Volhard

Prinsip: Pada metode ini, sejumlah volume larutan standar AgNO_3 ditambahkan secara berlebih ke dalam larutan yang mengandung ion halida. Konsentrasi ion klorida, iodide, bromide dan yang lainnya dapat ditentukan dengan menggunakan larutan standar perak nitrat. Larutan perak nitrat ditambahkan secara berlebih kepada larutan analit dan kemudian kelebihan konsentrasi larutan Ag^+ dititrasi dengan menggunakan larutan standar tiosianida (SCN^-) dengan menggunakan indikator ion Fe^{3+} . Ion besi(III) ini akan bereaksi dengan ion tiosianat membentuk kompleks yang berwarna merah.

3. Metode Mohr

Salah satu jenis titrasi pengendapan adalah titrasi Argentometri. Argentometri merupakan titrasi yang melibatkan reaksi antara ion halida (Cl^- , Br^- , I^-) atau anion lainnya (CN^- , CNS) dengan ion Ag^+ dari perak nitrat (AgNO_3) dan membentuk endapan perak halida (AgX). Konsentrasi ion klorida dalam suatu larutan dapat ditentukan dengan cara titrasi dengan larutan standart perak nitrat. Endapan putih perak klorida akan terbentuk selama proses titrasi berlangsung dan digunakan indikator larutan kalium kromat encer. Setelah semua ion klorida mengendap maka kelebihan ion Ag^+ pada saat titik akhir titrasi dicapai akan bereaksi dengan indikator membentuk endapan coklat kemerahan Ag_2CrO_4 .

C. ALAT dan BAHAN

Alat

- ❖ Buret
- ❖ Corong
- ❖ Erlenmeyer
- ❖ gelas kimia
- ❖ gelas ukur
- ❖ statif dan klem.

Bahan

- ❖ Aquades
- ❖ AgNO_3 50 mL
- ❖ NaCl 250,3 mg
- ❖ K_2CrO_4 5%.

D. PROSEDUR PERCOBAAN

1. Pembuatan Larutan Baku AgNO_3 0,1 N
 - 1) Ditimbang dengan teliti 11 – 12 g AgNO_3 murni dalam cawan.
 - 2) Dipanaskan dalam oven pada suhu 100 – 110°C selama 1 jam, kemudian didinginkan dalam eksikator.
 - 3) Ditimbang dengan teliti AgNO_3 yang telah dngin sebanyak 8,5 g dengan memakai botol timbang.
 - 4) Dipindahkan ke dalam gelas piala dan dilarutkan dengan 50 mL air suling, diaduk hingga homogeny.
 - 5) Dipindahkan ke dalam labu ukur 500 mL, ditambahkan air suling sampai batas, kemudian dipindahkan dalam botol yang telah diberi etiket.

2. Pembakuan Larutan AgNO_3 N dengan NaCl
 - 1) Ditimbang 4 g NaCl murni dalam gelas arloji, dikeringkan dalam oven pada suhu 105 – 110°C selama 2 jam.
 - 2) Didinginkan dalam eksikator, hingga suhu sama dengan suhu udara luar.
 - 3) Ditimbang dengan teliti 2,92 g NaCl dengan memakai botol timbang.
 - 4) Dipindahkan dalam labu ukur 500 mL melalui corong. Botol timbang dibilas dengan air suling hingga bersih lalu hasil bilasan dimasukkan ke dalam labu ukur, dikocok hingga homogen, diencerkan dengan air suling sampai volume larutan 500 mL sambil dikocok hingga homogen.
 - 5) Dipipet 25 larutan, dimasukkan dalam Erlenmeyer, lalu ditambahkan 0,5 – 1 mL larutan K_2CrO_4 5 %.
 - 6) Larutan baku AgNO_3 yang akantelah ditentukan Normalitasnya dimasukkan ke dalam buret.
 - 7) Titrasi ~~dengan~~ NaCl yang berada dalam Erlenmeyer dengan larutan AgNO_3 sambil dikocok.
 - 8) Titrasi berakhir setelah terjadi perubahan warna dari kuning menjadi coklat merah (merah keruh). Ulangi titrasi sampai 3 kali kemudian hasilnya dirata – ratakan.
Tiap mL AgNO_3 0,1 N setara dengan 5,85 mg NaCl

3. Penentuan Kadar NaCl
 - 1) Isi buret dengan Larutan baku AgNO_3 ~~0,1019 N~~ hasil pembakuan sampai batas tanda lalu tutup dengan aluminium foil.
 - 2) Timbang 250,3 mg serbuk NaCl lalu masukkan ke dalam Erlenmeyer. (disiapkan asisten)
 - 3) Larutkan dengan 10 mL air. Tambahkan indikator K_2CrO_4 5 % sebanyak 5 tetes ke dalam erlemeyer.
 - 4) Titrasi larutan tersebut dengan larutan baku AgNO_3 ~~0,1019 N~~ sampai terbentuk endapan kemerah – merahan.
 - 5) Perhatikan Volume titrannya lalu hitung kadarnya.

E. HASIL PENGAMATAN

PERCOBAAN VIII. Penetapan Kadar Vitamin C dengan Metode Iodimetri

A. TUJUAN :

1. Mahasiswa dapat membuat larutan baku Iod 0,1 N yang diperlukan dalam titrasi
2. Mahasiswa dapat melakukan pembakuan larutan Iod dengan arsen trioksida sebagai baku primer
3. Mahasiswa dapat melakukan penetapan kadar vitamin c dengan menggunakan metode iodimetri

B. DASAR TEORI

Yodium merupakan oksidator yang relatif lemah. Potensial reduksi dari sistem yodium-yodida ini jauh kecil dibandingkan dengan sistem oksidator yang lain.



Walaupun demikian yodium masih mampu mengoksidasi reduktot-reduktot kuat. Dengan demikian yodium bereaksi sempurna dengan reduktor kuat seperti $SnCl_2$, H_2SO_3 , H_2S , $Na_2S_2O_3$, dll.

Metode titrasi ini dalam penggunaannya sering terbagi menjadi dua, yaitu :

- 1) **Yodimetri** : merupakan titrasi langsung dengan larutan baku yodium terhadap senyawa dengan potensial oksidasi lebih rendah.
- 2) **Yodometri** : merupakan titrasi tidak langsung yang diterapkan terhadap senyawa yang mempunyai potensial oksidasi lebih tinggi. Yodium yang dibebaskan dititrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat.

Larutan yodium sendiri dapat digunakan sebagai indikator, dimana satu tetes larutan yodium 0,1 N dalam 100 mL air memberikan warna kuning pucat. Namun untuk menaikkan kepekaan titik akhir biasa digunakan indikator kanji. Dalam konsentrasi yodium 4×10^{-4} M sudah memungkinkan yodium dalam konsentrasi 2×10^{-5} M yang akan memberikan warna biru yang nyata dari kompleks antara kanji dan yodium. Penyusun utama kanji adalah amilosa dan amilopektin dengan yodium membentuk warna merah.

Titik akhir juga dapat ditunjukkan dengan menggunakan indikator karbon tetraklorida (CCl_4). Adanya yodium dalam lapisan organik akan berwarna ungu.

Titrasi iodometri disebut juga titrasi tidak langsung yang dapat digunakan untuk menetapkan senyawa-senyawa yang mempunyai potensial oksidasi yang lebih besar daripada sistem iodium-iodida atau senyawa-senyawa yang bersifat oksidator seperti $CuSO_4 \cdot 5H_2O$. Pada iodometri, sampel yang bersifat oksidator direduksi dengan kalium iodida berlebihan dan

akan menghasilkan iodium yang selanjutnya dititrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat. Banyaknya volume Natrium Thiosulfat yang digunakan sebagai titran setara dengan banyaknya sampel.

Pada titrasi iodometri perlu diawasi pHnya. Larutan harus dijaga supaya pHnya lebih kecil dari 8 karena dalam lingkungan yang alkalis iodium bereaksi dengan hidroksida membentuk iodida dan hipoyodit dan selanjutnya terurai menjadi iodida dan iodat yang akan mengoksidasi tiosulfat menjadi sulfat, sehingga reaksi berjalan tidak kuantitatif. Adanya konsentrasi asam yang kuat dapat menaikkan oksidasi potensial anion yang mempunyai oksidasi potensial yang lemah sehingga direduksi sempurna oleh iodida. Dengan pengaturan pH yang tepat dari larutan maka dapat diatur jalannya reaksi dalam oksidasi atau reduksi dari senyawa.

Indikator yang digunakan dalam titrasi ini adalah amylum. Amylum tidak udah larut dalam air serta tidak stabil dalam suspensi dengan air, membentuk kompleks yang sukar larut dalam air bila bereaksi dengan iodium, sehingga tidak boleh ditambahkan pada awal titrasi. Penambahan amylum ditambahkan pada saat larutan berwarna kuning pucat dan dapat menimbulkan titik akhir titrasi yang tiba-tiba. Titik akhir titrasi ditandai dengan terjadinya hilangnya warna biru dari larutan menjadi bening.

C. ALAT dan BAHAN

1. Pembuatan baku Yodium 0,1 N

Alat:

- ❖ Buret 50 mL
- ❖ Erlenmeyer 250 mL
- ❖ Labu takar 1000 mL
- ❖ Gelas ukur 50 mL
- ❖ Corong gelas
- ❖ Gelas arloji

Bahan:

- ❖ Yodium
- ❖ Kalium yodida
- ❖ Natrium bikarbonat
- ❖ Asam klorida
- ❖ Arsen triklorida
- ❖ Kanji
- ❖ Merah metal

2. Larutan Baku Natrium Tiosulfat 0,1 N

Alat:

- ❖ Buret 50 mL
- ❖ Erlenmeyer 250 mL
- ❖ Labu takar 1000 mL
- ❖ Gelas ukur 50 mL
- ❖ Gelas ukur 50 ml dan 100 ml

Bahan:

- ❖ Kalium bikromat 0,1 N
- ❖ Kalium yodida
- ❖ Natrium tiosulfat 0,1 N
- ❖ Asam klorida P
- ❖ Kanji
- ❖ Indikator merah metil

D. PROSEDUR PERCOBAAN

1. *Larutan Baku Yodium 0,1 N*

Pembuatan:

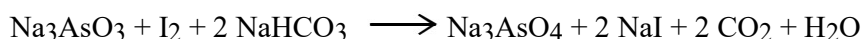
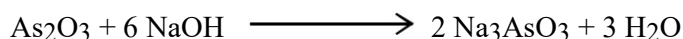
Larutkan 18,0 g KI yang telah ditimbang saksama dalam 30 mL air dalam labu bertutup. Timbang saksama 12,69 g yodium (I₂) dalam gelas arloji, tambah sedikit demi

sedikit kedalam larutan kalium yodida pekat. Tutup labu dan kocok sampai yodiumnya larut. Diamkan larutan pada suhu kamar dan tambahkan air hingga volume 1000 mL.

Pembakuan:

Lebih kurang 150 mg arsen triklorida (As_2O_3) yang ditimbang saksama, larutkan dalam 20 mL larutan NaOH 1 N dan panaskan jika perlu. Encerkan dengan 40 mL air, tambahkan 2 tetes merah metil dan lanjutkan dengan penambahan HCl encer hingga warna kuning berubah menjadi jingga. Kemudian tambahkan 2 g $NaHCO_3$ 20 mL air dan 3 mL larutan kanji. titrasi larutan dengan baku yodium perlahan-lahan hingga timbul warna biru tetap.

Reaksi :



Perhitungan :

$$Normalitas I_2 = \frac{mg As_2O_3}{ml I_2 \times BMA_{As_2O_3}}$$

2. **Larutan Baku Natrium Tiosulfat 0,1 N**

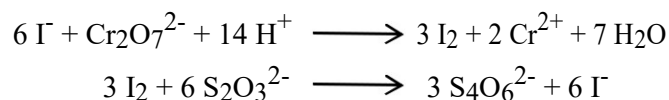
Pembuatan :

Timbang saksama 24,819 mg $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ dalam air secukupnya, aduk hingga larut. Pindahkan larutan kedalam labu takar 1000 ml, tambah air hingga batas.

Pembakuan :

Pindahkan lebih kurang 30 ml larutan $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N yang ditakar saksama kedalam erlenmeyer bertutup kaca, encerkan dengan 50 ml air. Tambahkan 2 g KI dan 5 ml HCl P, tutup, biarkan selama 10 menit. Encerkan dengan 100 ml air dan titrasi yodium yang dibebaskan dengan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N menggunakan indikator kanji.

Reaksi :



Perhitungan :

$$Normalitas = \frac{30 \times N_{K_2CrO_4}}{ml Na_2S_2O_3}$$

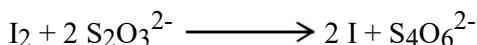
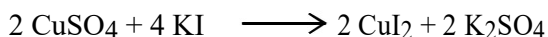
3. *Penetapan Kadar Sampel Cu dalam CuSO₄*

Prosedur :

Lebih kurang 2 g tembaga sulfat (CuSO₄.5H₂O; BM = 249, 685) yang ditimbang saksama, larutkan dalam air dalam gelas beker, pindahkan kedalam labu takar 100ml secara kuantitatif dan tetapkan volumenya. Pipet 2 ml larutan, tambahkan 2ml asam asetat dan 1,5 g KI. Titrasi yodium yang dibebaskan dengan larutan baku natrium tiosulfat 0,1 N menggunakan indikator kanji.

Tiap ml larutan Na₂S₂O₃ 0,1 N setara dengan 6,345 mg Cu atau 24,969 mg CuSO₄.5H₂O

Reaksi :



Perhitungan :

$$\text{Kadar Cu} = \frac{V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 6,354}{\text{mg sampel} \times 0,1} \times 100\%$$

4. *Penetapan Kadar Vitamin C*

Prosedur :

- 1) Timbang berat 10 tablet, kemudian hitung berat rata-rata per tablet. Haluskan tablet menggunakan lumpang.
- 2) Timbang saksama serbuk tablet setara dengan 180 mg vitamin C murni, masukkan ke dalam erlenmeyer.
- 3) Larutkan Dengan 50 ml Air bebas karbondioksida, kocok. Kemudian tambahkan 25 ml asam sulfat 10 %v/v.
- 4) Tambahkan 1 ml larutan indikator kanji.
- 5) Titrasi dengan iodium yang telah dibakukan di atas hingga berwarna biru.
- 6) Ulangi prosedur ini 2 kali lagi.
- 7) Hitung kadar vitamin c (mg/tablet) dengan rumus :

$$\begin{aligned} \text{Mgrek vitamin c} &= \text{mgrek iod} \\ \frac{\text{mg vit c}}{\text{BE vit c}} &= V_{\text{Iod}} \times N_{\text{Iod}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{mg Vit c dlm sampel} &= V_{\text{Iod}} \times N_{\text{Iod}} \times \text{BE vit c} \\ &= \dots \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\text{mg vit c pertab} = \frac{\text{berat rata-rata pertab (g)}}{\text{berat zat uji (g)}} \times \text{hasil perhitungan (mg)}$$

- 8) Persen kadar yang diperoleh terhadap kadar yang tertera pada etiket/label obat. Cocokkan kadar yang diperoleh tersebut dengan persyaratan yang tertera pada FI edisi IV. Persen kesesuaian kadar terhadap label dihitung dengan rumus :

$$\text{kadar zat uji terhadap label} = \frac{\text{kadar asetosal pertablet hasil perhitungan}}{\text{kadar pada label pertablet (mg)}} \times 100\%$$

E. HASIL PENGAMATAN

PERCOBAAN IX. Penetapan Kadar Fero Sulfat dengan Metode Permanganometri

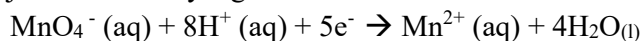
A. TUJUAN :

1. Mahasiswa mengetahui cara pembuatan larutan baku kalium permanganat
2. Mahasiswa dapat membakukan larutan titer kalium permanganat
3. Mahasiswa dapat menentukan kadar ferro sulfat dalam tablet secara permanganometri

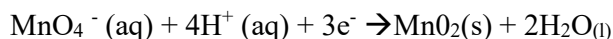
B. DASAR TEORI

Permanganometri merupakan salah satu metode titrasi yang menggunakan prinsip reaksi reduksi dan oksidasi. Permanganometri merupakan suatu metode yang sering digunakan karena permanganometri memiliki kelebihan antara lain Permanganometri merupakan oksidator kuat, tidak memerlukan indikator, mudah diperoleh dan terjangkau. Adapun kekurangan dari metode ini adalah larutan ini tidak stabil dalam penyimpanan, jadi harus sering dilakukan pembakuan.

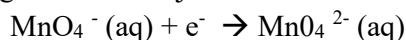
Permanganometri ini menggunakan larutan KMnO_4 sebagai titran. KMnO_4 merupakan oksidator kuat yang berwarna ungu. Pada suasana asam, zat ini akan mengalami reduksi menjadi ion Mn^{2+} yang tidak berwarna.



Pada pH netral atau larutan alkali, hasil reaksi merupakan MnO_2 yang berupa padatan berwarna coklat

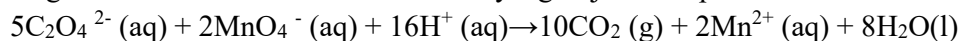


Sedangkan pada larutan basa yang sangat kuat seperti 2M NaOH akan terbentuk ion manganat yang berwarna hijau.



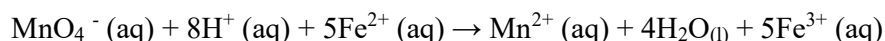
Reaksi yang paling umum diterapkan dalam laboratorium adalah reaksi yang terjadi di dalam larutan-larutan yang memiliki suasana amat asam dengan konsentrasi 0,1 N atau lebih. Permanganat bereaksi secara cepat dengan banyak agen pereduksi. Pada suasana asam KMnO_4 selain bertindak sebagai oksidator, ia juga bertindak sebagai indikatornya sendiri (auto indikator) karena hasilnya merupakan ion Mn^{2+} yang tidak berwarna.

Kalium permanganat merupakan larutan standar sekunder. Oleh karena itu, sebelum digunakan kalium permanganat harus distandarisasi terlebih dahulu oleh larutan standar primernya. Larutan standar primer yang biasa digunakan untuk menstandarisasi larutan permanganat adalah natrium oksalat. Reaksi yang terjadi saat pembakuan adalah :



Titik akhir titrasi saat pembakuan ditandai dengan munculnya warna merah muda akibat kelebihan ion permanganat. Permanganometri biasa digunakan untuk menentukan kadar dari besi (II). Ion permanganat akan mengalami reduksi menghasilkan Mn^{2+} sedangkan besi (II)

akan mengalami oksidasi menghasilkan besi (III). Berikut adalah reaksi reduksi oksidasi saat dilakukan titrasi.



C. ALAT DAN BAHAN

Alat:

- ❖ Erlenmeyer 250 ml
- ❖ Buret 50 ml
- ❖ Labu ukur 500 ml
- ❖ Gelas ukur
- ❖ Gelas kimia 100 ml
- ❖ Penangas air
- ❖ Termometer
- ❖ Neraca analitik
- ❖ Pipet tetes

Bahan:

- ❖ Sampel tablet ferro sulfat
- ❖ Kalium permanganat
- ❖ Asam oksalat
- ❖ Asam sulfat
- ❖ Air suling

D. PROSEDUR PERCOBAAN

1. Pembuatan larutan titer kalium permanganat 0,1 N

- 1) Timbang 1,58 g dalam gelas kimia 100 ml, larutkan dengan 50 ml air suling
- 2) Saring dengan glaswol, filtrat ditampung ke dalam labu ukur 500 ml.
- 3) Bilas residu beberapa kali dengan air suling, campur filtrat ke dalam labu ukur di atas. Kemudian cukupkan volumenya dengan air suling hingga tanda.

2. Pembakuan larutan titer kalium permanganat 0,1 N

- 1) Timbang saksama 100 mg asam oksalat, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 ml.
- 2) Larutkan dengan 25 ml air suling, kocok hingga larut.
- 3) Tambahkan 15 ml asam sulfat 2 N, kocok hingga homogen, panaskan di atas penangas air hingga suhu larutan mencapai 70°C (ukur dengan termometer)
- 4) Titrasi hingga warna larutan KMnO₄ tidak hilang (larutan berubah dari tidak berwarna menjadi pink).
- 5) Ulangi prosedur ini 2 kali lagi.
- 6) Hitung normalitas larutan titer KMnO₄ tersebut, dengan rumus :

$$\text{Mgrek KMnO}_4 = \text{mgrek asam oksalat}$$

$$\text{VKmnO}_4 \times \text{NKmnO}_4 = \frac{\text{berat asam oksalat}}{\text{BE asam oksalat}}$$

$$\text{VKMnO}_4 \times \text{NKMnO}_4 = \frac{\text{berat asam oksalat}}{63}$$

$$\text{NKmnO}_4 = \frac{\text{berat asam oksalat}}{63 \times \text{VKMnO}_4}$$

3. Penetapan kadar ferro sulfat dalam tablet

- 1) Timbang Berat 10 Sampel Tablet Ferro Sulfat, Kemudian Hitung Berat Rata-Ratanya. Haluskan Sampel Tablet tersebut menggunakan lumpang
- 2) Timbang Saksama Serbuk Tablet setara dengan 300 Mg Ferro Sulfat, Masukkan ke dalam Labu Erlenmeyer 250 ml

$$[\text{Serbuk Tablet Yang Ditimbang} = \frac{300 \text{ mg}}{\text{kadar pd etiket (mg)}} \times \text{Berat Rata-Rata (G)}]$$
- 3) Tambahkan 30 ml Air Suling dan 15 ml Asam Sulfat 2 N, kocok kuat.
- 4) Titrasi hingga warna larutan berubah dari tidak berwarna menjadi pink. Ulangi prosedur ini 2 kali lagi.
- 5) Hitung kadar ferro sulfat (mg/tablet) dan persen kadar yang diperoleh terhadap kadar yang tertera pada etiket/label obat. Cocokkan kadar yang diperoleh tersebut dengan persyaratan yang tertera pada Fi Edisi III.

E. HASIL PENGAMATAN

1. Pembakuan Larutan KMnO₄ 0,1 N

Data Penimbangan dan Titrasi pada Pembakuan

No	Berat (g)	Pembacaan Skala buret		Vol. Titrasi (ml)
		Titik Awal Titrasi	Titik Akhir Titrasi	

2. Penetapan kadar Ferro Sulfat dalam sampel tablet

Karakteristik sampel Uji :

- Merk sampel :
- No. Batch :
- Kadar ferro sulfat/tab sesuai label : mg
- Berat 10 tablet = g
- Berat serbuk tablet yang harus ditimbang : g

Data Penimbangan dan Titrasi pada Penetapan Kadar

No	Berat (g)	Pembacaan Skala buret		Vol. Titrasi (ml)
		Titik Awal Titrasi	Titik Akhir Titrasi	

PERCOBAAN X. Penetapan Kalsium Laktat dengan Metode Kompleksometri

A. TUJUAN :

1. Mahasiswa dapat membuat larutan dinatrium EDTA
2. Mahasiswa dapat membakukan larutan titer dinatrium EDTA menggunakan baku primer kalsium karbonat
3. Mahasiswa dapat menentukan kadar Kalsium Laktat dalam tablet Kalsium Laktat secara titrasi kompleksometri.

B. DASAR TEORI

Titrasi kompleksometri adalah suatu analisis volumetri berdasarkan reaksi pembentukan senyawa kompleks antara ion logam dengan zat pembentuk kompleks (ligan). Ligan yang banyak digunakan adalah dinatrium etilen, dianida tetra asetat (NA₂EDTA).

Salah satu tipe reaksi kimia yang berlaku sebagai dasar penentuan titrimetrik melibatkan pembentukan (formasi) kompleks atau ion kompleks yang larut namun sedikit terdisosiasi. Kompleks yang dimaksud di sini adalah kompleks yang dibentuk melalui reaksi ion logam, sebuah kation, dengan sebuah anion atau molekul netral.

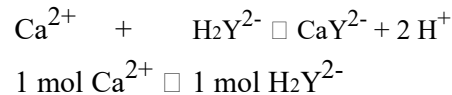
Titrasi kompleksometri juga dikenal sebagai reaksi yang meliputi reaksi pembentukan ion-ion kompleks ataupun pembentukan molekul netral yang terdisosiasi dalam larutan (berdasarkan pembentukan senyawa kompleks antara kation dengan zat pembentuk kompleks). Persyaratan mendasar terbentuknya kompleks demikian adalah tingkat kelarutan tinggi. Selain titrasi kompleks biasa seperti di atas, dikenal pula kompleksometri yang dikenal sebagai titrasi kelatometri, seperti yang menyangkut penggunaan EDTA. Gugus-yang terikat pada ion pusat, disebut ligan, dan dalam larutan air, reaksi dapat dinyatakan oleh persamaan : $M(H_2O)_n + L = M(H_2O)_{(n-1)} L + H_2O$

Sebagai zat pembentuk kompleks yang banyak digunakan dalam titrasi kompleksometri adalah garam dinatrium etilendiamina tetraasetat (dinatrium EDTA). Kestabilan dari senyawa kompleks yang terbentuk tergantung dari sifat kation dan pH dari larutan, oleh karena itu titrasi harus dilakukan pada pH tertentu. Untuk menentukan titik akhir titrasi digunakan indikator logam, yaitu indikator yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan ion logam yaitu Eriochrom Black T (EBT), biru hidrosinaftol, dan jingga xilenol. Titik akhir titrasi ditandai dengan terjadinya perubahan warna ungu menjadi biru.

Titrasi kompleksometri dilakukan dengan beberapa cara tergantung dari reaksi yang terjadi antara senyawa uji dengan baku primer atau baku sekunder diantaranya : titrasi langsung; titrasi kembali; titrasi substitusi; titrasi tidak langsung; dan titrasi alkalimetri.

Prinsip dan Reaksi

Kelebihan dinatrium EDTA sebagai larutan titer pada titrasi kompleksometri adalah kemampuannya untuk membentuk kompleks 1 : 1 dengan ion logam, baik logam valensi 1, 2 atau 3. Untuk garam-garam kalsium (merupakan logam divalen), maka reaksi yang terjadi dapat ditulis sebagai berikut :



Karena alasan tersebut, maka penetapan kadar dengan metode kompleksometri menggunakan kesetaraan mol (larutan titer dinatrium EDTA dalam satuan molaritas/M). Perhitungan didasarkan pada persamaan berikut

$$\text{mmol zat uji} = \text{mmol larutan titer}$$

Dimana : $\text{mmol} = \frac{\text{berat (mg)}}{BM}$ atau $V_{(\text{ml})} \times M$

C. ALAT dan BAHAN

Alat:

- ❖ Erlenmeyer 250 ml
- ❖ Buret 50 ml
- ❖ Labu ukur 500 ml
- ❖ Gelas ukur
- ❖ Gelas kimia 100 ml
- ❖ Neraca analitik
- ❖ Pipet tetes

Bahan:

- ❖ Sampel tablet kalsium laktat
- ❖ Dinatrium EDTA
- ❖ Kalsium karbonat
- ❖ Asam klorida
- ❖ Amoniak
- ❖ Amonium klorida
- ❖ Indikator biru hidroksi naftol
- ❖ Air suling

D. PROSEDUR PERCOBAAN

1. Pembuatan larutan titer dinatrium EDTA 0,05 M

- a. Timbang 9,31 g di natrium EDTA, masukkan ke dalam labu ukur 500 ml.
- b. Tambahkan 100 ml air suling, kocok hingga larut. Kemudian cukupkan volumenya dengan air suling hingga tanda.

2. Pembakuan larutan titer dinatrium EDTA

- a. Timbang saksama 100 mg kalsium karbonat, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 ml.
- b. Larutkan dengan 2 ml larutan HCl 2 N, kemudian tambahkan 25 ml air.
- c. Tambahkan 15 mL larutan dapar NH₄Cl pH 10 (mintalah pada pengawas di laboratorium) dan ± 100 mg indikator biru hidroksi naftol.
- d. Titrasi hingga warna larutan berubah dari violet menjadi biru. Ulangi prosedur ini 2 kali lagi.
- e. Hitung Molaritas(M) larutan titer dinatrium EDTA tersebut, dengan rumus

$$M_{EDTA} = \frac{\text{mg CaCO}_3}{BM_{CaCO_3} \times V_{EDTA}}$$

Dimana :

mg CaCO = berat CaCO₃ yang tertimbang

VEDTA = volume larutan titer EDTA (ml)

BM CaCO₃ = 100,09

Catatan : larutan dapar NH₄Cl pH 10 dibuat dari campuran amonium klorida dan amonia (lihat FI edisi III, hal 665).

3. Penetapan kadar kalsium laktat dalam tablet

- 1) Timbang berat 10 sampel tablet kalsium laktat, kemudian hitung berat rata-ratanya. Haluskan sampel tablet tersebut menggunakan lumpang
- 2) Timbang saksama serbuk tablet setara dengan 300 mg kalsium laktat, masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 ml
- 2) **serbuk tablet yang ditimbang** = $\frac{300 \text{ mg}}{\text{kadar pada label (mg)}} \times \text{berat rata - rata (g)}$
- 3) Tambahkan 30 ml air suling dan 3 ml hel 2 n, kocok kuat.
- 4) Tambahkan 15 ml larutan dapar nh₄cl ph 10 dan ± 100 mg indikator biru hidroksi naftol.
- 5) Titrasi hingga warna larutan berubah dari violet menjadi biru. Ulangi prosedur ini 2 kali lagi.
- 6) Hitung kadar kalsium laktat (mg/tablet) dan persen kadar yang diperoleh terhadap kadar yang tertera pada etiket/label obat. Cocokkan kadar yang diperoleh tersebut dengan persyaratan yang tertera pada fi edisi iii/ iv.
- 7) Hitung dengan rumus :

$$\begin{aligned} \text{Mgrek kalsium laktat} &= V \text{ EDTA} \times N \text{ EDTA} \\ \text{Kalsium laktat dlm sampel} &= V \text{ EDTA} \times N \text{ EDTA} \times \text{BM kalsium laktat} \\ &= V \text{ EDTA} \times N \text{ EDTA} \times 308 \end{aligned}$$

$$\text{Ca laktat pertablet (mg)} = \frac{\text{berat rata-rata pertab}}{\text{berat sampel uji}} \times \text{hasil perhitungan}$$

$$\% \text{ kadar kalsium laktat terhadap label} = \frac{\text{kadar kalsium laktat pertablet hasil perhitungan}}{\text{kadar pada label pertablet (mg)}} \times 100\%$$

Dimana :

V EDTA = volume larutan titer

M EDTA = molaritas larutan titer dinatrium EDTA (hasil perhitungan pada pembakuan)

BM Ca laktat = 308

- 8) kadar kalsium laktat terhadap label dihitung dengan rumus :

$$= \frac{\text{kadar kalsium laktat hasil perhitungan}}{\text{kadar pada label per tablet (mg)}} \times 100\%$$

E. HASIL PENGAMATAN

1. Pembakuan Larutan Dinatrium EDTA

Data penimbangan dan titrasi pada pembakuan

No.	Berat (g)	Pembacaan skala buret		Volume titrasi (ml)
		Titik awal titrasi	Titik akhir titrasi	
1.				
2.				
3.				

2. Penetapan kadar kalsium laktat dalam sampel tablet

Karakteristik sampel uji :

Merk sampel :
 No. Batch :
 Kadar Ca laktat/tab : mg/tab
 Berat 10 tab : g
 Berat rata-rata/tab : g

Serbuk tablet yg harus ditimbang :

$$= \frac{300 \text{ mg}}{\text{kadar pd label (mg)}} \times \text{berat rata-rata/tab}$$

$$= \frac{300 \text{ mg}}{\text{.....mg}} \times \text{.....} \text{ g} = \text{..... g}$$

Data penimbangan dan titrasi pada penetapan kadar

No.	Berat (g)	Pembacaan skala buret		Volume titrasi (ml)
		Titik awal titrasi	Titik akhir titrasi	
1.				
2.				
3.				

REFERENSI

- Anonym, 2003, *Dictionary of Chemistry*, 2nd edition, McGraw Hill.
- Cartika, Harpolia, 2017, *Bahan Ajar Farmasi Kimia Farmasi II*, Kementerian Kesehatan Republik Indonesia
- Depkes RI, 1979, *Farmakope Indonesia Edisi III*, Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan, Jakarta.
- Depkes RI, 1995, *Farmakope Indonesia Edisi IV*, Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan, Jakarta.
- Dirjen POM, 2012. *Farmakope Indonesia edisi V*. Departemen Kesehatan Republik Indonesia
- Hamdani, Syarif, dkk. *Panduan Praktikum Kimia Analisis*. STFI: Bandung
- Harjadi, W. 1993. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Jakarta: Erlangga.
- Harris, Daniel C. 2010. *Quantitative Chemical Analysis Eighth edition*. New York : WH. Freeman and Company
- Ibnu Ghalib G, Rahman., 1999, *Kimia Farmasi Analisis*, Pustaka pelajar : Yogyakarta.
- Khamidinal, 2009, *Teknik Laboratorium Kimia*, Pustaka Pelajar, Jogjakarta
- Khopkar, SM., 2003, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Jakarta: Universitas Indonesia.
- Kithof, M., Sandell, E. B., *Textbook of Quantitative Inorganic Analysis*, 3th ed., The Macmillan Company, New York.
- Martin, Alferd., 1990, *Farmasi Fisik*, UI Press : Jakarta.
- Mursyidi, A., dan Rohman, Abdul, 2006, *Pengantar Kimia Farmasi Analisis Volumetri dan Gravimetri*, Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Oxtoby, dkk., 2001, *Prinsip-prinsip Kimia Modern*, Erlangga : Jakarta.
- Rivai, Harrizul. 1995. *Asas Pemeriksaan Kimia*. Jakarta : UI Press
- Rohman., 2007, *Kimia Farmasi Analisis*, Pustaka pelajar : Yogyakarta.
- Roth, J., Blaschke, G., 1988, *Analisa Farmasi*, UGM Press : Yogyakarta.
- Sudjadi, Abd Rohman, 2012, *Analisis Farmasi*, PustakaPelajar Yogyakarta
- Syukri., 1999, *Kimia Dasar 2*, ITB press : Bandung.
- Svehla.G., 1990, *Analisis Anorganik Kuantitatif*. PT. Kalman media pustaka : Jakarta.
- Svehla, G., 1979, *Vogel's Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*, 5th edition, Longman Scientific and Technical.
- Tim dosen Kimia Dasar, 2007, *Petunjuk Praktikum Kimia Dasar I*, Laboratorium Kimia Dasar FMIPA Unnes
- Tim dosen Pengampu Praktikum Kimia Analitik Dasar, 2018, *Petunjuk Praktikum Kimia Analitik Dasar I*, Laboratorium Kimia Analitik FMIPA UNNES: Semarang
- Underwood, A.L., Day, RA., 1993, *Analisa Kimia Kuantitatif Edisi V*, Erlangga : Jakarta
- Underwood, A.L., R.A. Day. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Kelima*. Jakarta : Erlangga.
- Underwood, A.L., Day, RA., 2002, *Analisa Kimia Kuantitatif Edisi Edisi VI*, Erlangga : Jakarta.
- Vogel, Arthur, 1985, *Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*, Longman Group Limited, London.

Vogel, Arthur, 1989, Textbook of Quantitative Chemical Analysis, 5th ed., Longman Scientific & Technical, New York