

PANDUAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF



Disusun oleh :
STAFF LABORATORIUM
KIMIA FARMASI KUANTITATIF

PROGRAM STUDI D-III ANALIS FARMASI
LABORATORIUM KIMIA FARMASI KUANTITATIF
FAKULTAS FARMASI USU
MEDAN
2019

DAFTAR ISI

Halaman

Daftar isi	i
Kata Pengantar	ii
Peraturan Laboratorium	iii
Peraturan Praktikum	iv
1. Percobaan 1: Titrasi Semi Bebas Air	1
2. Percobaan 2: Titrasi Bebas Air sebagai Basa	8
3. Percobaan3: Titrasi Bebas Air sebagai Asam	10
4. Percobaan4: Titrasi Kompleksometri (Titrasi langsung)	12
5. Percobaan5: Titrasi Kompleksometri (Titrasi tidak langsung)	14
6. Percobaan6: Titrasi Nitrimetri (Indikator dalam)	15
7. Percobaan7: Titrasi Nitrimetri (Indikator luar)	17
8. Percobaan8: Titrasi Iodimetri (Titrasi langsung)	19
9. Percobaan9: Titrasi Iodimetri (Titrasi tidak langsung)	21
10. Percobaan10: Titrasi Bromometri (Titrasi langsung)	23
11. Percobaan11: Titrasi Bromometri (Titrasi tidak langsung)	25
12. Percobaan 12: Titrasi Argentometri (Titrasi pengendapan)	27
13. Percobaan 13: Titrasi Formol	29
14. Contoh Laporan Resmi	30
15. Contoh Laporan Sementara	33
16. Contoh Laporan Praktikum Spektrofotometri UV	36
17. Contoh Laporan Praktikum Spektrofotometri Visible	39
18. Personalia	42

KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah atas selesainya penyusunan Buku Pedoman Praktikum Kimia Farmasi Kuantitatif ini. Buku Pedoman Praktikum disusun oleh Staf Laboratorium Kimia Farmasi Kuantitatif Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utara sesuai dengan Kurikulum Berbasis Kompetensi dengan tujuan membantu para mahasiswa / praktikan agar mudah mengerti dan menguasai baik teori maupun praktek dalam Kimia Farmasi Kuantitatif, sehingga setelah selesai melakukan praktikum, para mahasiswa memiliki kompetensi di bidang Analisis Obat menggunakan metode Volumetris dan Spektrofotometer ultra violet dan visible.

Kepada Teman Sejawat / Staf Kimia Farmasi Kuantitatif Fakultas Farmasi USU diucapkan terima kasih atas partisipasinya dalam menyelesaikan Buku Pedoman Praktikum Kimia Farmasi Kuantitatif ini. Kepada para Mahasiswa / Praktikan dianjurkan agar membaca literatur / referensi yang dicantumkan pada GBPP bagian / halaman terakhir dari Buku Pedoman Praktikum Kimia Farmasi Kuantitatif ini untuk dapat lebih menguasai bidang Kimia Farmasi Kuantitatif.

Semoga dari Buku Pedoman Praktikum yang sederhana ini dapat diambil manfaat yang sebesar-besarnya dalam penguasaan ilmu Kimia Farmasi Kuantitatif yang kelak akan lebih berperan di dalam bidang Quality Control (Q.C.) di industry Farmasi.

Medan, February 2019
Laboratorium Kimia Farmasi Kuantitatif,

(Staf Kimia Farmasi Kuantitatif)

PERATURAN LABORATORIUM

1. Praktikan hanya boleh melakukan praktikum sesuai dengan jadwal yang telah ditentukan. Diluar waktu yang telah ditentukan, praktikum dianggap tidak sah .
2. Praktikan harus hadir 15 menit sebelum praktikum dimulai, Praktikan yang terlambat harus meminta izin kepada staf Dosen yang bertugas.
3. Pada waktu bekerja di laboratorium, praktikan wajib memakai jas praktikum.
4. Tidak diperbolehkan memakai kaos, sandal, sepatu sandal atau flats shoes.
5. Praktikan yang meninggalkan praktikum sebelum waktu usai, harus meminta izin kepada Dosen yang bertugas.
6. Selama praktikum berlangsung tidak dibenarkan untuk merokok, makan, minum, membuat keributan, mengkantongi handphone dan mengganggu jalannya praktikum.
7. Setiap selesai Praktikum, alat-alat dan meja praktikum harus dibersihkan.
8. Tidak boleh menggunakan peralatan (Neraca Listrik dan Spektrofotometer) tanpa seizin Dosen yang bertugas, dan harus menuliskan nama pemakaian pada buku catatan pemakaian alat.
9. Praktikan diwajibkan memelihara peralatan laboratorium dan menghemat penggunaan zat – zat kimia, pereaksi dan aquadest.
10. Bila didalam laboratorium terjadi sesuatu yang berbahaya, segera melapor kepada Dosen yang bertugas. Bila dalam praktikum menemui kesulitan atau kesukaran, mintalah petunjuk dari Dosen yang bertugas.
11. Setiap Praktikan bertanggung jawab atas kebenaran pereaksi yang dibuat bersama grupnya dan tidak dibenarkan memakai pereaksi dari group lain.
12. Praktikan dianjurkan memeriksa dan mencocok kan alat-alat dengan daftarnya setiap selesai praktikum. Bila ternyata tidak cocok (hilang atau pecah) agar secepatnya diganti.
13. Praktikan diwajibkan mengganti alat-alat yang pecah atau hilang (tanggung jawab grup).
14. Setelah program praktikum selesai dilaksanakan. Praktikan harus segera mengembalikan alat-alat yang dipinjam.

Medan, February 2019
Laboratorium Kimia Farmasi Kuantitatif,

(Staf Kimia Farmasi Kuantitatif)

PERATURAN PRAKTIKUM

1. Praktikan dibagi atas grup, tiap grup terdiri dari 3-4 praktikan. Grup bertanggung jawab atas peralatan yang dipinjam.
2. Praktikan harus membuat laporan praktikum. Laporan praktikum terdiri dari laporan sementara dan laporan resmi.
Laporan sementara :
 - a) Dibuat dalam buku laporan sementara.
 - b) Disusun sesuai dengan contoh (terlampir), tulis tangan, minus data-data
 - c) Buku laporan sementara harus ditunjukkan pada staf yang bertugas tiap masuk laboratorium. Tanpa laporan sementara tidak diizinkan praktikum;
 - d) Laporan sementara yang lengkap (hasil penetapan telah ada) diserahkan selesai percobaan.Laporan resmi :
 - a. Dibuat dalam kertas double folio;
 - b. Disusun sesuai laporan sementara plus pembahasan hasil kerja;
 - c. Tulis tangan, diserahkan pada minggu berikutnya
3. Praktikan harus menyediakan wadah tempat sampel. Pengumpulan wadah sampel selambat lambatnya satu hari sebelum hari penimbangan sampel (lihat jadwal penimbangan)
4. Sampel dapat diambil dua hari sebelum praktikum
5. Pereaksi dibuat bersama-sama. Tiap grup bertanggung jawab atas kebenaran pereaksi yang dibuat.
6. Setiap data yang didapat harus ditunjukkan dan disahkan/diparaf dosen yang bertugas. Data yang dimaksud adalah penimbangan/pembuatan baku primer, volum standarisasi, baku sekunder, Normalitas baku sekunder, penimbangan/volum sampel dan volum titrasi sampel.
7. Bagi praktikan yang tidak memenuhi ketentuan-ketentuan pada butir 3, 4, 5, 6, dan 7, tidak diizinkan mengikuti praktikum.
8. Praktikan yang berhalangan mengikuti praktikum diwajibkan memberikan keterangan tertulis atau surat keterangan dokter bila sakit.
9. Praktikum ulangan tidak ada. Bagi yang tidak mengikuti percobaan karena tidak hadir diberi waktu melengkapinya. Bila belum responsi, harus responsi lebih dulu.
10. Hal-hal yang belum diatur dalam peraturan ini, akan diatur kemudian
11. Peraturan ini berlaku sejak ditetapkan dan akan diubah jika ternyata terdapat kekeliruan.

Medan, Februari 2019

Laboratorium Kimia Farmasi Kuantitatif

(Staf Kimia Farmasi Kuantitatif)

PERCOBAAN 1

TITRASI SEMI BEBAS AIR

1. Tujuan Instruksional Khusus :

Dapat melakukan penetapan kadar asam / basah lemah ($pK_a / pK_b < 7$) yang sukar / kurang larut dalam air dengan metode titrasi asam basa (netralisasi) menggunakan pelarut campuran air dan metanol / aseton.

2. Prinsip

Titration semi bebas air adalah titration asam basa (netralisasi), pelarut yang dipakai adalah campuran air dan etanol atau aseton. Metode ini dipakai untuk menentukan kadar asam atau basa lemah ($pK_a / pK_b < 7$) tetapi kurang larut dalam air. Penetapan kadar asam benzoat ($pK_a = 4,2$), asam salisilat ($pK_a = 3,0$) dan sulfadiazin ($pK_a = 6,5$). Pentiter yang digunakan adalah larutan NaOH 0,1 N dalam air dan sebagai indikator dipakai fenolftalein atau merah fenol oleh karena pH pada titik ekuivalen ± 8 .

3. Penetapan Kadar Asam Benzoat (F.I. Ed. III Halaman 49)

Timbang seksama 500 mg , larutkan dalam 15ml etanol 95% , tambahkan 20 ml air. Titrasi dengan NaOH 0,1 N menggunakan indikator larutan merah fenol sampai timbul warna merah jambu yang mantap. 1 ml NaOH 0,1N setara dengan 12,21 mg asam benzoat (BM = BE = 122,12). Lakukan percobaan blanko (ganti etanol netral).

4. Penetapan Kadar Asam Salisilat (F.I. Ed. II Halaman 24)

Lebih kurang 250 mg yang ditimbang seksama, larutkan dalam 15 ml etanol 95%, tambahkan 20 ml air. Titrasi dengan larutan NaOH 0,1 N menggunakan indikator larutan merah fenol sampai timbul warna merah jambu yang mantap. 1 ml NaOH 0,1 N setara dengan 13,81 MG ASAM SALISILAT (BM = BE = 138,12). Lakukan percobaan blanko (ganti etanol netral).

5. Perhitungan

Kadar zat dalam sampel ; $(V_s - V_b) \times BE \times 1/BS \times 100\%$

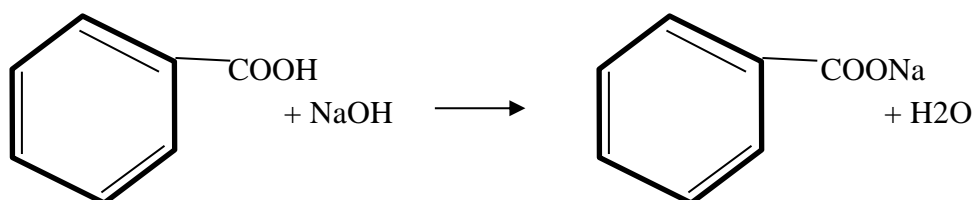
V_s = volume titrasi sampel

BE = Berat Ekuivalen

V_b = Volume titrasi blanko

BS = Berat Sampel

6. Reaksi



Asam bervalensi 1, maka 1 mol = 1 gram. Oleh karena itu BM = BE

7. Pembuatan Pereaksi

Larutan standar NaOH 0,1 N

Larutkan 4 gr pellet NaOH dalam air bebas CO₂ secukupnya hingga 1 liter

Larutan indikator fenolftalein

Larutkan 200 mg fenolftalein dalam 60 ml etanol 90 %, tabahkan akuades sampai 100 ml.

8. Pembakuan

- Timbang seksama 160 mg kalium biftalat yang sebelumnya telah diserbuk dan dikeringkan pada suhu 28°C selama 2 jam
- Larutkan dalam 25 ml air bebas CO₂
- Tambahkan 2-3 tetes indikator larutan fenolftalein
- Titrasi dengan larutan NaOH sampai terjadi warna merah jambu yang mantap.

9. Perhitungan

- Miligrek kalium biftalat miligrek = NaOH
- Berat (mg) kalium biftalat x 1/BE = V x N
- Normalitas NaOH = mg/204,2 x 1/V

10. Pertanyaan

1. Berapa pH pada titik ekivalen untuk sampel anda?
2. Berapa pH pada titik akhir titrasi untuk sampel anda?
3. Jelaskan definisi asidi / alkalimetri!
4. Jelaskan teori asam / basa menurut Arrhenius, Bronsted dan Lewis! Berikan contoh reaksi nya?
5. Apa yang dimaksud dengan Titrasi Semi Bebas Air (TSBA)? Cara ini dipakai untuk apa?
6. Apa yang dimaksud dengan Titrasi Bebas Air (TBA)? Cara ini dipakai untuk apa?
7. Berdasarkan sifatnya pelarut bebas air dapat dibagi atas berapa golongan? Sebutkan dan jelaskan masing-masing golongan!
8. Dalam beberapa hal diperlukan pelarut campur, kenapa? Jelaskan!
9. Untuk mentitrasi basa lemah secara TBA dapat dipakai beberapa pelarut, jelaskan!
10. Untuk mentitrasi asam lemah secara TBA dapat dipakai beberapa pelarut, jelaskan!
11. Sebutkan pentiter yang bersifat asam kuat dan basa kuat!
12. Sebutkan indikator-indikator yang digunakan untuk Penetapan Kadar (PK) basa lemah dan PK asan lemah!
13. Apa gunanya penambahan Hg asetat pada PK senyawa garam HCl atau HBr?
14. Bagaimana cara menghitung jumlah asam cuka anhidrida yang perlu ditambahkan untuk 1 Liter asam cuka, supaya diperoleh asam cuka bebas air.
Berat Jenis asam cuka = 1,08
Berat Molekul (BM) air = 18,016
BM asam cuka anhidrida = 102,09
Kadar air = 2,52 (b/b)
15. Pada pembuatan larutan Na Metoksida, kenapa harus direndam dalam air es?

PERCOBAAN 2

TITRASI BEBAS AIR SEBAGAI BASA

1. Tujuan Instruksional Khusus:

Dapat melakukan penetapan kadar asam/basa lemah ($pK_a/pK_b > 7$) atau garamnya dengan metode titrasi asam basa (netralisasi) memakai pelarut bebas air.

2. Prinsip

Titration asam basa (netralisasi) yang memakai pelarut bukan air (Non Aqueous Acid-Base Titration). Metode ini terutama dipakai untuk penetapan kadar asam/basa lemah dengan $pK_a/pK_b > 7$. Asam atau basa diatas bila dititrasi dengan pelarut air, maka titik akhir titrasi tidak dapat diamati dengan jelas karena kurva titrasi yang landai, yakni pada titik ekuivalen tidak terjadi perubahan pH yang tajam/mencolok sehingga tidak ada indikator yang sesuai untuk menunjukkan titik akhir titrasi. Disamping itu juga air sebagai medium titrasi (pelarut) bersifat amfoter. Dengan asam bersifat basa dan dengan basa bersifat asam dengan $K_a = 10^{-7}$ dan $K_b = 10^7$. Dengan demikian terjadi kompetisi dari H^+ asal air dan H^+ asal asam dalam beraksi dengan OH^- . Demikian juga sebaliknya pada titrasi basa dengan asam, terjadi kompetisi OH^- dari air dan OH^- dari basa untuk bereaksi dengan H^+ . Jadi jelaslah bahwa asam/basa lemah ($pK_a/pK_b > 7$) tidak dapat dititrasi dalam pelarut air sebab air menyaingi sifat asam atau basa dari sampel. Oleh karena itu pelarut air diganti. Untuk titrasi asam lemah dipakai pelarut yang relatif tidak bersifat basa dan untuk titrasi basa lemah dipakai pelarut yang relatif tidak bersifat asam.

3. Penetapan Kadar Efedrin HCl (F. I. Ed. III hal. 237)

Timbang seksama 170 mg, larutkan dalam 5 ml larutan merkuri asetat 6%, hangatkan. Tambahkan 50 ml aseton. Tambahkan 2-3 tetes indikator merah metil, titrasi dengan kalium perklorat 0,1 N sampai warna merah. 1 ml asam perklorat 0,1 N setara dengan 20,17 mg efedrin HCl (BM = BE = 201,70)

4. Penetapan Kloramfenikol Maleat (F. I. Ed. III hal. 153)

Timbang seksama 500 mg, larutkan dalam asam asetat glasial, tambahkan 2-3 tetes indikator kristal violet, titrasi dengan asam perklorat 0,1 N sampai warna biru/hijau, 1 ml asam perklorat 0,1 N setara dengan 19,54 mg kloramfeniramin maleat (BM = 2 BE = 390,87).

5. Penetapan Papaverin HCl (F. I. Ed. III hal. 473).

Timbang seksama 600 mg, larutkan dalam 10 ml asam asetat glasial, tambahkan 5ml larutan merkuri asetat 6 % tambahkan 2-3 tetes indikator kristal violet, titrasi dengan asam perklorat 0,1 N sampai warna biru/hijau. 1 ml asam perklorat 0,1 N setara dengan 37,59 mg Papaverin HCl (BM = BE = 375,86).

6. Penetapan Kadar

- Timbang seksama 150-250 mg sampel.
- Larutkan dalam 10 ml asam asetat glasial.
- Bila berupa garam HCl, tambahkan 5 ml larutan merkuri asetat 6%.
- Tambahkan 2-3 tetes indikator larutan kristal violet.

- Titrasi dengan asam perklorat 0,1 N sampai timbul warna biru/hijau yang mantap.
- Buat percobaan blanko (ganti asam asetat bebas air).

7. Perhitungan

Kadar zat dalam sampel ; $(V_s - V_b) \times BE \times 1/BS \times 100\%$

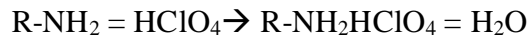
V_s = volume titrasi sampel

BE = Berat Ekuivalen

V_b = Volume titrasi blanko

BS = Berat Sampel

8. Reaksi



Basa bervalensi 1, maka 1 mol = 1 grek. Oleh karena itu BM = BE

9. Pembuatan Pereaksi

Larutan standar asam perklorat 0,1 N. campur 4,25 ml asam perklorat 70% dengan asam asetat glasial secukupnya hingga 1 liter.

Larutan indikator kristal violet. Larutkan kristal violet 0,2% dalam asam asetat glasial.

10. Pembakuan

- Timbang seksama 160 mg kalium biftalat yang sebelumnya telah diserbukan dan dikeringkan pada suhu 28°C selama 2 jam.
- Larutkan dalam 2,5 ml asam asetat glasial.
- Tambahkan 2-3 tetes indikator larutan kristal violet.
- Titrasi dengan asam perklorat sampai terjadi warna biru yang mantap.

11. Perhitungan ;

Miligrak kalium biftalat = miligrak NaOH

Berat (mg) kalium biftalat $\times 1/BE = V \times N$

Normalitas asam perklorat = $mg/204,2 \times 1/V$

12. Pertanyaan :

1. Kenapa titrasi dilakukan dalam medium bukan air?
2. Kenapa garam HCl tidak dapat langsung dititrasi?
3. Apa yang dimaksud dengan amfoter?

PERCOBAAN 3

TITRASI BEBAS AIR SEBAGAI ASAM

1. Tujuan Instruksional Khusus:

Dapat melakukan penetapan kadar asam/basa lemah ($pK_a/pK_b > 7$) atau garamnya dengan metode titrasi asam basa (netralisasi) memakai pelarut bebas air.

2. Prinsip

Titration asam basa (netralisasi) yang memakai pelarut bukan air (Non Aqueous Acid-Base Titration). Metode ini terutama dipakai untuk penetapan kadar asam/basa lemah dengan $pK_a/pK_b > 7$. Asam atau basa diatas bila dititrasi dengan pelarut air, maka titik akhir titrasi tidak dapat diamati dengan jelas karena kurva titrasi yang landai, yakni pada titik ekuivalen tidak terjadi perubahan pH yang tajam/mencolok sehingga tidak ada indikator yang sesuai untuk menunjukkan titik akhir titrasi. Disamping itu juga air sebagai medium titrasi (pelarut) bersifat amfoter. Dengan asam bersifat basa dan dengan basa bersifat asam dengan $K_a = 10^{-7}$ dan $K_b = 10^7$. Dengan demikian terjadi kompetisi dari H^+ asal air dan H^+ asal asam dalam beraksi dengan OH^- . Demikian juga sebaliknya pada titrasi basa dengan asam, terjadi kompetisi OH^- dari air dan OH^- dari basa untuk bereaksi dengan H^+ . Jadi jelaslah bahwa asam/basa lemah ($pK_a/pK_b > 7$) tidak dapat dititrasi dalam pelarut air sebab air menyaingi sifat asam atau basa dari sampel. Oleh karena itu pelarut air diganti. Untuk titrasi asam lemah dipakai pelarut yang relatif tidak bersifat basa dan untuk titrasi basa lemah dipakai pelarut yang relatif tidak bersifat asam.

3. Penetapan Kadar Salisilamida (F. I. Ed. III hal. 563).

Timbang seksama 500 mg, larutkan dalam 30 ml dimetilformida (DMF) yang baru dinetralkan yang mengandung beberapa tetes larutan biru timol. Titrasi dengan natrium metoksida 0,1 N hingga warna biru. Lakukan penetapan blanko. 1 ml natrium metoksida 0,1 N setara dengan 13,72 mg salisilamida ($BM = BE = 137,14$).

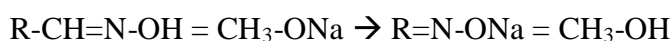
Penetapan Kadar Furosemida (F. I. Ed. III hal. 263)

Timbang seksama 500 mg, larutkan dalam 40 ml diometilformida (DMF), dan titrasi dengan NaOH 0,1 N menggunakan indikator larutan biru bromtimol. Lakukan penetapan blanko 1 ml NaOH 0,1 N setara dengan 33,08 mg furosemida ($BM = BE = 330,74$).

Penetapan Kadar Sulfadiazine (Higuchi hal. 151)

Timbang seksama 500 mg, larutkan dalam 30 ml dimetilformida (DMF), tambahkan 2-3 tetes indikator biru timol, titrasi dengan natrium metoksida 0,1 N hingga warna biru. 1 ml natrium metoksida 0,1 N setara dengan 25,03 mg sulfadiazine ($BM = BE = 250,27$).

4. Reaksi :



Asam bervalensi 1, maka 1 grol = 1 grek. Oleh karena itu $BM = BE$

Pertanyaan :

- a. Kenapa melarutkan logam Natrium harus didinginkan dalam es?

b. Kenapa harus dilakukan percobaan blanko?

5. Pembuatan Pereaksi

- Larutan standar natrium metoksida 0,1 N
- Tiap liter natrium metoksida mengandung 2,701 gram natrium metoksida.
- Didinginkan dalam air es 150 ml metanol yang terdapat dalam labu tentukur 1 liter.
- Tambahkan sedikit demi sedikit 2,701 gram natrium metoksida segar.
- Jika telah larut tambahkan benzen secukupnya hingga 1 liter, campur, simpan terlindung dari kelembaban dan karbondioksida.

6. Pembakuan :

- Timbang seksama 200 mg asam benzoat
- Larutkan dalam 20 ml dimetilformida
- Tambahkan 2-3 tetes indikator larutan biru timol
- Titrasi dengan natrium metoksida sampai terjadi warna biru yang mantap
- Lakukan penetapan blanko

7. Perhitungan :

- Miligrek asam benzoat = miligrek natrium metoksida
- Berat (mg) asam benzoat $\times 1/BE = V \times N$
- Normalitas natrium metoksida = $mg/204,2 \times 1/V$

Larutan indikator biru timol. Hangatkan 100 mg biru timol dengan 4,3 ml NaOH 0,1 N dan 5 ml etanol 90%. Jika telah larut, tambahkan etanol 20% secukupnya hingga 250 ml.

8. Pertanyaan :

1. Apa perbedaan titrasi bebas air sebagai asam dan titrasi bebas air sebagai basa?
2. Bagaimana cara kita menentukan kapan menggunakan titrasi bebas air dan titrasi semi bebas air?

PERCOBAAN 4
TITRASI KOMPLEKSOMETRI
(Titration Langsung)

1. Tujuan Instruksional Khusus

Dapat melakukan penetapan kadar senyawa logam dengan metode titrasi kompleksometri baik secara titrasi langsung maupun tidak langsung

2. Prinsip

Titration kompleksometri adalah titration berdasarkan pembentukan senyawa kompleks antara kation (ion logam) dengan zat pembentuk kompleks. Sebagai zat pembentuk kompleks yang banyak digunakan dalam titration kompleksometri adalah garam dinatriumetilendiamina tetraasetat (dinatrium EDTA). Kestabilan dari senyawa kompleks yang terbentuk tergantung dari sifat kation (ion logam) dan pH dari larutan, oleh karena itu titration harus dilakukan pada pH tertentu. Untuk menetapkan titik akhir titration digunakan indikator logam, yaitu indikator yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan logam. Ikatan kompleks antara indikator dan ion logam harus lebih lemah daripada ikatan kompleks antara larutan titer dengan ion logam. Larutan indikator bebas mempunyai warna yang berbeda dengan larutan kompleks indikator.

Untuk logam yang dengan cepat membentuk senyawa kompleks biasanya titration dilakukan secara langsung, sedang yang lambat membentuk senyawa kompleks dilakukan titration kembali (tak langsung)

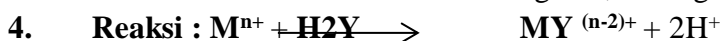
3. Penetapan kadar kalsium glukonat (F.I.Ed.III hal 122).

Timbang seksama 400 mg, larutkan dalam 100 ml air. Titration dengan dinatrium edetat 0.05 M, dan pada lebih kurang 2 ml sebelum titik akhir titration, tambahkan 4 ml larutan NaOH 30 % dan 100 mg kalsion kalsion atau asam karboksilat kalsion kalsion. Lanjutkan titration hingga warna larutan berubah dari merah jambu menjadi biru. 1 ml dinatrium edetat 0.05 M setara dengan 22.42 mg Ca. Glukonat (BM+BE+448,4)

Penetapan kadar magnesium karbonat berat (F.I.Ed.III hal 352).

Timbang seksama 180 mg, larutkan dalam 2 ml asam klorida encer lalu encerkan dengan air sampai 10 ml. Tambahkan 5 ml larutan dapar amonium klorida pH 10. Titration dengan dinatrium edetat 0.05 M menggunakan indikator lebih kurang 100 mg hitam mordan kalsion hingga warna larutan berubah dari violet menjadi hijau.

1 ml dinatrium edetat 0.05 M setara dengan 2,015 mg MgO (BM=BE= 40,30)



1 ion logam bervalensi n (berapa saja) ttp bereaksi dengan 1 molekul dinatrium edetat, maka 1 grol = 1 grek. Oleh karena ini BM=BE, jadi Molaritas = Normalitas

5. Pembuatan pereaksi

Larutan standar dinatrium edetat 0.05 N

Larutkan 18,61 gr dinatrium edetat (BM=372,25) dalam air secukupnya sampai 1 liter

6. Pembakuan :

- Timbang seksama 220 mg $ZnCl_2 \cdot 7 H_2O$ (BM=287,6)
- Larutkan dalam 25 ml air, tambahkan 5 ml dapar amonium klorida pH 10
- Tambahkan 50 mg campuran indikator EBT dalam NaCl (larutan akan berwarna ungu)
- Titrasi dengan dinatrium edetat sampai terjadi warna biru yang mantap.

7. Perhitungan :

Miligról $ZnCl_2 \cdot 7 H_2O$ = miligról dinatrium edetat

Berat (mg) $ZnCl_2 \cdot 7 H_2O \times 1/BE = V \times N$

Normalitas dinatrium edetat = $mg/287,6 \times 1/V$

8. Pembuatan dapar ammonium klorida pH 10

Larutkan 7,0 gram ammonium klorida dalam 57 ml amonia, encerkan dengan air secukupnya hingga 100 ml

9. Pembuatan indikator Eriochrom Black T (EBT)

Campur 10 mg EBT dengan 1 gram NaCl, gerus sampai homogen

10. Pertanyaan :

1. Kenapa pH harus dipertahankan ?
2. Kenapa molaritas sama dengan normalita?
3. Jelaskan definisi kompleksometri!
4. Jelaskan prinsip titrasi kompleksometri!
5. Jelaskan prosedur titrasi kompleksometri secara langsung !
6. Jelaskan prosedur titrasi kompleksometri secara tidak langsung !
7. Sebutkan indikator yang digunakan pada titrasi kompleksometri untuk a) pH 1-3, b) pH 4-6, c) pH 8-12, d) $pH \geq 12$!
8. Sebutkan buffer yang digunakan pada titrasi kompleksometri !
9. Apa yang saudara ketahui mengenai : Heksamin dan Salmiak ?
10. Kenapa pada titrasi kompleksometri pH selalu dipertahankan ?
11. Jelaskan cara pembuatan indikator EBT, Calcon dan XO !
12. Bagaimana cara menentukan TAT pada titrasi kompleksometri langsung dan tidak langsung ?
13. Apa kelebihan dan kekurangan titrasi kompleksometri secara langsung dan titrasi kompleksometri secara tidak langsung?

PERCOBAAN 5
TITRASI KOMPLEKSOMETRI
(Titrasi tak langsung)

1. Tujuan instruksional khusus :

Dapat melakukan penetapan kadar senyawa logam dengan metode titrasi kompleksometri baik secara titrasi langsung maupun tidak langsung

2. Prinsip :

Titrasi kompleksometri adalah titrasi berdasarkan pembentukan senyawa kompleks antara kation (ion logam) dengan zat pembentuk kompleks. Sebagai zat pembentuk kompleks yang banyak digunakan dalam titrasi kompleksometri adalah garam dinatriumetilendiamina tetraasetat (dinatrium EDTA). Kestabilan dari senyawa kompleks yang terbentuk tergantung dari sifat kation (ion logam) dan pH dari larutan, oleh karena itu titrasi harus dilakukan pada pH tertentu. Untuk menetapkan titik akhir titrasi digunakan indikator logam, yaitu indikator yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan logam. Ikatan kompleks antara indikator dan ion logam harus lebih lemah daripada ikatan kompleks antara larutan titer dengan ion logam. Larutan indikator bebas mempunyai warna yang berbeda dengan larutan kompleks indikator.

Untuk logam yang dengan cepat membentuk senyawa kompleks biasanya titrasi dilakukan secara langsung, sedang yang lambat membentuk senyawa kompleks dilakukan titrasi kembali (tak langsung)

3. Penetapan kadar aluminium kalium sulfat (F.I.Ed.III hal 81)

Timbang seksama 340 mg, larutkan dalam 20 ml air. Tambahkan 30 ml dinatrium edetat 0.05 M dan 100 ml air, panaskan di atas tangas air selama 10 menit, dinginkan, ditambahkan 5 gram heksamina. Titrasi dengan timbal nitrat menggunakan indikator 0,4 ml larutan jingga xilenol. 1 ml dinatrium edetat 0.05 M setara dengan 23,72 mg $KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$ (BM=BE=474,39)

4. Perhitungan

Kadar zat dalam sampel : $(V \times M)_{\text{edta}} - (V \times M)_{\text{MgCl}_2} \times \text{BM} \times 1/\text{BS} \times 100 \%$
BM = berat molekul , BS = berat sampel

5. Pembuatan pereaksi

Larutan standar dinatrium edetat 0.05 N

Larutkan 18,61 gr dinatrium edetat (BM=372,25) dalam air secukupnya sampai 1 liter

Larutan Dapar amonium klorida pH 10

Larutkan 7,0 gram amonium klorida dalam 57 ml amonia, encerkan dengan air secukupnya hingga 100 ml

Larutan standar primer $MgCl_2$

Larutkan 10,165 gram $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ dalam labu tentukur dengan air sampai 1 liter

PERCOBAAN 6
TITRASI NITRIMETRI
(Indikator Dalam)

1. Tujuan instruksional

Dapat melakukan penetapan kadar senyawa amin aromatis primer, amin aromatis sekunder yang dapat dihidrolisa menjadi dmin aromatis primer dengan metode titrasi nitrimetri baik dengan indikator dalam maupun indikator luar

2. Prinsip

Titrasi nitrimetri adalah titrasi berdasarkan pembentukan garam diazonium antara amin primer aromatis dengan natrium nitrit dalam suasana asam klorida. Titik akhir titrasi ditandai oleh kelebihan natrium nitrit yang dapat ditentukan dnegan 2 cara :

a. Indikator Dalam

Campuran tropeolin OO dan metilen blue. Dalam suasana asam, tropeolin OO berwarna merah sedang metil biru berwarna biru, maka warna campuran adalah berwarna ungu. Dengan kelebihan 1 tetes natrium nitrit maka tropeolin OO akan teroksidasi menjadi kuning, sehingga warna campuran berubah menjadi hijau (biru campur kuning)

Titrasi dengan indikator dalam dapat dilakukan pada suhu kamar, untuk ini memerlukan KBr sebagai katalis. Untuk preparasi amin aromatis primer yang tak berwarna

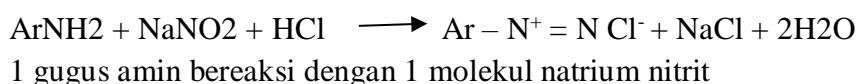
b. Indikator Luar

Pasta kanji KI. Kelebihan natrium nitrit akan bereaksi dengan KI menghasilkan I₂ yang dengan amilum membentuk warna biru. Titrasi dilakukan pada suhu rendah, dibawah 15⁰C, untuk ini erlenmeyer / labu titrasi direndam dalam air campuran garam. Titrasi dilakukan pelan pelan / tetes demi tetes dimana tiap penambahan harus dikocok karena reaksi berjalan lambat. Asam klorida yang dipakai harus cukup, krena diperlukan untuk melarutkan sampel, mengubah natrium nitrit menjadi asam nitrit dan membentuk garam diazonium. Sebelum titrasi dilakukan titrasi orientasi. Untuk preparta amin aromatis primer yang berwarna

3. Penetapan kadar sulfadiazine (sulfa sulfa)

Timbang seksama 500 mg, larutkan dalam 50 ml HCl 10%, kocok sampai semua sulfadiazine larut. Tambahkan lagi 1 gr KBr, 5 tetes indukator tropeolin OO dan 3 tetes metil biru. Titrasi dengan larutan natrium nitrit 0,1 N sampai terbentuk warna hijau / biru hijau. 1ml natrium nitrit 0.1 M setara dengan 25.027 mg sulfadiazine (BM=BE = 250,27)

4. Reaksi :



5. Pembuatan pereaski

Larutan standar natrium nitrit 0.05 N

- Larutkan 3,75 gr natrium nitrit dalam air secukupnya sampai 1 liter

6. Pembakuan

- Timbang seksama 200 mg asam sulfanilat (BM=173,20)
- Larutkan dalam 25 ml air, tambahkan tetes demi tetes amonium 25% sampai semua asam sulfamilat larut
- Tambahkan 20 ml HCL 10 % 5 tetes indikator tropeolin OO dan 3 tetes indikator metil biru
- Titrasi dengan natrium nitrit sambil dikocok samapi terjadi warna hijau yang mantap

7. Perhitungan :

- Miligrek asam sulfanilat = miligrek natrium nitrit
- Berat (mg) asam sulfanilat x $1/BE = V \times N$
- Normalitas natrium nitrit = $mg/173,2 \times 1/V$

8. Pembuatan :

- Asam klorida 10%. Encerkan 30 ml HCL 35 % dengan air secukupnya sampai 100 ml
- Indikator tropeolin OO. Larutkan 50 mg tropeolin OO dalam air sampai 50 ml
- Indikator metil biru. Larutkan 50 mg metil biru dalam air sampai 50 ml

9. Pertanyaan :

- a. Kenapa HCL yang dipakai harus berlebihan ?
- b. Titrasi dengan indikator dalam untuk sampel yang bagaimana ?
- c. Apa yang dimaksud dengan titrasi nitrimetri ?
- d. Bagaimana prinsip titrasi nitrimetri dan berikan reaksinya !
- e. Sebutkan indikator yang digunakan pada titrasi nitrimetri dan perubahan warna pada titik akhir titrasi !
- f. Pada titrasi menggunakan indikator luar : Jelaskan mengapa temperatur pada waktu titrasi dilakukan $< 15^{\circ}\text{C}$?
- g. Bagaimana caranya untuk memperoleh temperatur $< 15^{\circ}\text{C}$?
- h. Jelaskan apa gunanya penambahan asam dalam jumlah yang banyak !
- i. Bagaimana caranya penambahan larutan pentiter, mengapa harus demikian ?
- j. Bagaiman menentukan titik akhir titrasi ?
- k. Berikan mekanisme reaksi pada titrasi nitrimetri dengan indikator dalam !
- l. Jelaskan senyawa-senyawa apa saja yang dapat ditentukan kadarnya dengan titrasi nitrimetri !

PERCOBAAN 7
TITRASI NITRIMETRI
(Indikator Luar)

1. Tujuan instruksional khusus :

Dapat melakukan penetapan kadar senyawa logam dengan metode titrasi kompleksometri baik secara titrasi langsung maupun tidak langsung

2. Prinsip :

Titration kompleksometri adalah titrasiberdasarkan pembentukan senyawa kompleks antara kation (ion logam) dengan zat pembentuk kompleks. Sebagai zat pembentuk kompleks yang banyak digunakan dalam titrasi kompleksometri adalah garam dinatriumetilendiamina tetraasetat (dinatrium EDTA). Kestabilan dari senyawa kompleks yang terbentuk tergantung dari sifat kation (ion logam) dan pH dari larutan, oleh karena itu titrasi harus dilakukan pada pH tertentu. Untuk menetapkan titik akhir titrasi digunakan indikator logam, yaitu indikator yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan logam. Ikatan kompleks antara indikator dan ion logam harus lebih lemah daripada ikatan kompleks antara larutan titer dengan ion logam. Larutan indikator bebas mempunyai warna yang berbedda dengan larutan kompleks indikator.

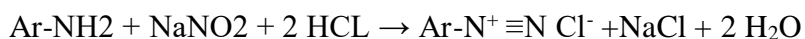
Untuk logam yang dengan cepat membentuk senyawa kompleks biasanya titrasi dilakukan secara langsung, sedang yang lambat membentuk senyawa kompleks dilakukan titrasi kembali (tak langsung)

3. Penetapan kadar sulfadiazine (sulfa-sulfa)

Timbang seksama 500 mg, larutkan dalam 50 ml HCL 10% kocok sampai semua sulfadiazin larut. Rendam erlenmeyer dalam es campur garam. Titrasi perlahan-lahan dengan larutan natrium nitrit 0,1 N. Dekat titik akhir celupkan batang pengaduk runcing ke dalam titrat, lalu goreskan pada pasta kanji KI yang terdapat diatas porselin putih. Penggoresan diulang sampai diperoleh warna biru. Titrasi selesai bila setelah didiamkan selama 1 menit dan digorekan lagi masih terjadi warna biru. Sebelum titrasi lakukan orientasi, sama seperti diatas, hanya penggoresan dimulai setelah volum titrasi 2,5 ml dan penggoresan selanjutnya tiap penambahan 0,3-0,5 ml pentiter sampai diperoleh warna biru.

1 ml natrium nitrit 0,1 M setara dengan 25,027 mg sulfadiazine
(BM=BE=250,27)

4. Reaksi :



1 gugus amin bereaksi dengan 1 molekul natrium nitrit

5. Pembuatan pereaksi

Larutan standar natrium nitrit 0,05N

- Larutkan 3,75 gr natrium nitrit dalam air secukupnya sampai 1 liter
- Asam klorida 10 %
- Encerkan 30 ml HCL 35 % dengan air secukupnya sampai 100 ml

Pasta kanji KI

- Panaskan 100 ml air dalam beker gelas sampai mendidih, tambahkan 0,75 gr yang telah dilarutkan dalam 10 ml air. Suspensikan 5 gr amilum ke dalam air mendidih sampai didapat pasta

6. Pertanyaan:

- a. Kenapa perlu dilakukan percobaan orientasi ?
- b. Kenapa titrasi harus dijalankan pelan-pelan ?

PERCOBAAN 8
TITRASI IODIMETRI
(Titration Langsung)

1. Tujuan Instruksional khusus :

Dapat melakukan penetapan kadar senyawa yang bersifat reduktor dengan metode titrasi iodimetri secara langsung

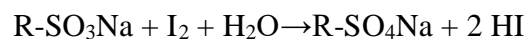
2. Prinsip

Titration iodimetri adalah titration berdasarkan reaksi oksidasi antara iodine sebagai pentiter dengan reduktor yang memiliki potensial oksidasi lebih rendah dari sistem iodine-iodida dimana sebagai indikator larutan kanji. Titration dilakukan dalam suasana netral sedikit asam (Ph : 5-8)

3. Penetapan kadar metampiron (F.I. Ed. III hal 370)

Timbang seksama 200 mg, larutkan dalam 5 ml air. Tambahkan 5 ml asam klorida 0,02 N dan segera titrasi dengan larutan iodium 0,1N, menggunakan indikator larutan kanji, dengan sekali-sekali dikocok hingga terjadi warna biru yang mantap selama 2 menit. 1 ml iodium 0,1 N setara dengan 17,57 mg metampiron monohidrat (BM=2BE=351,37)

Reaksi :



1 grol metampiron = 2 grek, jadi BM = 2 BE = 176,13

Penetapan kadar vitamin C (F.I.Ed III hal 47)

Timbang seksama 400 mg, larutkan dalam campuran 100 ml air bebas CO₂ dan 25 ml asam sulfat 10%. Titration segera dengan larutan iodium 0,1N, menggunakan indikator larutan kanji. 1 ml iodium 0,1N setara dengan 8,806 mg vitamin C (BM=2BE=176,13)

4. Pembuatan pereaksi

Larutan standar iodium 0,05N

- Larutan 6,34gr iodium dalam larutan 9 gr KI dalam 40 ml air, setelah larut encerkan dengan air secukupnya sampai 1 liter

5. Pembakuan

- Timbang seksama 100 mg arsen trioksida (BM=2 BE= 197,84) Larutkan dalam beberapa tetes NaOH 1 N, Jika perlu hangatkan
- Tambahkan 2 tetes indikator metil jingga
- Tambahkan asam klorida encer hingga terjadi warna merah jambu
- Kemudian tambahkan 2 gram natrium bikarbonat, encerkan dengan air hingga 25 ml
- Titration dengan larutan iodium menggunakan indikator larutan kanji

6. Perhitungan

- Miligrek arsen trioksida = miligrek iodium
- Berat (mg) arsen trioksida x 1/BE = V x N

- Normalitas iodium = $\text{mg}/49,46 \times 1/V$

7. Pembuatan :

- Asam klorida encer (7,3% = lebih kurang 2N). Larutkan 17 ml asam klorida pekat dalam 100 ml air
- Asam sulfat 10 %. Campur 1 bagian volum asam sulfat pekat dengan 8 bagian volum air
- Indikator kanji . suspensikan 500 mg kanji dalam 10 ml air, tambahkan air mendidih sedikit demi sedikit sampai 100 ml, lalu didihkan beberapa menit sampai larutan transparan, dinginkan

8. Pertanyaan :

1. Kenapa sampel setelah dilarutkan harus segera dititrasi ?
2. Berapa ph larutan yang baik untuk titrasi, jelaskan !
3. Sebutkan definisi Iodometri dan Iodimetri !
4. Jelaskan dengan ringkas prinsip titrasi iodometri dan iodimetri !
5. Sebutkan untuk PK, senyawa apa saja metode iodometri, iodimetri langsung dan tak langsung serta beri contoh senyawanya serta tulis persamaan reaksinya !
6. Sebutkan range ph titrasi iodo/iodimetri, dan jelaskan pengaruhnya bila ph lebih rendah maupun lebih tinggi dari seharusnya !
7. Kapan indikator diberikan pada Iodometri dan Iodimetri dan jelaskan kenapa harus demikian?
8. Jelaskan dengan singkat cara pembuatan larutan Iodine dan bagaimana penyimpanannya ?
9. Jelaskan dengan singkat cara pembuatan larutan natrium tiosulfat dan bagaimana penyimpanannya ?
10. Pada standarisasi larutan standar iodin, jelaskan dengan singkat :
 - a. Bagaimana melarutkan Arsenioksida?
 - b. Guna indikator metil orange !
 - c. Guna penambahan natrium bikarbonat !
 - d. Tuliskan persamaan reaksinya !
 - e. Sebutkan hubungan BM dan BE Arsenioksida

PERCOBAAN 9
TITRASI IODIMETRI
(Titration Tidak Langsung)

1. Tujuan Instruksional Khusus :

Dapat melakukan penetapan kadar senyawa yang bersifat reduktor dengan metode titrasi iodometri secara tidak langsung

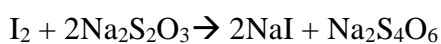
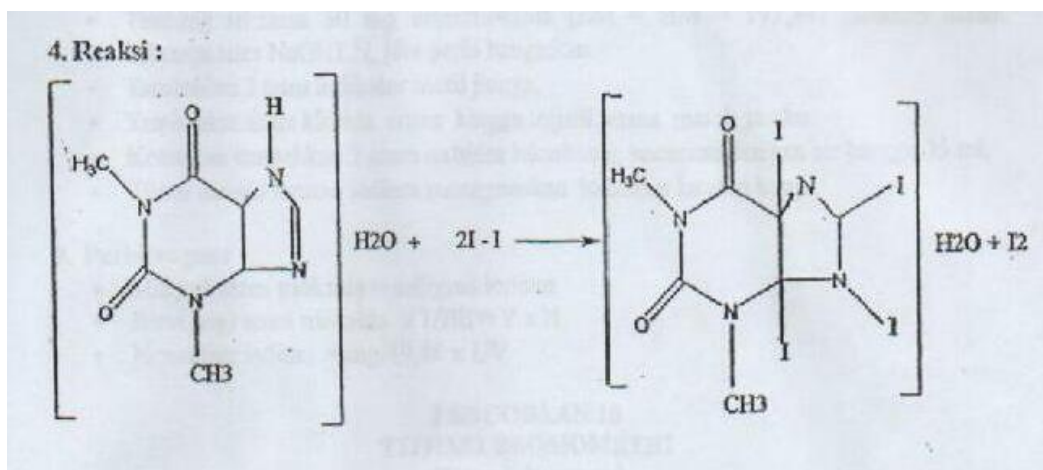
2. Prinsip

Titration iodometri dilakukan terhadap zat-zat yang potensial oksidasi lebih tinggi dari sistem iodium-iodida, sehingga dengan penambahan iodida maka zat-zat tersebut akan tereduksi. Iodium yang dibebaskan dapat dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat.

Untuk PK, teofilin. Prinsip : Teofilin dengan penambahan larutan I₂ akan terjadi adisi ikatan rangkap membentuk tetraiod teofilin dalam suasana asam. Kelebihan I₂ dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat sampai terbentuk warna kuning muda. Kemudian ditambah indikator kanji akan terbentuk warna biru, titration dilanjutkan dengan natrium tiosulfat sampai warna biru hilang.

3. Penetapan kadar teofilin

Timbang seksama 200 mg teofilin, masukkan ke dalam labu tentukur dan larutkan dalam akuades 20 ml, tambah 5 ml asam sulfat 4N. Tambahkan 50 ml larutan iodium 0,1N dan 10 ml larutan garam jenuh (NaCl). Kocok, cukupkan dengan air sampai 100 ml. Diamkan selama beberapa waktu. Saring melalui kertas saring, 25 ml filtrat pertama dibuang. Pipet 20 ml filtrat dan titrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat sampai terjadi warna kuning muda. Tambahkan larutan indikator kanji, lanjutkan titrasi dengan natrium tiosulfat sampai warna biru hilang.



1 grl = 4 grek

BM = 4 . BE

BE = BM/4 = 198,18/4 = 49,545

5. Modifikasi:

1 x titrasi 15 ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,05 N

$$\begin{aligned}\text{Berat teofilin} &= V \times N \times \text{BE} \\ &= 15 \text{ ml} \times 0,05 \text{ N} \times 49,545 \\ &= 37,159\end{aligned}$$

6. Prosedur Modifikasi:

Timbang seksama 80 mg teofilin, dimasukkan ke dalam labu tentukur dan larutkan dalam akuades 10 ml, tambahkan 2 ml asam sulfat 4N. Tambahkan 10 ml larutan iodium 0,05 N dan 8 ml larutan garam jenuh (NaCl). Kocok, cukupkan dengan air sampai 100 ml. Diamkan selama beberapa waktu. Saring melalui kertas saring, 15 ml filtrat pertama dibuang. Pipet 10 ml filtrat dan titrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat 0,05 N sampai terjadi warna kuning muda. Tambahkan ± 1 ml larutan indikator kanji, lanjutkan titrasi dengan natrium tiosulfat 0,05 N sampai warna biru hilang.

7. Pembuatan pereaksi

- **Larutan H_2SO_4 4N.** Diencerkan 16 ml H_2SO_4 (p) dengan akuades sampai 100 ml
- **Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,05 N.** Larutkan 5,2 g dan 50 mg Na_2CO_3 dalam akuades yang sebeumnya telah dididihkan (akuades bebas CO_2) dan didinginkan, kemudian ditambah akuades bebas CO_2 sampai 400 ml. Kemudian dibakukan
- **Larutan standar iodium 0,05 N.** Larutkan 6,345 gr iodium dalam larutan 9 g KI dalam 40 ml air, setelah larut encerkan dengan air secukupnya sampai 1 liter.
- **Larutan kanji.** Suspensikan 500 mg kanji dalam 10 ml air, tambahkan air mendidih sedikit demi sedikit sampai 100 ml, lalu dididihkan beberapa menit sampai larutan transparan, dinginkan
- **Asam klorida encer (7,3% = lebih kurang 2 N).** Larutkan 17 ml asam klorida pekat dalam 100 ml air

8. Pembakuan

- Timbang seksama 50 mg arsen trioksida (BM = 197,84) larutkan dalam beberapa tetes NaOH 1 N, jika perlu hangatkan
- Tambahkan 2 tetes indikator metil jingga
- Tambahkan asam klorida encer hingga terjadi warna merah jambu
- Kemudian tambahkan 2 gram natrium bikarbonat, encerkan dengan air hingga 25 ml
- Titrasi dengan larutan iodium menggunakan indikator larutan kanji

9. Perhitungan

- Miligrek arsen trioksida = miligrek iodium
- Berat (mg) arsen trioksida $\times 1/\text{BE} = V \times N$
- Normalitas iodium = $\text{mg}/49,46 \times 1/V$

PERCOBAAN 10
TITRASI BROMOMETRI
(Titration langsung)

1. Tujuan Instruksional khusus :

Dapat melakukan penetapan kadar senyawa aromatis yang mengandung substituen gugus pengaktifasi dan pengarah orto para (gugus amin dan hidroksi) atau senyawa tak jenuh dengan metode titrasi bromometri secara langsung.

2. Prinsip.

Titration bromometri adalah titration berdasarkan reaksi substitusi elektrofilik antara senyawa aromatis yang mengandung substituen gugus pengaktifasi dan pengarah orto-para (gugus amin dan hidroksi) dengan pentiter atau reaksi adisi antara senyawa tak jenuh dengan bromin. Bila reaksi cepat/spontan dapat dititrasi langsung. Bila reaksi lambat, maka dilakukan titration tidak langsung, dimana zat dibiarkan bereaksi sempurna dengan bromin yang diberi berlebih (15-30 menit). Kelebihan bromin direaksikan dengan KI dan iodium yang diekspansi dititrasi dengan natrium tiosulfat memakai indikator ailum (titration iodometri).

3. Penetapan kadar INH

Prinsip: Bromometri didasarkan pada reaksi oksidasi yang terjadi akibat perbedaan potensial oksidasi, KBrO₃ yang mempunyai potensial oksidasi tinggi akan mengoksidasi INH karena memiliki potensial yang lebih rendah dalam suasana asam, akan teroksidasi menjadi asam nikotinat, kelebihan 1 tetes KBrO₃ akan mengoksidasi metil red dari merah menjadi tidak berwarna.

4. Prosedur:

Timbang 200 mg INH, dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, tambahkan 10 ml akuades, ditambahkan 25 ml HCl 25% dan 2 tetes indikator metil merah. Titration dengan kecepatan konstan dengan larutan KBrO₃ sampai larutan tidak berwarna
1 ml KBrO₃ 0,1 N 3,4281 mg INH

5. Modifikasi:

Larutan pentiter KBrO₃ 0,05 N

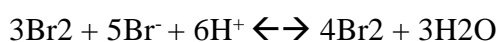
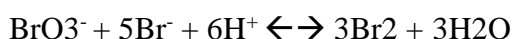
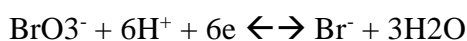
Berat INH yang dititrasi = 15 ml x 0,05 N x 34,285 = 25,713 mg

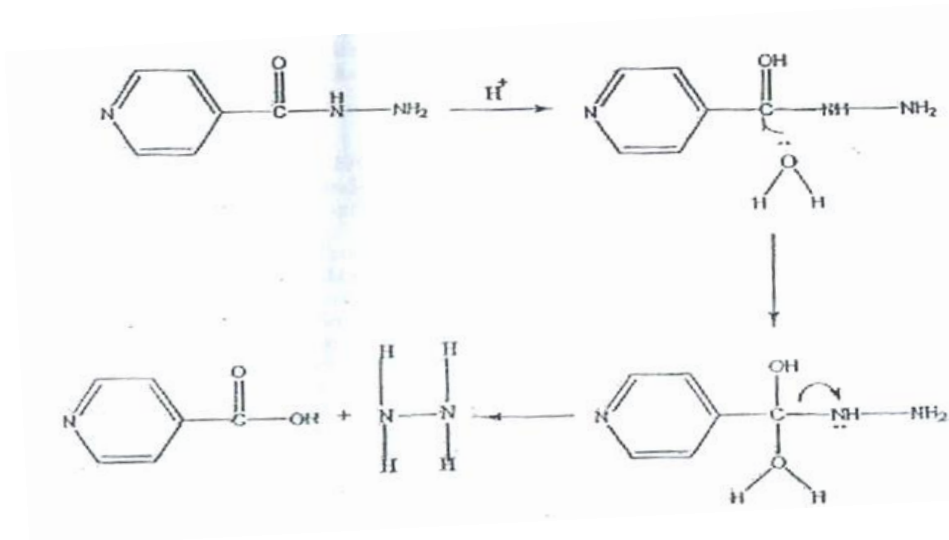
Diasumsikan kadar 50%, maka sampel yang ditimbang = 100/50 x 25,713 mg = 51,427 mg 80 mg

Prosedur Modifikasi:

Timbang 80 mg INH dimasukkan ke dalam erlenmeyer, larutkan dalam 4 ml air, tambahkan 10 ml HCl 25% dan 2 tetes indikator metil merah. Titration dengan kecepatan konstan dengan larutan KBrO₃ sampai tidak berwarna

6. Reaksi





1 grl = 4 grek

BE = $\frac{1}{4}$ BM

= $\frac{1}{4} \times 137,14 = 34,285$

7. Pembuatan pereaksi

- **Larutan standar $KBrO_3$ 0,05 N (BM= 6 BE= 164,04).** Timbang seksama 1,367 gr $KBrO_3$, larutkan dalam air di dalam labu tentukur 1 liter secukupnya sampai garis tanda. Normalitas = grek/L = gr/BE x 1/L = $1,367/27,34 \times 1/1 = 0,0500$ N.
- **Larutan standar $Na_2S_2O_3 \cdot 5 H_2O$.** Larutkan 12,41 gr $Na_2S_2O_3 \cdot 5 H_2O$ dalam air bebas CO_2 sampai 1 liter. Tambahkan 3 tetes kloroform sebagai pengawet.
- **Larutan HCl 25%.** Encerkan 70 ml asam klorida pekat dengan air sampai 100 ml.
- Larutan KIO_3 . Larutkan 550 mg KIO_3 yang telah dikeringkan pada suhu $110^\circ C$ lalu didinginkan, dilarutkan dalam akuades ad 500 ml.
- Indikator kanji. Suspensikan 500 mg kanji dalam 10 ml air, tambahkan air mendidih sedikit demi sedikit sampai 100 ml, lalu di didihkan beberapa menit sampai larutan transparan. Didinginkan.

8. Pembakuan

1. Larutan $Na_2S_2O_3$ 0,05 n

Pipet 10 ml larutan standar kalium iodat 0,05 N ke dalam erlenmeyer bertutup kaca, tambahkan 2 gr KI lalu asamkan dengan 5 ml asam klorida 25% tutup dan biarkan 10 menit ditempat terlindung cahaya. Titrasi iodum yang dibebaskan dengan larutan natrium tiosulfat 0,05 N sampai warna kuning muda. Tambahkan 0,5 ml larutan kanji dan titrasi diteruskan dengan larutan natrium tiosulfat 0,5 N sampai warna biru tepat hilang.

9. Perhitungan

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

V_1 = volum larutan $KBrO_3$; N_1 = normalitas $KBrO_3$

$V_2 = \text{volum larutan Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; $V_2 = \text{normalitas Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Normalitas natrium tiosulfat = $(V_1 \times N_1) \times 1/V_2$

10. Pertanyaan :

- a. Kenapa setelah diasamkan erlenmeyer harus ditutup?
- b. Kenapa indikator ditambahkan dekat titik akhir titrasi?
- c. Apa yang dimaksud dengan titrasi Bromometri dan Bromatometri?
- d. Apakah dasar dari titrasi Bromometri dan Bromatometri?
- e. Ada berapa macam titrasi secara Bromometri?
- f. Ada berapa macam cara pembuatan standar Bromin?
- g. Apakah beda antara F_2 , Cl_2 , Br_2 dan I_2 mengenai disosiasi ikatan kimia?
- h. Kenapa kalau titrasi tak langsung secara Bromometri tak perlu disaring, sedangkan kalau Iodometri harus disaring? Apa hubungan dengan disosiasi $\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}$ drngan $\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$?
- i. Apakah dasar INH dapat dititrasi secara Bromatometri bagaimana mekanisme reaksinya?

PERCOBAAN 11
TITRASI BROMOMETRI
(Titrasi Tak Langsung)

1. Tujuan Instruksional Khusus :

Dapat melakukan penetapan kadar senyawa aromatis yang mengandung substituen gugus pengaktifasi dan pengaruh orto-para (gugus amin dan hidroksi) atau senyawa tak jenuh dengan metode titrasi bromometri secara tidak langsung.

2. Prinsip

Titrasi bromometri adalah titrasi berdasarkan reaksi substitusi elektrofilik antara senyawa aromatis yang mengandung substituen gugus pengaktifasi dan pengaruh orto-para (gugus amin dan hidroksi) dengan pentiter atau reaksi adisi antara senyawa tak jenuh dengan bromin. Bila reaksi cepat/ spontan dapat dititrasi langsung. Bila reaksi lambat, maka dilakukan dengan titrasi tidak langsung, dimana zat dibiarkan bereaksi sempurna dengan bromin yang diberi berlebih (15-30 menit). Kelebihan bromin direaksikan dengan KI dan iodium yang dibebaskan dititrasi dengan natrium tiosulfat memakai indikator amilum (titrasi iodometri).

3. Penetapan kadar asam salisilat

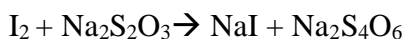
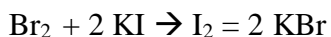
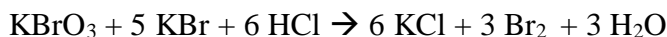
Timbang seksama 100 mg sampel, larutkan dalam 40 ml etanol didalam labu tentukur 100 ml. setelah larut, tambahkan air sampai garis tanda. Pipet 10 ml ke dalam erlenmeyer, tambahkan 20 ml KBrO_3 0,05 N, 1 gr KBr, lalu diasamkan dengan 2 ml asam klorida 25%, tutup erlenmeyer. Diamkan selama 30 menit. Kemudian tambahkan 1 gr KI dan titrasi iodium yang dibebaskan dengan larutan natrium tiosulfat 0,05 N sampai warna kuning muda. Tambahkan 0,5 ml larutan

kanji dan titrasi diteruskan dengan larutan natrium tiosulfat 0,05 N sampai warna biru tepat hilang.

Buat percobaan blanko.

Prosedur ini juga dapat dipakai untuk penetapan kadar sulfa-sulfa, hanya berat sampel 200 mg. BM sulfa-sulfa umumnya = 4BE.

4. Reaksi



1 grol asam salisilat setara dengan 6 grek. Maka $\text{BM} = 6 \text{ BE} = 138,12$

Perhitungan : kadar zat dalam sampel : $(V_b - V_s) \times \text{BE} \times 1/\text{BS} \times 100\%$

V_s = volume titrasi sampel, V_b = volume titrasi blanko, BE = berat ekivalensi, BS = berat sampel

5. Pembuatan pereaksi

Larutan standar KBrO_3 0,05 N (BE = 164,0)

- Timbang seksama 1,367gr KBrO_3 , larutkan dalam air di dalam labu tentukur 1 liter secukupnya sampai garis tanda.
- Normalitas = grek/L = gr/BE x 1/L = $1,367/27,34 \times 1/1 = 0,0500\text{N}$.

Larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Larutkan 12,41 gr $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ dalam air bebas CO_2 sampai 1 liter. Tambahkan 3 tetes kloroform sebagai pengawet.

6. Pembakuan.

Pipet 10 ml larutan standar kalium bromat 0,05 N ke dalam erlenmeyer, Tambahkan 1 gr KI lalu asamkan dengan 5 ml asam klorida 25%. Titrasi iodium yang dibebaskan dengan larutan natrium tiosulfat 0,05 N sampai warna kuning muda. Tambahkan 0,5 ml larutan kanji dan titrasi diteruskan dengan larutan natrium tiosulfat 0,05 N sampai warna biru tepat hilang.

7. Perhitungan

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$V_1 = \text{volum larutan } \text{KBrO}_3 ; N_1 = \text{normalitas } \text{KBrO}_3$$

$$V_2 = \text{volum larutan } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 ; N_2 = \text{normalitas } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

$$\text{Normalitas natrium tiosulfat} = (V_1 \times N_1) \times 1/V_2$$

8. Pembuatan :

- Asam klorida 25%. Encerkan 70 ml asam klorida pekat dengan air sampai 100 ml.
- Indikator kanji. Indikantor kanji. Suspensikan 500 mg kanji dalam 10 ml air, tambahkan air mendidih sedikit demi sedikit sampai 100 ml, lalu di didihkan beberapa menit sampai larutan transparan. Didinginkan.

9. Pertanyaan :

- Kenapa setelah diasamkan, erlenmeyer harus ditutup?

- Kenapa indikator ditambahkan dekat titik akhir titrasi?

PERCOBAAN 12
TITRASI ARGENTOMETRI
(TITASI PENGENDAPAN)

1. Tujuan Instruksional Khusus:

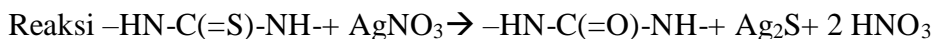
Dapat melakukan penetapan kadar senyawa turunan tiourea, santin, asam barbiturat dan sulfa-sulfa dengan metode titrasi argentometri.

2. Prinsip

Titrasi argentometri adalah titrasi berdasarkan reaksi penggaraman/ pengendapan antara senyawa turunan tiourea, santin, asam barbiturat dan sulfa-sulfa dengan argentum nitrat. Merupakan reaksi penggaraman yang kadang-kadang diikuti dengan pengendapan. Pada turunan tiourea dan santin reaksi penggaraman melepaskan asam nitrat yang dapat dititrasi dengan NaOH (alkalimetri), pada turunan sulfa-sulfa terbentuk endapan garam perak dimana endapan dipisahkan dalam kelebihan argentum nitrat dititrasi dengan amonium tiosianat (metode Volhard), sementara turunan asam barbiturat dititrasi dalam suasana alkalis (natrium karbonat), terbentuknya endapan perak karbonat merupakan titik akhir titrasi.

3. Penetapan kadar propil tiourasil (Alkalimetri, Higuchi)

Timbang seksama 300 mg sampel, dimasukkan kedalam erlenmeyer dan ditambahkan 30 ml air. Dari buret ditambahkan 30 ml NaOH 0,1 N (dibakukan memakai indikator BTB) dipanaskan sampai mendidih dikocok sampai larut. Ditambahkan 50 ml perak nitrat 0,1 N dan dididihkan lagi selama 5 menit. Ditambahkan indikator BTB dan dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 N sampai warna biru hijau. Volume NaOH 0,1 N yang terpakai = 30 ml + volume titrasi.



1 grol propil tio urasil setara dengan 2 grek. Maka $\text{BM} = 2 \text{BE} = 170,23$

Perhitungan : kadar zat dalam sampel : $V \times \text{BE} \times 1/\text{BS} \times 100\%$

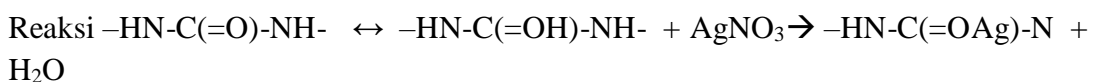
V = volume titrasi sampel, BE = berat ekivalen, BS = berat sampel

Pertanyaan :

- a. Apa guna penambahan NaOH 0,1 N sebelum titrasi?
- b. Kenapa NaOH dinetralkan dengan indikator biru bromtimol?

Penetapan kadar fenol barbital (Metode Buddle, Higuchi)

Timbang seksama 200 mg sampel, dimasukkan ke dalam erlenmeyer, tambah 30 ml larutan natrium karbonat 3%. Titrasi dengan larutan perak nitrat 0,1 N sampai terbentuk kekeruhan permanen (lihat dengan latar belakang hitam).



1 grol fenil barbital setara dengan 1 grek maka $BM = BE = 232,34$

Penetapan kadar teofilin (F.I.Ed III hal.597)

Timbang seksama 250 mg larutan dalam 100 ml air , tambahkan 20 ml peak nitrat 0.1 N kocok . Titrasi dengan NaOH 0.1 N menggunakan indikator larutan merah fenol.

1 ml larutan NaOH 0.1N setara dengan 18,018 mg teofilin

Reaksi seperti pada fenobarbital $BM = BE = 180,18$

4. Pembuatan pereaksi

- Larutan Standar NaOH 0,5 N larutan 2 gr pellet NaOH dalm air bebas CO₂ secukupnya hingga 1 liter
- Pembakuan : Timbang seksama 160 mg kalium biftalat yang sebelumnya telah diserbukan dan di keringkan pada suhu 28°C selama 2 jam.Larutan dalam 25 ml air bebas CO₂, tambahkan 2-3 tetes indicator larutan fenolftalein . Titrasi dengan larutan NaOH sampai terjadi perubahan warna merah jambu yang mantap
- Perhitungan
 - Miligrek kalium biftalat= miligrek NaOH
 - Berat (mg) kalium biftalat $\times 1/BE = V \times N$
 - Normalitas NaOH= $mg / 204,2 \times 1/V$
- Larutan standar perak nitrat 0.05 N .Larutan 8.5 gr perak nitrat dalam air secukupnyasampai 1000ml
- Pembakuan
 - Timbang seksama 100 mg NaCl ($BM=BE=58,44$)
 - Larutkan dalam labu tentukur 50 ml dengan air secukupnya sampai garis tanda
 - Pipet 10 ml ke dalam Erlenmeyer , tambahkan 2-3 tetes kalium chromat 5% lalu
 - Titrasi dengan larutan perak nitrat sampai terbentuk endapan merah coklat
- Perhitungan
 - Miligrek NaCl= miligrek perak nitrat
 - Berat (mg) NaCl $\times 1/BE = V \times N$
 - Normalitas perak nitrat = $mg / 58,44 \times 1/V$
- Larutan Natrium karbonat 3% larutkan 3 gr natrium karbonat dalam air sampai 100 ml
- Indikator biru bromtimol. Hangatkan 100 mg biru bromtimol dengan 3 ml NaOH 0,05 N dan 5 ml etanol 95% setelah larut sempurna tambahkan etanol 20% secukupnya 250 ml
- Indicator merah fenol. Hangatkan 50 mg merah fenol dengan 2,85 ml NaOH 0.05 N dan 5 ml etanol 95% setelah larut sempurna tambahkan etanol 20% secukupnya 250 ml

PERCOBAAN 13 TITRASI FORMOL

1. Tujuan instruksional Khusus

Dapat melakukan penetapan kadar asam amino dengan metode titrasi formol

2. Prinsip

Titrasi formol adalah titrasi asam basa (netralisasi) untuk asam amino dimana sebelum di titrasi direaksikan dengan formaldehid untuk menghilangkan sifat basa dari gugus amin.asam amino mempunyai gugus amina yang bersifat basa dan gugus karboksilat yang bersifat asam. Dalam larutan air akan dibantu zwitter ion dimana gugus amina akan terprotonasi dan guguskarbosilat akan teionisasi . adanya bentuk zwitter ion akan menyulitkan titrasi karboksilat. Hal ini diatasi dengan mengikat amina dengan formaldehida, sehingga zwitter ion tidak terjadi.

3. Penetapan kadar glisin

Timbang seksama 200 mg sampel masukan ke dalam Erlenmeyer dan tambahkan 20ml etanol netral dan 5 m larutan formaldehid netral dan 2-3 tetes fenolftalein.

Titrasi dengan lautan NaOH 0.1 N sampai warna merah



1 grol gugus karbosil setrara dengan 1 grek maka $BM=BE=75$

Perhitungan :

Kadar zat dalam sampel : $V \times BE \times 1/BS \times 100\%$

V = volumetitrasi sample, BE =berat ekuivalen, BS =berat sampel

Pertanyaan :

- a. jelaskan apa yang dimaksud dengan zwitter ion?
- b. jelaskan dengan reaksi bagaimana formaldehid bias menghilangkan sifat basa dari gugus amin ?

4. pembuatan pereaksi

- Larutan standar NaOH 0,5 N larutkan 2 gr pellet NaOH dalam air bebas CO₂ secukupnya hingga 1L
- Pembakuan : Timbang seksama 160 mg kalium biftalat yang sebelumnya telah diserbukan dan di keringkan pada suhu 28°C selama 2 jam.Larutan dalam 25 ml air bebas CO₂, tambahkan 2-3 tetes indicator larutan fenolftalein . Titrasi dengan larutan NaOH sampai terjadi perubahan warna merah jambu yang mantap
- Perhitungan
 - Miligrek kalium biftalat= miligrek NaOH
 - Berat (mg) kalium biftalat x 1/BE = V X N
 - Normalitas NaOH= mg /204,2 X 1/V
- Larutan indikator fenolftalein larutkan 60ml etanol 90 % tambahkan aquadest sampai 100 ml

Contoh :

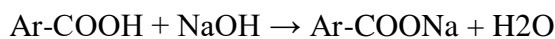
LAPORAN RESMI

Percobaan	:Titrasi Semi bebas Air
Sampel	: Asam benzoate
Pentiter	: Larutan NaOH 0,05 N
Indikator	: fenolftalein
Tanggal Percobaan	:
Responser	:.....

1. Prinsip

Asam benzoate adalah asam lemah dengan pKa 4.2 yang dapat dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 N (basa kuat) pH pada titik ekivalen =8,6 dengan demikian fenolftalein (range pH 8,3-10) dapat dipakai sebagai indikator.oleh karena asam benzoate kurang larut dalam air tetapi larut dalam etanol , maka pelarut dipakai etanol.

2. Reaksi



1 grol asam benzoate =1 grek maka BM=BE=122.12

3. Prosedur

Timbang seksama 500 mg asam benzoate,larutkan dalam 15ml etanol 95% yang telah dinetralkan terhadap larutan merah fenol,tambahkan 20ml air. Titrasi dengan larutan NaOH 0,01N menggunakan indikator larutan merah fenol.

1ml NaOH 0,1 N setara dengan 12,21 mg asam benzoate

4. Prosedur modifikasi

- Timbang seksama 150-250 mg sampel
- Larutkan dalam 7,5 ml etanol 95%
- Tambahkan 10ml air
- Tambahkan 2-3 tetes larutan fenolftalein (ganti merah fenol)
- Titrasi dengan NaOH 0,05N sampai berubah warna merah jambu mantap.
- Buat percobaan blanko (ganti etanol netral)

Perhitungan :Kadar zat dalam sampel : $(V_s - V_b) \times BE \times 1/BS \times 100\%$

V_s = volumetitrasi sample, V_b =volume blanko, BE=berat ekivalen, BS=berat sampel

5. Bahan

NaOH(baku standar),kalium biftalat (baku primer) ,etanol 95% ,akuades bebas CO₂ (pelarut) , fenolftalein (indikator)

6. Pembuatan pereaksi

- Larutan Standar NaOH 0,5 N larutan 2 gr pellet NaOH dalm air bebas CO₂ secukupnya hingga 1 liter
- Pembakuan : Timbang seksama 160 mg kalium biftalat yang sebelumnya telah diserbukan dan di keringkan pada suhu 28°C selama 2 jam.Larutan dalam 25 ml air

bebas CO₂, tambahkan 2-3 tetes indikator larutan fenolftalein . Titrasi dengan larutan NaOH sampai terjadi perubahan warna merah jambu yang mantap

- Perhitungan
 - Miligrek kalium biftalat= miligrek NaOH
 - Berat (mg) kalium biftalat x 1/BE = V X N
 - Normalitas NaOH= mg /204,2 X 1/V
- Larutan standar perak nitrat 0.05 N .Larutan 8.5 gr perak nitrat dalam air secukupnya sampai 100ml

7. Data –Data pembakuan

Berat Kbiftalat

1. B1=150,3 mg
2. B2= 150,5 mg
3. B3=150,0 mg

Volume titrasi

1. V1=14,75 ml
2. V2=14,80 ml
3. V3=14,60 ml

Perhitungan

- Miligrek kalium biftalat =miligrek NaOH
- Berat (mg) kalium biftalat x 1/ BE= V x N

Normalitas NaOH = mg/204,2 x 1/V

$$N1 = 150,3 / (14,75 \times 204,2) = 0,0499$$

$$N2 = 150,5 / (14,80 \times 204,2) = 0,0498$$

$$N3 = 150,0 / (14,60 \times 204,2) = 0,0503$$

Harga rata-rata dan deviasi.

$$Nr1 = (N1+N2)/2 = (0,0499 + 0,0498)/2 = 0,04985$$

$$d1 = (N1-Nr1)/Nr1 \times 100 \% = (0,0499-0,04985)/0,04985 \times 100 \% = 0,10 \%$$

$$Nr2 = (N1+N3)/2 = (0,0499 + 0,0503)/2 = 0,0501$$

$$d2 = (N3-Nr2)/Nr2 \times 100 \% = (0,0503-0,0501)/0,0501 \times 100 \% = 0,40 \%$$

$$Nr3 = (N2+N3)/2 = (0,0498 + 0,0503)/2 = 0,05005$$

$$d3 = (N3-Nr3)/Nr3 \times 100 \% = (0,0503-0,05005)/0,05005 \times 100 \% = 0,50 \%$$

Normalitas larutan NaOH adalah harga rata-rata dengan deviasi (d) terkecil, yang dalam hal ini adalah Nr1 = 0,0985 dimana d1 = 0,10 %. Jadi Normalitas larutan NaOH = 0,04985N = 0.0498N

8. Percobaan penetapan (mengikuti prosedur modifikasi).

a. Berat sampel

1. BS1=260,6 mg
2. BS2=260,5 mg
3. BS3=260,3 mg

b. Volum titrasi

1. $V_{T1}=12,35$ ml
 2. $V_{T2}=12,15$ ml
 3. $V_{T3}=12,10$ ml
- V blanko = 0,05 ml

c. Perhitungan kadar

Kadar zat dalam sampel : $(V_s - V_b) \times BE \times 1/bs \times 100\%$

V_s = volume titrasi sampel, V_b = volume titrasi blanko, BE = berat ekuivalen, BS = berat sampel

$$K_1 = (12,30 \times 0,04985 \times 122,12)/260,6 \times 100\% = 28,73 \%$$

$$K_2 = (12,10 \times 0,04985 \times 122,12)/260,5 \times 100\% = 28,28 \%$$

$$K_3 = (12,05 \times 0,04985 \times 122,12)/260,3 \times 100\% = 28,18 \%$$

Harga rata-rata dan deviasi.

$$K_{r1} = (K_1+K_2)/2 = (28,73+28,28)/2 = 28,51 \%$$

$$d_1 = (K_1-K_{r1})/K_{r1} \times 100\% = (28,73-28,51)/28,51 \times 100\% = 0,77 \%$$

$$K_{r2} = (K_1+K_3)/2 = (28,73+28,18)/2 = 28,46 \%$$

$$d_2 = (K_1-K_{r2})/K_{r2} \times 100\% = (28,73-28,46)/28,46 \times 100\% = 0,95 \%$$

$$K_{r3} = (K_2+K_3)/2 = (28,28+28,18)/2 = 28,23 \%$$

$$d_3 = (K_2-K_{r3})/K_{r3} \times 100\% = (28,28-28,23)/28,23 \times 100\% = 0,18 \%$$

Kadar asam benzoat dalam sampel adalah harga K rata-rata (K_r) dengan deviasi (d) terkecil, yang dalam hal ini adalah $K_{r3} = 28,23\%$ dimana $d_3 = 0,18\%$

9. Kesimpulan : Kadar asam benzoat dalam sampel = 28,23 %

10. Daftar Pustaka

- Departemen Kesehatan R.I. (1979), Farmakope Indonesia Edisi III, Jakarta
- Vogel, A.I. (1961), a Textbook of Quantitative Inorganic Analysis including elementary Instrumental Analysis, London

Contoh:

LAPORAN PRAKTIKUM

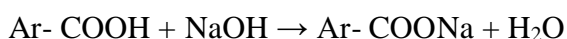
(Laporan sementara)

Percobaan	: Titrasi Semi Bebas Air
Sampel	: Asam Benzoat
Pentiter	: Larutan NaOH 0,05 N
Indikator	: Fenoftalein
Tanggal Percobaan	: 22 Februari 2018
Responser	:

1. Prinsip

Asam Benzoat adalah asam lemah dengan pKa 4,2 yang dapat dititrasi dengan larutan NaOH 0,05 N (basa kuat) dimana pH pada titik ekuivalen = 8,6. Dengan demikian fenoftalein (range pH 8,3-10,0) dapat dipakai sebagai indikator. Oleh karena asam benzoat kurang larut dalam air, tetapi larut dalam alkohol, maka sebagai pelarut dipakai alkohol.

2. Reaksi



3 grol asam benzoat = 1 grek, maka BM = BE = 122,12

3. Prosedur

Timbang seksama 500 mg asam benzoat, larutkan dalam 15 ml etanol 95% yang telah dinetralkan terhadap larutan merah fenol, tambahkan 20 ml air. Titrasi dengan larutan NaOH 1 ml NaOH 0,1 N setara dengan 12,21 mg asam benzoat

4. Prosedur modifikasi

- Timbang seksama 150-250 mg sampel,
- Larutkan dalam 7,5 ml etanol 95 %,
- Tambahkan 10 ml air, dan
- Tambahkan 2-3 tetes indikator larutan fenoftalein (ganti merah fenol)
- Titrasi dengan NaOH 0,05 N sampai timbul warna merah jambu yang mantap.
- Buat percobaan blanko (ganti etanol netral)

Perhitungan : kadar zat dalam sampel : $(V_s - V_b) \times BE \times 1/BS \times 100\%$

V_s = volume titrasi sampel, V_b = volum titrasi blanko, BE = berat ekuivalen, BS = berat sampel

5. Bahan-bahan

NaOH (baku sekunder); Kbitalat (baku primer); etanol 95 % dan akuades bebas CO₂ (pelarut); fenoftalein (indikator).

6. Pembuatan pereaksi

- **Larutan standar NaOH 0,5 N.** Larutkan 2 gr pellet NaOH dalam air bebas CO₂ secukupnya hingga 1 liter
- **Pembakuan :** Timbang seksama 160 mg kalium bitalat yang sebelumnya telah diserbuk dan dikeringkan pada suhu 28°C selama 2 jam. Dilarutkan dalam 25 ml

air bebas CO₂, ditambahkan 2-3 tetes indikator larutan fenoftalein. Ditirasi dengan larutan NaOH sampai terjadi warna merah jambu yang mantap.

• **Perhitungan :**

- Miligrek kalium biftalat = miligrek NaOH
- Berat (mg) kalium biftalat x 1/BE = V x N
- Normalitas NaOH = mg/204,2 x 1/V

- **Larutan indikator fenoftalein.** Larutkan 200 mg fenoftalein dalam 60 ml etanol 90%, ditambahkan akuades sampai 100 ml.

7. Data-data pembakuan

a. Berat Kalium biftalat

1. B1= 150,3 mg
2. B2= 150,5 mg
3. B3= 150,0 mg

b. Volum Titrasi

1. V1=14,75 ml
2. V2=14,80 ml
3. V3=14,60 ml

c. Perhitungan

- Miligrek kalium biftalat = miligrek NaOH
- Berat (mg) kalium biftalat x 1/BE = V x N
- Normalitas NaOH = mg/204,2 x 1/V

$$N1 = 150,3 / (14,75 \times 204,2) = 0,0499$$

$$N2 = 150,5 / (14,80 \times 204,2) = 0,0498$$

$$N3 = 150,0 / (14,60 \times 204,2) = 0,0503$$

Harga rata-rata dan deviasi.

$$Nr1 = (N1+N2)/2 = (0,0499 + 0,0498)/2 = 0,04985$$

$$d1 = (N1-Nr1)/Nr1 \times 100 \% = (0,0499-0,04985)/0,04985 \times 100 \% = 0,10 \%$$

$$Nr2 = (N1+N3)/2 = (0,0499 + 0,0503)/2 = 0,0501$$

$$d2 = (N3-Nr2)/Nr2 \times 100 \% = (0,0503-0,0501)/0,0501 \times 100 \% = 0,40 \%$$

$$Nr3 = (N2+N3)/2 = (0,0498 + 0,0503)/2 = 0,05005$$

$$d3 = (N3-Nr3)/Nr3 \times 100 \% = (0,0503-0,05005)/0,05005 \times 100 \% = 0,50 \%$$

Normalitas larutan NaOH adalah harga rata-rata dengan deviasi (d) terkecil, yang dalam hal ini adalah Nr1 = 0,0985 dimana d1 = 0,10 %. Jadi Normalitas larutan NaOH = 0,04985N = 0.0498N

8. Percobaan penetapan (mengikuti prosedur modifikasi).

a. Berat sampel

1. BS1= mg
2. BS2= mg
3. BS3= mg

b. Volum titrasi

1. $V_{T1} =$ ml

2. $V_{T2} =$ ml

3. $V_{T3} =$ ml

V blanko =

c. Perhitungan kadar

Kadar zat dalam sampel : $(V_s - V_b) \times BE \times 1/bs \times 100\%$

V_s = volume titrasi sampel, V_b = volume titrasi blanko, BE = berat ekuivalen, BS = berat sampel

$K_1 =$

$K_2 =$

$K_3 =$

Harga rata-rata dan deviasi.

$K_r1 = (K_1 + K_2)/2 =$

$d_1 = (K_1 - K_r1)/K_r1 \times 100\% =$

LAPORAN PRAKTIKUM
(LAPORAN SEMENTARA/RENCANA KERJA)

PERCOBAAN : SPEKTROFOMETRI UV
S A M P E L : SALBUTAMOL
PELARUT : NaOH 0,1 N
RESPONSER :
TGL PERCOBAAN :

1. PRINSIP/TEORI : buat dengan ringkas

2. KONSENTRASI KERJA :

Menurut Clark' edisi II (hal 963) :

Dalam larutan HCl 0,1 N λ maksimum : 276 nm dengan $A^{1/1} = 71$

Dalam larutan NaOH 0,1 N λ maksimum : 245 dengan $A^{1/1} = 520$

λ maksimum : 295 dengan $A^{1/1} = 137$

Dipilih dalam larutan NaOH 0,1 N sebab harga $A^{1/1}$ terbesar (makin besar harga $A^{1/1}$ makin bagus pengukuran)

Konsentrasi untuk kerja (pengukuran)

a. konsentrasi terendah dengan $A = 0,222$ (% T = 60 %)

$$C = 10.000 / 520 \text{ ppm} \times 0,222 = 4,3 \text{ ppm}$$

b. konsentrasi tengah dengan $A = 0,398$ (% T = 40 %)

$$C = 10.000 / 520 \text{ ppm} \times 0,398 = 7,8 \text{ ppm}$$

c. konsentrasi tertinggi dengan $A = 0,699$ (% T = 20 %)

$$C = 10.000 / 520 \text{ ppm} \times 0,699 = 13,4 \text{ ppm}$$

Kesimpulan konsentrasi pengukuran/kurva kalibrasi: 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12 dan 13 ppm

3. PEMBUATAN PEREAKSI

a. Larutan NaOH 0,1 N

Bilas dengan sedikit akuades bebas CO₂, lalu larutkan dalam akuades bebas CO₂ sampai 1 L.

4. PEMBUATAN LARUTAN BAKU INDUK.

a. Larutan baku I

- Timbang sekasama 50,0 mg salbutamol sulfat baku, masukkan dalam labu
- Tentukur 100 ,l, tambahkan larutan NaOH 0,1 N kocok sampai larut dan
- Tambahkan lagi NaOH 0,1 N sampai garis tanda.
- Konsentrasi larutan baku I = $50 \times 1000 \text{ mcg} / 100 \text{ ml} = 500 \text{ mcg/ml} = 500 \text{ ppm}$.

b. Larutan baku II

- Pipet 10 ml larutan baku I masukkan dalam labu tentukur 100 ml
- dan encerkan dengan larutan NaOH 0,1 N sampai garis tanda.
- Konsentrasi larutan baku II = $500 \text{ ppm} \times 10 / 100 = 50 \text{ ppm}$

5. PEMBUATAN KURVA RESAPAN.

- Pipet 8,0 ml larutan baku II masukkan dalam labu tentukur 50 ml, tambahkan
- larutan NaOH 0,1 N sampai garis tanda.
- Konsentrasi larutan = $8 \times 50 \text{ ppm} / 50 = 8 \text{ ppm}$
- Ukur resapan pada panjang gelombang 235 – 255 nm

GAMBAR KURVA RESAPAN

Puncak yang diperoleh : λ maksimum = nm

GAMBAR DATA PEAK

6. Pembuatan kurva kalibrasi

Pipet 6, 7, 8, 9, 10 dan 11 ml larutan baku II, masukkan kedalam labu tentukur 50ml, encerkan dengan NaOH 0,1 N sampai garis tanda.
Ukur resapan pada panjang gelombang 245 nm.

DATA KONSENTRASI PENGUKURAN KURVA KALIBRASI

GAMBAR KURVA KALIBRASI

DATA HARGA KORELASI

7. PENGUKURAN SAMPEL :

- a. Sampel bentuk serbuk
- b. Perkiraan kadar sampel misalnya 35 %
- c. Timbang serbuk yang setara dengan 50 mg zat sampel, dalam hal ini
Ditimbang serbuk (timbang lebih kurang) = $X = 50 \text{ mg} \times 100/35 = 142,9 \text{ mg}$
Berat zat dapat dihitung .

- d. Larutkan dalam labu ukur 100 ml, tambahkan larutan NaOH 0,1 N kocok sampai larut dan tambahkan lagi NaOH 0,1 N sampai garis tanda.
 Konsentrasi (teoritis) larutan sampel I = $50 \times 1000 \text{ mcg}/100 \text{ ml} = 500 \text{ mcg/ml} = 500 \text{ ppm}$.
 Saring dengan kertas saring kering, buang beberapa ml filtrat pertama dan tampung filtrat selanjutnya.
 Pipet 10 ml larutan sampel I masukkan dalam labu tentukur 100 ml dan encerkan dengan larutan NaOH 0,1 N sampai garis tanda.
 Konsentrasi (teoritis) larutan sampel II = $500 \text{ ppm} \times 10 / 100 = 50 \text{ ppm}$
- e. Pipet 8,0 ml larutan sampel II masukkan dalam labu tentukur 50 ml tambahkan larutan NaOH 0,1 N sampai garis tanda.
 Konsentrasi (teoritis) larutan uji = $8 \times 50 \text{ ppm} / 50 = 8 \text{ ppm}$
 Ukur resapan pada panjang gelombang 245 nm
- f. Lakukan 2 kali lagi (pengukuran triplo)

DATA PENGUKURAN SAMPEL

8. PERHITUNGAN :

- Menurut persamaan garis regresi
- Menurut perbandingan konsentrasi

9. KESIMPULAN :

- Menurut persamaan garis regresi
- Menurut perbandingan konsentrasi

10. DAFTAR PUSTAKA :

-
-
-

LAPORAN PRAKTIKUM
(LAPORAN SEMENTARA/RENCANA KERJA)

PERCOBAAN : SPEKTROFOMETRI VISIBLE
S A M P E L : SULFADIAZIN
PELARUT : HCl 0,1 N
RESPONER :
TGL PERCOBAAN :

1. PRINSIP/TEORI : buat dengan ringkas

2. PEMBUATAN PEREAKSI

- a. Natrium nitrit 0,5 %
Timbang 500 mg natrium nitrit, larutkan dalam 100 ml akuades.
- b. Ammonium sulfamat 1 %
Timbang 1 gr ammonia sulfamat kristal, larutkan dalam 100 ml akuades
- c. N-1-Naftiletildiamine HCl 0,2 %
Timbang 200 mg N-1-naftiletildiamin HCl, larutkan dalam 100 ml akuades
- d. HCl 0,1 N
Lihat Farmakopea Indonesia (buat 1 L)
- e. HCl 1 N
- f. Lihat Farmakope Indonesia (buat 100 ml)

4. PEMBUATAN LARUTAN BAKU INDUK.

- a. Larutan baku I
Timbang sekasama 50,0 mg sulfadiazin baku, masukkan dalam labu tentukur 100 ml, tambahkan larutan HCl 1 N 25 ml, kocok sampai larut dan tambahkan lagi HCl 0,1 N sampai garis tanda. Konsentrasi larutan baku I = $50 \times 1000 \text{ mcg}/100 \text{ ml} = 500 \text{ mcg/ml} = 500 \text{ ppm}$.

- b. Larutan baku II

Pipet 10 ml larutan baku I masukkan dalam labu tentukur 50 ml dan encerkan dengan larutan HCl 0,1 N sampai garis tanda. Konsentrasi larutan baku II = $500 \text{ ppm} \times 10 / 50 = 100 \text{ ppm}$

5. PEMBUATAN KURVA RESAPAN DAN OPERATING TIME.

Pipet 1 ml larutan baku II masukkan dalam labu tentukur 50 ml, tambahkan 1 ml pereaksi NaNO_2 0,5 %, kocok dan diamkan selama 3 menit. Tambahkan lagi 1,5 ml larutan ammonium sulfamat 1 %, kocok, akan terlihat keluar gas nitrogen, kocok terus sampai tidak keluar gas lagi. Tambahkan 2,5 ml larutan N-1-naftil etildiamin HCl 0,2 %, kocok. Tambahkan HCl 0,1 N sampai garis tanda. (kadar 2 ppm). Ukur resapan larutan ini pada panjang gelombang 450-500 nm dengan menggunakan HCl 0,1 N sebagai blanko. Didapat lamda maksimumnya Dari lamda maksimum ini dilakukan operating time dan kemudian dibuat kurva absorpsinya.

GAMBAR KURVA RESAPAN

Puncak yang diperoleh : λ maksimum = nm

DATA PEAK

DATA OPERATING TIME

GAMBAR KURVA ABSORPSI OPERATING TIME

Operating time :

6. Pembuatan kurva kalibrasi

Pipet 1 ml, 1,5 ml, 2 ml, 2,5 ml, 3 ml dan 3,5 ml larutan baku II, masukkan kedalam labu tentukur 100 ml, tambahkan 1 ml natrium nitrit 0,5 %, kocok dan diamkan 3 menit, tambahkan 1,5 ml larutan ammonium sulfamat 1 %, kocok terus sampai keluar gas nitrogen. Tambahkan 2,5 ml n-1-naftiletildiamin HCl 0,2 %, kocok, terjadi warna merah, tambah HCl 0,1 N sampai garis tanda. Ukur resapan pada panjang gelombang nm.

DATA KONSENTRASI PENGUKURAN KURVA KALIBRASI

GAMBAR KURVA KALIBRASI

DATA HARGA KORELASI

7. PENGUKURAN SAMPEL :

- a. Sampel bentuk serbuk
- b. Perkirakan kadar sampel misalnya 35 %
- c. Timbang serbuk yang setara dengan 50 mg zat sampel, dalam hal ini
Ditimbang serbuk (timbang lebih kurang) = $X = 50 \text{ mg} \times 100/35 = 142,9 \text{ mg}$
Berat zat dapat dihitung .
- d. Masukkan dalam labu ukur 100 ml, tambahkan HCl 1 N 25 ml kocok sampai larut dan tambahkan HCl 0,1 N sampai garis tanda (larutan sampel I).
Konsentrasi (teoritis) larutan sampel I = $50 \times 1000 \text{ mcg}/100 \text{ ml} = 500 \text{ mcg/ml} = 500 \text{ ppm}$.
Saring dengan kertas saring kering, buang beberapa ml filtrat pertama dan tampung filtrat selanjutnya.
Pipet 10 ml larutan sampel I masukkan dalam labu tentukur 50 ml dan encerkan dengan larutan HCl 0,1 N sampai garis tanda.
Konsentrasi (teoritis) larutan sampel II = $500 \text{ ppm} \times 10 / 50 = 100 \text{ ppm}$
- e. Pipet 2,5 ml larutan sampel II masukkan dalam labu tentukur 50 ml tambahkan 1 ml larutan natrium nitrit 0,5 %, kocok dan diamkan selama 3 menit.
Tambahkan 1,5 ml larutan ammonium sulfamat 1 %, kocok, biarkan sampai gas nitrogen keluar. Tambahkan 2,5 ml larutan N-1-naftiletildiamin HCl 0,2 %, kocok. Tambahkan HCl 0,1 N sampai garis tanda.
Konsentrasi (teoritis) larutan uji = $2,5 \times 50 \text{ ppm} / 50 = 2,5 \text{ ppm}$
Ukur resapan pada panjang gelombang nm
- f. Lakukan 2 kali lagi (pengukuran triplo)

DATA PENGUKURAN SAMPEL

8. PERHITUNGAN :

- a. Menurut persamaan garis regresi
- b. Menurut perbandingan konsentrasi

9. KESIMPULAN :

- a. Menurut persamaan garis regresi
- b. Menurut perbandingan konsentrasi

10. DAFTAR PUSTAKA :

- a.
- b.
- c.

PERSONALIA
LABORATORIUM KIMIA FARMASI
KUANTITATIF

Kepala Laboratorium : Dra. Sudarmi, M.Si, Apt

Koordinator Kimia Farmasi Kuantitatif : Dra. Sudarmi, M.Si, Apt

Staff Laboratorium :

1. Dra. Sudarmi, M.Si, Apt
2. Drs. Fathur Rahman Harun, M.Si, Apt
3. Prof. Dr. rer.nat. Effendy De Lux Putra, SU, Apt
4. Sri Yuliasmi, S.Si, M.Si, Apt

Asisten Mahasiswa :

1. Fey Limbong
2. Jessie Christina
3. Wirdayati Helmi
4. Feggy Sitinjak
5. Rizky Doli Hartama Harahap
6. Alvin
7. Zhafira Rahmasari
8. Meilida Ikhsani
9. Widiani Haviza Sinaga
10. Sandra Monica

Laboran :

Putri Kumalasari