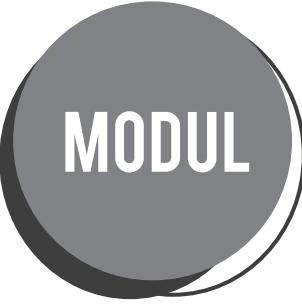


MODUL

PENUNTUN PRAKTIKUM **KIMIA** FARMASI KUALITATIF



Dra. Dias Ardini, Apt., MTA.
Dra. Pudji Rahayu, Apt., M.Kes.
Endah Ratnasari Mulatasih, S.Si., M.Si.



MODUL

PENUNTUN PRAKTIKUM

KIMIA

FARMASI KUALITATIF

Hak cipta pada penulis
Hak penerbitan pada penerbit
Tidak boleh diproduksi sebagian atau seluruhnya dalam bentuk apapun
Tanpa izin tertulis dari pengarang dan/atau penerbit

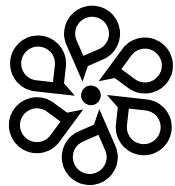
Kutipan Pasal 72 :
Sanksi pelanggaran Undang-undang Hak Cipta (UU No. 10 Tahun 2012)

1. Barang siapa dengan sengaja dan tanpa hak melakukan perbuatan sebagaimana dimaksud dalam Pasal 2 ayat (1) atau Pasal (49) ayat (1) dan ayat (2) dipidana dengan pidana penjara masing-masing paling singkat 1 (satu) bulan dan/atau denda paling sedikit Rp. 1. 000.000,00 (satu juta rupiah), atau pidana penjara paling lama 7 (tujuh) tahun dan atau denda paling banyak Rp. 5. 000.000.000,00 (lima miliar rupiah)
2. Barang siapa dengan sengaja menyiarakan, memamerkan, mengedarkan, atau menjual kepada umum suatu Ciptaan atau hasil barang hasil pelanggaran Hak Cipta atau Hak Terkait sebagaimana dimaksud ayat (1) dipidana dengan pidana penjara paling lama 5 (lima) tahun dan/atau denda paling banyak Rp. 500.000.000,00 (lima ratus juta rupiah)

MODUL

PENUNTUN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI KUALITATIF

Dra. Dias Ardini, Apt., MTA.
Dra. Pudji Rahayu, Apt., M.Kes.
Endah Ratnasari Mulatasih, S.Si.



PUSAKA MEDIA

Perpustakaan Nasional RI:
Katalog Dalam Terbitan (KDT)

**MODUL PENUNTUN PRAKTIKUM
KIMIA FARMASI KUALITATIF**

Penulis:

Dra. Dias Ardini, Apt., MTA.
Dra. Pudji Rahayu, Apt., M.Kes.
Endah Ratnasari Mulatasih, S.Si., M.Si.

Desain Cover & Layout

Pusaka Media Design

xxii + 91 hal : 21 x 29.5 cm
Cetakan, September 2020

ISBN: 978-623-6569-53-5

Penerbit
PUSAKA MEDIA
Anggota IKAPI
No. 008/LPU/2020

Alamat

Jl. Endro Suratmin, Pandawa Raya. No. 100
Korpri Jaya Sukarame Bandarlampung
082282148711
email : cspusakamedia@yahoo.com
Website : www.pusakamedia.com

Dilarang mengutip atau memperbanyak sebagian
atau seluruh isi buku ini tanpa izin tertulis dari penerbit

KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan syukur kehadirat Tuhan Yang Maha Esa, maka tersusunlah buku Penuntun Kimia Farmasi I ini.

Penyusunan buku penuntun praktikum ini dimaksudkan untuk membantu para mahasiswa dalam melakukan praktikum secara terbatas. Untuk mengetahui analisa kuantitatif senyawa obat secara mendalam maka dianjurkan para mahasiswa untuk mempelajarinya dari kuliah atau dari literatur/kepustakaan kimia farmasi.

Kepada semua pihak yang telah membantu tersusunnya buku ini, penyusun tidak lupa mengucapkan terima kasih. Segala saran dan tegur sapa demi perbaikan buku ini sangat penyusun harapkan.

Akhirnya penyusun mengucapkan “Selamat Praktikum” dan semoga buku penuntun praktikum ini bermanfaat.

Bandar Lampung, September 2020

Tim Penyusun

DESKRIPSI MATA KULIAH

A. Gambaran Mata Kuliah

Mata kuliah ini membahas tentang Mata kuliah ini berbagai metode analisis kualitatif bahan obat dan sediaan farmasi meliputi reaksi warna baik reaksi umum dalam golongan obat maupun spesifik serta, raksi kristal dan sublimasi mikro pada beberapa golongan obat.

B. Capaian Pembelajaran Mata Kuliah

Setelah mengikuti mata kuliah ini, peserta didik mampu memahami ciri-ciri spesifik setiap golongan obat dan mampu meng analisis kualitatif bahan obat yang meliputi reaksi warna reaksi Kristal serta sublimasi mikro senyawa obat golongan alcohol, phenol, asam, sulfa, karbohidrat, alkaloid, antibiotic, antihistamin, hormone, vitamin dan barbiturate.

C. Kemampuan Akhir Yang Diharapkan (Sub Cpmk)

Mahasiswa dapat menjelaskan mengenai :

1. Pengertian kimia Farmasi
2. Pengolongan senyawa kimia farmasi
3. Identifikasi obat golongan Alcohol dan phenol
4. Identifikasi senyawa obat golongan Asam
5. Identifikasi senyawa obat golongan Sulfa
6. Identifikasi senyawa obat golongan Karbohidrat
7. Identifikasi senyawa obat golongan Antibiotik
8. Identifikasi senyawa obat golongan Alkaloid
9. Identifikasi senyawa obat golongan Antihistamin dan vitamin
10. Identifikasi senyawa obat golongan Vitamin
11. Identifikasi obat golongan Hormone
12. Identifikasi obat golongan Barbiturat

D. Bahan Kajian/Sub Bahan Kajian

1. Pengantar kimia farmasi dan pengolongannya

- 1) Pengertian kimia farmasi Di bagi menjadi beberapa golongan
- 2) Analis kualitatif metode resksi warna, reaksi kristal dan sublimasi

2. Identifikasi golongan alcohol dan phenol

- 1) Ciri-ciri golongan alcohol dan phenol serta contoh bahan obat
- 2) Sifat golongan alcohol dan phenol
- 3) Reaksi umum golongan alcohol dan phenol
- 4) Reaksi spesifik golongan alcohol dan phenol

3. Identifikasi golongan asam

- 1) Ciri-ciri golongan asam serta contoh bahan obat
- 2) Sifat golongan asam
- 3) Reaksi umum golongan asam
- 4) Reaksi spesifik golongan asam

4. Identifikasi golongan sulfa

- 1) Ciri-ciri golongan sulfa serta contoh bahan obat
- 2) Sifat golongan sulfa
- 3) Reaksi umum golongan sulfa
- 4) Reaksi spesifik golongan sulfa

5. Identifikasi golongan karbohidrat

- 1) Ciri-ciri golongan karbohidrat dan contoh bahan obat
- 2) Sifat golongan karbohidrat
- 3) Reaksi umum golongan karbohidrat
- 4) Reaksi spesifik golongan karbohidrat

6. Identifikasi golongan antibiotic

- 1) Ciri-ciri golongan antibiotic serta contoh bahan obat
- 2) Sifat golongan antibiotic
- 3) Reaksi umum golongan antibiotic
- 4) Reaksi spesifik golongan antibiotic

7. Identifikasi golongan alkaloid

- 1) Ciri-ciri golongan alkaloid serta contoh bahan obat
- 2) Sifat golongan alkaloid

- 3) Reaksi umum golongan alkaloid
- 4) Reaksi spesifik golongan alkaloid

8. Identifikasi golongan antihistamin

- 1) Ciri-ciri golongan antihistamin serta contoh bahan obat
- 2) Sifat golongan antihistamin
- 3) Reaksi umum golongan antihistamin
- 4) Reaksi spesifik golongan antihistamin

9. Identifikasi golongan vitamin

- 1) Ciri-ciri golongan vitamin serta contoh bahan obat
- 2) Sifat golongan vitamin
- 3) Reaksi umum golongan vitamin
- 4) Reaksi spesifik golongan vitamin

10. Identifikasi golongan hormone

- 1) Ciri-ciri golongan hormone dan contoh bahan obat
- 2) Sifat golongan hormone
- 3) Reaksi umum golongan hormone
- 4) Reaksi spesifik golongan hormon.

11. Identifikasi obat golongan barbiturat

- 1) Ciri-ciri obat golongan barbiturate dan contoh bahan obat
- 2) Sifat umum golongan barbiturate
- 3) Reaksi warna golongan barbiturate
- 4) Identifikasi KLT golongan barbiturate

TATA TERTIB PRAKTIKUM

Sebelum masuk ke laboratorium

1. Praktikan harus mengenakan jas laboratorium dan alat pelindung diri lainnya
2. Wajib mengenakan sepatu tertutup
3. Dilarang memakai *make up* yang berlebihan
4. Jika ke empat hal diatas tidak ditaati maka mahasiswa yang bersangkutan tidak diperkenankan mengikuti praktikum
5. Mahasiswa masuk ke laboratorium 15 menit sebelum jadwal praktikum dimulai, jika terlambat masuk sesuai jadwal, maka tidak diperkenankan mengikuti praktikum

Setelah masuk laboratorium

1. Mahasiswa wajib mengisi daftar hadir yang telah disediakan
2. Mahasiswa wajib mengikuti pretest jika dosen pembimbing memberikan pretest sebelum praktikum berlangsung
1. Melakukan praktikum dengan tertib, ikuti pengarahan dari instruktur, baik mengenai prosedur praktikum maupun penggunaan peralatan gelas
2. Pergunakan peralatan gelas sesuai dengan fungsinya
3. Tidak diperkenankan keluar masuk laboratorium, makan dan minum, membuat keributan, serta menerima tamu
4. Menjaga ketertiban dan keselamatan kerja, menjaga kebersihan, serta bersikap sopan selayaknya seorang mahasiswa

Setelah praktikum selesai

1. Bersihkan semua peralatan dan meja seperti kondisi semula
2. Buat laporan sementara dan langsung dikumpulkan kepada dosen pembimbing praktikum
3. Periksa kembali kebersihan lemari meja dan lantai (tidak basah dan tidak ada sampah yang tercecer)
4. Tinggalkan laboratorium dalam keadaan bersih dan rapi

Laporan

1. Laporan dibuat sesuai dengan petunjuk yang dilampirkan dalam buku petunjuk praktikum
2. Laporan diserahkan paling lambat 5 hari setelah praktikum dilaksanakan

Kehadiran

1. Semua praktikan wajib mengikuti seluruh rangkaian pratikum dari mulai dari pengarahan, pretest, dan praktikum itu sendiri
2. Jika tidak hadir pada saat pengarahan maka tidak diperkenankan mengikuti praktikum

Penilaian

Hal yang dinilai adalah :

1. Laporan praktikum 20%
2. Ujian tengah semester 40%
3. Ujian Akhir Pratikum 40%

Pemecahan Alat

1. Setiap peralatan gelas yang dipecahkan harus diganti dengan jenis, merek, dan ukuran yang sama
2. Penggantian alat yang dipecahkan paling lambat 2 minggu setelah pemecahan
3. Jika hingga akhir semester peralatan gelas tidak diganti, maka nilai praktikum tidak akan dikeluarkan

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR.....	v
DESKRIPSI MATA KULIAH.....	vi
TATA TERTIB DAN PETUNJUK PRAKTIKUM.....	ix
DAFTAR ISI	xi
PENDAHULUAN.....	xiii
PEMBUATAN REAGEN	xiv
PEREAKSI	xxi
BAB I GOLONGAN ALKOHOL DAN FENOL	1
A. Pustaka Alkohol dan Fenol	2
B. Tabel Pengamatan	11
C. Latihan Soal	12
BAB II GOLONGAN ASAM.....	13
A. Pustaka Asam	15
B. Tabel Pengamatan	23
C. Latihan Soal.....	24
BAB III GOLONGAN SULFA.....	25
A. Pustaka Sulfa	26
B. Tabel Pengamatan.....	31
C. Latihan Soal.....	31
BAB IV GOLONGAN KARBOHIDRAT.....	33
A. Pustaka Karbohidrat.....	33
B. Tabel Pengamatan	38
C. Latihan Soal	38

BAB V GOLONGAN ANTIBIOTIK	40
A. Pustaka Antibiotik	42
B. Tabel Pengamatan	47
C. Latihan Soal	48
BAB VI GOLONGAN ALKALOID.....	49
A. Pustaka Alkaloid	50
B. Tabel Pengamatan	57
C. Latihan Soal	57
BAB VII GOLONGAN ANTIHISTAMIN.....	59
A. Pustaka Antihistamin	60
B. Tabel Pengamatan	63
C. Latihan Soal	64
BAB VIII GOLONGAN VITAMIN.....	65
A. Pustaka Vitamin.....	65
B. Tabel Pengamatan	71
C. Latihan Soal	72
BAB IX GOLONGAN HORMON	73
A. Pustaka Hormon	73
B. Tabel Pengamatan	76
C. Latihan Soal	77
BAB X GOLONGAN BARBITURAT.....	78
A. Pustaka Barbiturat	78
B. Tabel Pengamatan.....	83
C. Latihan Soal	83
BAB XI GOLONGAN GANJA DENGAN KLT.....	85
A. Pustaka KLT	85
B. Tabel Pengamatan.....	89
C. Latihan Soal.....	89
DAFTAR PUSTAKA.....	91

PENDAHULUAN

Mata Kuliah Farmasi I membahas aspek analisa kualitatif pada sediaan Farmasi/obat-obatan yang meliputi identifikasi secara fisik, kimia dan bentuk kristal obat.

Analisa kimia farmasi dapat diidentifikasi sebagai penerapan metode-metode dan prosedur-prosedur kimia. Tujuan dari analisis kualitatif adalah untuk mengetahui atau memastikan identitas suatu bahan obat dengan mengetahui unsur atau senyawa dalam contoh tersebut. Dalam analisa kualitatif metode yang sering digunakan antara lain; metode fisika, metode kimia dan metode fisika kimia.

Metode Fisika meliputi uji organoleptis/pemerian. Dalam cara ini, suatu zat dikenal berdasarkan sifat-sifat fisiknya dengan panca indra. Pengamatan ini meliputi bentuk, warna, rasa dan bau.

Selain itu dilakukan pula penetapan fisika. Perlu dilakukan penetapan fisika untuk mengetahui kemurnian zat, seperti suhu lebur, suhu didih, kelarutan dan pH, bobot jenis, index bias, rotasi jenis dan kekentalan (viskositas).

Analisis secara kualitatif secara kimia dapat dilakukan dengan melakukan reaksi seperti golongan vitamin, anti histamin, antibiotik dll.

Buku Panduan praktikum Kimia Farmasi I ini disusun dengan bahasan sebagai berikut :

1. Pembuatan Reagensia
2. Identifikasi bahan obat golongan Alkohol dan Fenol
3. Identifikasi bahan obat golongan Asam
4. Identifikasi bahan obat golongan Sulfa
5. Identifikasi bahan obat golongan Karbohidrat
6. Identifikasi bahan obat golongan Antibiotika
7. Identifikasi bahan obat golongan Alkaloid
8. Identifikasi bahan obat golongan Antihistamin
9. Identifikasi bahan obat golongan Vitamin
10. Identifikasi bahan obat golongan Hormon
11. Identifikasi bahan obat golongan Barbiturat
12. Identifikasi bahan obat golongan Ganja dengan KLT

PEMBUATAN REAGEN KIMIA

NO.	NAMA REAGENT	JUMLAH	KOMPOSISI
1	Asam Asetat Glasial		98% = 12,3 N
2	Asetat dilutus	100 ml	6% = 1N 20 ml(p) add 100 ml
3	Aq.Bromata	100 ml	- Lar.jenuh Brom dalam air - 0,6 ml Brom dalam 100 ml air - 0,3 ml Brom dalam 100 ml asetat
4	As. Fosfomolibdat		10% dalam air
5	As. Formiat		25%
6	As. Nitrat Encer	1L	100 ml HNO ₃ (p) dalam 1000 ml air = 4N
7	As. Klorida Pekat		37% = 12N
8	As. Klorida Encer		4N
9	As. Klorida 2N	100 ml	26 ml(p) add 100 ml
10	As. Sulfat Pekat		96% = 36N
11	As. Sulfat Encer	100 ml	2N 5,7 ml (p) add 100 ml
12	As. Pikrat		10%
13	As. Phosphat		25%
14	Amoniak Pekat		25% = 15N
15	Amoniak Encer		10% = 6N
16	Amoniak 2N	100 ml	13,4 ml(p) add 100 ml
17	Amonium Klorida		10,7% = 2N
18	Am.Molibdat=NH ₄ MoO ₄		3%
19	AuCl ₃		5%
20	AgNO ₃		4,25% atau 1,7%
21	Alizarin		0,1% atau 0,25%
22	Ba(NO ₃) ₂		6,5% = 0,5N

23	Barfoed	1L	- 65 g Cu.Asetat dalam 100 ml air mendidih + 50 ml as.laktat 3,5% add 1000 ml,saring - Cu.Asetat 4,5 + asetat 0,06% 100 ml
24	Benzidin A		- Benzidin 50 mg + asetat 10 ml - 1 g + 10 ml metil asetat + 1 ml air, saring
25	Benedict	1 L	17,7 g CuSO ₄ + 173 g Na.Sirat + 117 g Na ₂ CO ₃ .2H ₂ O add aquadest 1 L
26	Bi-Complex		Bi. Sub CO ₃ 5 g + HCL p 10 ml + KI 30 g + Aqua add 1 L
27	Bikromat Asam	75 ml	18,8 g K ₂ Cr ₂ O ₇ + 10 ml H ₂ SO ₄ (p) add quadest 75 ml
28	Bouchardat	100 ml	4 g KI dilarutkan ke dalam 20 ml air suling , kemudian ditambahkan 2 g Iodium sampai diaduk sampai larut. Add hingga 100 ml
29	Calcii clorida		10% dalam air
30	Calcii asetat		5% =1N
31	Cupri asetat		4,1%
32	CU-komplex		3 g CuSO ₄ +10ml HCl(p) +30g KI add aquadest 100 ml
33	CuSO ₄		4,1%
34	Aq.Calcis		Ca(OH) ₂ jenuh
35	Dithizon		3,75% dalam CHCl ₃
36	Deniges	100 ml	5g HgO + 20 ml H ₂ SO ₄ add aquadest 100 ml
37	Deniges gula	100 ml	- 10 g Na Asetat + 20 ml asetat glasial add aquadest 100 ml (1) - 5 ml phenyl hidrazinchlorida + 5ml Na.bisulfit 35% (2), saring
38	Dimetil glioxim		1% dalam alkohol
39	Dimetyl yellow		0,1% dalam alkohol
40	Diazo A	200 ml	1 g As.sulfanilat + 60 ml HCl 4N add aquadest 140 ml
41	Diazo B	100 ml	0,9% NaNO ₂ , atau

			0,25 β naftol dalam 100 ml NaOH 3N
42	Dragendorff	100 ml	<p>8 g Bismut Nitrat dilarutkan dalam HNO_3 20 ml, dicampur dengan larutan KI 27,2 g dalam 50 ml air suling. Larutan jernih diambil dan diencerkan dengan air secukupnya hingga 100 ml</p> <p>7 g KI + 1,5 g NBB + 2 ml air panas + 2 tetes HCL (p)</p> <p>Atau</p> <ul style="list-style-type: none"> - Larutan A : 1,7 g NBB + 20 g Asam tatarat + Aq. Add 80 ml - Larutan B : 32 g KI dalam 8 ml aqua <p>Campur kedua larutan</p> <p>Atau</p> <ul style="list-style-type: none"> - Larutan A : 1,85 g NBB + 10 ml Asam asetat + 40 ml air - Larutan B : 20 g KI dalam 50 ml air <p>Campur kedua larutan</p>
43	DAB HCl/Erlich	100 ml	<ul style="list-style-type: none"> - 2g 4-dimetil amino benzaldehid - 90 ml HCl 6N - 10 ml aquadest <p>Atau</p> <ul style="list-style-type: none"> - 1 g 4-dimetil amino benzaldehid - 20 ml HCl 2N - 100 ml air
44	Diphenil Carbazide		<ol style="list-style-type: none"> Larutan dalam alkohol 96% ad jenuh, lalu jenuhkan dengan KCNS + KI sedikit Larutan 1% dalam alkohol <p>Campur kedua larutan</p>
45	Erdmann		<ul style="list-style-type: none"> - 20 ml H_2SO_4 (p) - 10 tetes HNO_3 (e) - 10 tetes HNO_3 65% dalam air)

46	Fe-Complex		- 30 g FeCl ₃ - 10 ml HCl (p) - 30 g KI - Add 100 ml Aqua
47	Fehling A	100 ml	- 6,928 g CuSO ₄ - 0,1 ml H ₂ SO ₄ - 100 ml aquadest
48	Fehling B	100 ml	- 35,2 g K.Na.Tartarat - 15,4 g NaOH - 100 ml aquadest Atau - 10 g NaOH - 35 g K.Na Tartrat - Add 100 ml aqua
49	FeCl ₃		4,5% = 0,5N
50	Frohde		0,5% am.molibdat dalam H ₂ SO ₄ (p)
51	Fearon		5% metil amin dalam HCl
52	Fe(NH ₄)(SO ₄) ₂ .10H ₂ O		16,1 %
53	Garam Reineckat		Lar. Jenuh dalam air
54	HgCl ₂		5% atau lautan jenuh dalam air
55	K ₂ CrO ₄		15%
56	K ₂ Cr ₂ O ₇		9,8% atau 5% b/v
57	K ₃ Fe(CN) ₆		1% atau 11%
58	K ₂ Fe(CN) ₆		5,3% atau 11%
59	KMnO ₄		1%
60	KOH 0,5N-Spiritus		2,8% KOH dalam etanol
61	KOH 2N		2%
62	KI		16,6%
63	K-Liq.Nessler		5 KI dalam air +HgCl ₂ dalam air (1:20)ada endapan merah tidak hilang, saring + 15g dalam 30 ml air + ad 100 ml air, saring
64	Luff		- 2,5 g CuSO ₄ - 5 g As. Sitrat - 38,8 g Na ₂ CO ₃ .1H ₂ O - Add 100 ml Aquadest
65	Molisch		3% α naftol dalam alkohol

66	Millon	100 ml	- 20 g Hg(NO ₃) ₂ dalam 100 HNO ₃ 0,5N - 1 g Hg +1,5 ml HNO ₃ + 2 ml aquadet
67	Meyer	-1 L -100 ml	- 13,6 g HgCl ₂ dalam 600 ml air + 50 g KI dalam 200 ml air + ad aquadest 1000 ml - 1 g HgCl + 4g KI + 95 ml aquadest
68	Mandelin	-	- 0,5 % am. Vanadat dalam H ₂ SO ₄ (p)
69	Marquish		2 tetes Formaldehi (35%) + 1 ml H ₂ SO ₄ (p)
70	Molisch		3% α naftol dalam 0,5N HNO ₃
71	NaOH 2N	100 ml	8 g NaOH dalam 100 ml aquadest
72	NaOH 3N	100 ml	12 g NaOH dalam 100 ml aquadest
73	Na ₂ CO ₃		15% = 3N
74	Nat.Phospat(Na ₂ HPO ₄)		11,9% =1N
75	Nessler	100 ml	- 23 g Hg(I) ₂ + 16g KI dalam amoniak ad 100 ml + 100 ml 6N, didiamkan 24 jam, saring - 20 g Hg(Cl) ₂ + 60 g KI + sedikit air + 170 KOH + 1000 ml aquadest
76	Na. Cobalt Nitrit	- 100 ml	a. 6,8 g dalam 100 ml aquadest b. - 25 g Co(NO ₃) ₂ + 7,5 ml HNO ₃ 50% add 500 ml aquadest - 300 g NaNO ₂ dalam 500 ml, campur, biarkan mengendap. Ambil larutan jernihnya
77	Na.Nitroprusid		2,5% atau 5%
78	Pb Asetat		9,5%
79	Parry		1% Co(NO ₃) ₂ dalam metanol
80	Phenolphthalein		1% dalam etanol
81	Platinum chloricum(PtCl ₄)		10%
82	Reagent Martini		Lar. Jenuh Ki tuang dalam lar. Pb(NO ₃) ₂ 1% ad endapan kuning

			larut
83	Roux		a. Na.nitroprusid 10 + 100 ml aquades,saring b. 2 ml NaOH 30% c. 5 ml KMnO ₄ 3%
84	Solutio Amily		2 g amilum + 10 g HgI ₂ , panaskan dalam 1 L
85	Sol. Iodii Aquosa	100 ml	- 2,6 g Iodium dalam 12 ml Aquadest - 3 g KI dalam 20 ml aquadest - Ad dengan aquadest 100 ml
86	Stanno Klorida		- 5,6 g Sn(CL)2 dalam 10 ml - H ₂ SO ₄ (p) + butir Sn + aqua ad 100
87	Schiff		a. Fuchsin 1% + NaHSO ₃ ad warna hilang encerkan dengan air ad 10x volume b. 0,2 g Fuchsin + 140 ml air panas + 5 g NaHSO ₃ + 3 ml HCL (p), setelah 2 jam warna hilang
88	Titan Yellow		0,1 % dalam alkohol
89	Triple Nitrit		- 1,6 g Pb. Asetat - 1 g Cu. Asetat - 2 g NaNO ₂ - 1 ml Asetat glassial - Add 25 ml aqua
90	Wassicky		- 1 g 4-dimetil amino benzaldehid dalam 10 ml H ₂ SO ₄ - 1% 4-dimetil amino benzaldehid dalam alkohol atau H ₂ SO ₄ pekat
91	Zwikker		- 400 ml Lar. 10% CuSO ₄ - 100 ml pyridin - Ad 500 ml aqua Atau - 1 % Co(NO ₃) ₂ dalam metanol - 10% piperidin dalam metanol Cara : 10 mg zat + 5 tetes zwikker I

			+ 1 tetes II
92	Zwikker Cardiazol		<p>a. 20 g CuCl₂ dalam air panas</p> <p>b. Larutkan dalam 25 g Na. Sulfit dalam air panas</p> <p>a + b dipanaskan lalu dinginkan</p> <p>+ HCl (p) 200 ml + aqua add 1000 ml</p>
93	Zn-Uranyl Asetat		<p>a. 1 g uranyl asetat + 0,6 ml As. Asetat + air add 5 ml</p> <p>b. 3 g Zn-Asetat + air add 5 ml</p> <p>Campur a + b, diamkan 24 jam, saring</p>
94	Simon		<ul style="list-style-type: none"> - 5 % .bikromat dalam air - As. Sulfat pekat - 2,5 % Na. Nitroprusid dalam air - 10 % piperidin dalam alkohol
95	Cupri-Alkali		<ul style="list-style-type: none"> - 2 g CuSO₄ dalam 100 ml air - NaOH 3N - HCl 3N
96	Osazon		<ul style="list-style-type: none"> - 0,1 g Fenilhidrazin HCL - 0,05 g Na. Asetat - 9 ml air <p>Cara : zat + 1 tetes air, panaskan + 1 tetes pereaksi, lihat kristal</p>
97	Hidrazone-Oksazon		<p>a. 10 g Na. Asetat + 20 ml asetat glassial + 5 ml fenilhidrazin + 5 ml Na. Bisulfit 35 % + air ad 100 ml, saring</p> <p>b. 2 ml gliserin + 1 ml asetat glassial + 0,5 ml fenilhidrazin + 25 ml Na. bisulfit</p>

PEREAKSI

NO.	PEREAKSI	KOMPOSISI
1.	Meyer	Air + larutan Na_2CO_3 + KMnO_4
2.	King	Diazo A (As. Sulfanilat + HCl) 4 Diazo B (NaNO_2) 1 + NaOH ad basa
3.	Esterifikasi	Alk+as.sulfat \longrightarrow Waterbath
4.	Schiff	1% Fuchsin + 1% NaHSO_3 + 1% HCl
5.	Beckman	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ + H_2SO_4
6.	Cuprifil	NaOH ad basa + CuSO_4
7.	Marquish	1 ml H_2SO_4 + 1 tts Formalin
8.	Frohde	Am.molibdat + H_2SO_4 (p)
9.	Molisch	α naftol dalam alkohol lar. Zat + α naftol dlm alkohol + H_2O_4 pd dinding tabung
10.	Murexid	KCLO_3 pdt/ H_2O_2 +HCl pkt \longrightarrow waterbath, tetesi amoniak \longrightarrow Ungu
11.	Thiokrom	$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ + HCl encer \longrightarrow 5' +NaOH ad basa +amil alkohol
12.	Biuret	\longrightarrow Wb +NaOH + CuSO_4 encer \longrightarrow ungu
13.	Fehling	Fehling A+B
14.	Wassicky	DAB pdt + H_2SO_4 p \longrightarrow wb
15.	Molisch	Lar.zat + α naftol dalam alk + H_2SO_4 pd dinding tabung
16.	Charletti (dioksidasikan menjadi asam osalat)	a. + HNO_3 (p) \longrightarrow waterbath 5 – 10 menit, dinginkan + gliserin + resorsin + H_2SO_4 (p) \longrightarrow waterbath ungu b. Setelah terjadi as. Oksalat + NaOH ad netral + as. Asetat ad asam + \longrightarrow lar. CaCl_2 kristal
17.	Ag. Amoniakal	+ AgNO_3 + NH_4OH \longrightarrow cincin perak

18.	Indofenol	- u/ sulfa : NaOH + lar. Kaporit jenuh + tetes fenol liq + NH4OH - u/ anilin : HCL + lar. Kaporit jenuh + tetes fenol liq + NH4OH
19.	Huseman	H2SO4 (p) + HNO3 (p) + → KNO3 pdt Waterbath
20.	Gabrieti	H2SO4 (p) → waterbath + chloralhidrat
21.	Wielard & Kapper Meller	As. Asetat glassial +NaNO2 + NH4OH
22.	Rauge	HCL 25 % → waterbath, dinginkan + air + NaOH (e) ad basa
23.	Guebert	HNO3 (p) → waterbath + Zn + HCL + β naftol → merah ungu
24.	Vitalli	HNO3 (p) → Waterbath ad kering + KOH - alkohol + aseton
25.	Mandelin	Am. Vanadat + H2SO4
26.	Ehrlich	p. DAB dalam HCL
27.	Castellana	Na2CO3 2 bgn + Mg 1 bgn
28.	Sanches	Vanillin + HCl (p) → waterbath
29.	Schweitzer	CuSO4 + NH4OH ad biru
30.	Pellargi	HCl (p) → waterbath ad kering + air + Na. Bic berlebih + lar. Iod berlebih + eter
31.	Pesez	H2SO4 (p/e) + KBr → waterbath + CHCl3
32.	Serulas Lefort	Lar. Zat + H2SO4 (e) + KI + CHCl3
33.	Chen Kao	+air + HCl 3N + NaOH ad basa + eter / amil alkohol

MATERI I

IDENTIFIKASI SENYAWA OBAT GOLONGAN ALKOHOL DAN FENOL

I. TUJUAN PRAKTIKUM

Mengidentifikasi senyawa zat dari bahan yang dipakai dalam farmasi terutama bahan obat-obatan.

II. DASAR TEORI

A. Definisi Alkohol dan Pembagian

Alkohol adalah suatu senyawa organik yang mempunyai gugus OH yang terikat pada atom karbon dari rangkaian alifatis maupun rantai siklik.

B. Pembagian Alkohol

1. Berdasarkan Struktur

a. Alkohol Alifatis

Contoh : Primer (etil alkohol), Sekunder (isopropil alkohol), tersier (amylon hidrat) disebut Alkohol monovaen alifatis jenuh

b. Alkohol Aromatis

Contoh : Benzil alkohol (jenuh) dan cinnamil alkohol (tak jenuh)

c. Alkohol Siklik

Contoh : Sekunder (menthol) dan tersier (terpenhydrat)

2. Berdasarkan jumlah gugus OH

a. Alkohol monovalent

b. Alkohol polyvalent

Jenis cairan : glycerin, etylen glikol dan propylen glikol (2-3 gugus OH)

3. Berdasarkan letak gugus OH pada atom C yang mengikat
 - a. Alkohol primer : Etanol, metanol, propanol
 - b. Alkohol sekunder : Isobutil alkohol, isopropil

4. Berdasarkan keturunannya (jumlah atom C yang dikandung)
 - a. Alkohol rendah
 - b. Alkohol tinggi

C. Sifat-sifat alkohol

- Kelarutan

Umumnya mudah larut dalam pelarut polar, makin panjang atom C nya, makin sulit kelarutannya dalam air (atom C banyak)
- Titik didih

Alkohol monovalent mempunyai titik didih bertambah besar dengan bertambahnya atom C

Alkohol polivalen mempunyai titik didih bertambah besar dengan bertambahnya gugus OH
- Indeks Bias

Makin banyak atom C, maka indeks bias makin tinggi
- Alkohol monovalen

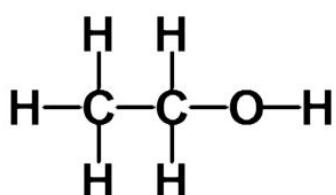
Mempunyai jumlah C1 – C10 pada suhu kamar berupa cairan, sedangkan yang mempunyai atom C1 > C10 pada suhu kamar berupa zat padat
- Alkohol polivalen

Makin banyak gugus OH, titik lebur makin tinggi

D. Reaksi-reaksi umum alkohol

MONOGRAFI

1. Aethanol atau Etanol atau Alkohol 70%



Pemerian : Cairan tak berwarna, jernih, mudah menguap dan mudah bergerak, bau khas, rasa panas. Mudah terbakar dengan memberikan nyala biru yang tidak berasap

Kelarutan : Sangat mudah larut dalam air, dalam kloroform P dan dalam eter P

Khasiat dan penggunaan : Zat tambahan

- Dalam bidang farmasi : sebagai pelarut untuk membuat tingtur, essens, ekstrak dll.
- Untuk sintesis : eter, iodoform, kloral, dll.
- BM : 46,07
- Rumus struktur : C_2H_5OH

a. Esetrifikasi asam salisilat/benzoat/asetat (baunya)

Asam salisilat : (-) gandapura/balsam/sangat lemah

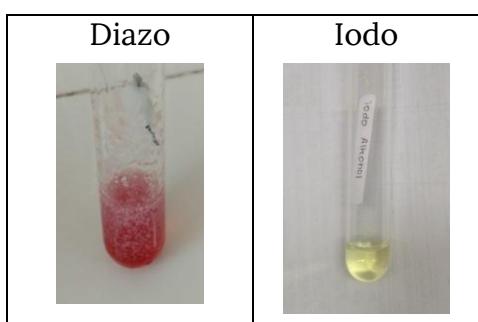
Asam benzoat : (+) frambosen/pisang ambon

Asam asetat : (+) Cutex

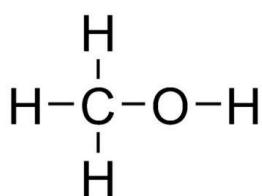
b. Reaksi Iodoform

Sampel + NaOH + sol iodii aquosa kuning (lihat bawah mikroskop) dan warna kuning kenari.

Contoh Hasil Reaksi :



2. Metanol (BM : 32,4)



Nama lain : Methyl Alkohol, (CH_3OH).

Pemerian :

- a. Cairan tidak berwarna, jernih, bau khas (kasar, pedas tidak enak, toksik), warna nyala tidak ada, kebiru-biruan, TD $64,7^\circ\text{C}$
- b. Lebih toksik daripada etil alkohol/etanol
- c. Tidak membentuk campuran azeotropik dengan air

d. Jika diminum mabuk lama sampai dengan kebutaan dan kematian (tergantung dari volume yang diberikan) karena dalam tubuh , metanol tidak dioksidasi dengan sempurna hanya sampai HCOOH yang mengakibatkan kematian.

Kelarutan : Dapat bercampur dengan air, alkohol, eter dan pelarut organik lainnya

Kegunaan metanol sebagai berikut :

- Pelarut misalnya dari schellac dsb
- Sebagai anti freeze radiator mobil
- Untuk mendenaturasikan etanol
- Untuk pembuatan formaldehid, metil salisilat, metil klorida

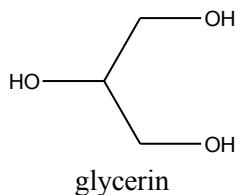
Reaksi Metanol :

- Reaksi gandapura
Disebut esterifikasi asam salisilat : bau ester balsam gandapura lebih pekat/jelas harumnya, dibandingkan etanol yang sedikit lemah baunya
- Reaksi iodoform
Hasil reaksi : warna kuning jika diencerkan praktis tidak hilang (lihat di bawah mikroskop)

Contoh Hasil Reaksi :

Cuprifil	Iodo	H ₂ SO ₄
		

3. Gliserin atau Gliserol



Pemerian : Cairan seperti sirup, jernih tidak berwarna, tidak berbau, manis, diikuti rasa hangat di lidah, jika disimpan beberapa lama pada suhu rendah dapat memadat membentuk masa hablur tidak berwarna yang tidak melebur hingga suhu mencapai lebih kurang 20° C, diuapkan tak dapat kering, higroskopis, TD = 290 °C

Kelarutan : Dapat bercampur dengan air dan dengan etanol, praktis tidak larut kloroform, eter, minyak lemak

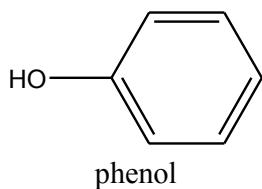
Kegunaan :

- a. Mempunyai sifat menghaluskan maka dipakai dalam larutan air misal kulit yang kasar
- b. Sebagai pencahar dan juga dipakai sebagai pemanis dan pelarut
- c. Sebagai pengawet untuk fermentasi dan vaksin-vaksin
- d. Konsentrasi 25% sebagai antiseptik
- e. Untuk membuat gliserol trinitrat dipergunakan sebagai vasolidator dan pembuatan dinamit

Reaksi warna :

- a. Reaksi Cuprifil
- b. Reaksi Charley

4. Fenol



Fenol adalah senyawa organik yang mempunyai gugus OH yang langsung berikatan dengan atom C dari inti aromatis baik tunggal maupun polivalen.

Pemerian : Berhablur dengan air kristal

Kelarutan : Mudah larut dalam etanol, eter dan pelarut organik

Sintesis Fenol

- a. Derivat halogen dari benzen dengan larutan basa pada suhu tinggi, tekanan tinggi
- b. Peleburan garam-garam dari sulfonat dengan basa
- c. Penguraian dari garam-garam diazonium

Sifat-sifat umum

1. Bersifat asam lemah, atom H diganti tak hanya dengan logam seperti alkohol tetapi juga dengan basa, terjadi fenolat. Sifat asam dari fenol-fenol lemah dan fenol ini diuraikan dengan asam karbonat
2. Mudah dioksidasi juga oleh O₂ udara dan memberi zat-zat warna, mereduksi larutan fehling

3. Memberi reaksi berwarna dengan FeCl_3
4. Fenol mudah larut dalam etanol, eter dan pelarut organik
5. Memiliki sifat antiseptik, beracun dan mengikis $K_a = 10^{-10}$

Pembagian fenol

a. Fenol monovalen

Memiliki 1 gugus OH, mudah larut dalam pelarut organik, contoh : alpha-naftol

b. Fenol Polivalen

Memiliki gugus OH lebih dari 1, mudah larut dalam air, contoh : Resorcinol, hydrokuinon, pyrogallol

Sifat fisika kimia

- a. Zat padat, berhablur dengan air kristal
- b. Titik cair $42,3^{\circ}\text{C}$ dan titik didih 182°C
- c. Jika dibiarkan pada udara dan cahaya fenol menjadi merah atau coklat, jika dicampur dengan air terjadi 2 lapisan. Lapisan bawah larutan air dalam fenol dan lapisan atas adalah larutan fenol dalam air. Kelarutan tersebut akan bertambah jika terdapat kenaikan suhu pada 68°C

Reaksi Umum Fenol

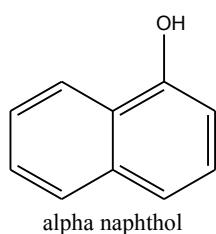
1. Marquish

Zat + formalin + H_2SO_4 (melalui dinding tabung) \longrightarrow cincin warna

- cincin warna merah ungu kecoklatan : alfa naftol
- cincin warna hijau : betha naftol
- cincin warna merah violet atas seperti susu : resorcin

Monografi Senyawa Fenol

1. α naftol/1-naftol-P



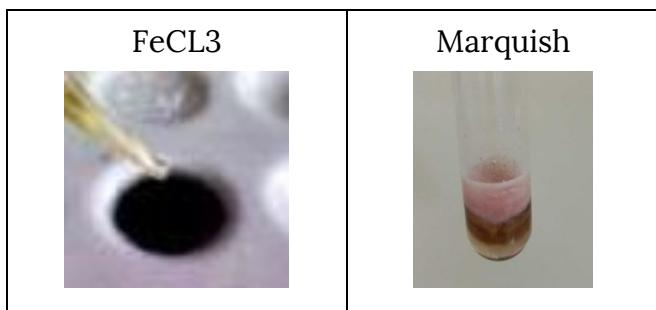
Pemerian : Hablur, tidak berwarna/ putih/serbuk hablur putih, bau khas

Kelarutan : Larut dalam sebagian etanol 95%, tidak berwarna/hampir tidak berwarna, tanpa warna merah karsen pucat

Identifikasi :

- α -naftol /1-naftol-P dengan alkohol + FeCl_3 menghasilkan warna hijau lalu terbentuk endapan ungu
- Fluoresensi padat : biru muda
- Fluoresensi dalam NaOH tidak berwarna
- Dalam $\text{NaOH} + \text{aqua iodi}$: keruh violet
- Zat + KCN 10% + CuSO_4 1% : violet
- Aqua brom berlebih : endapan putih >>> ungu
- Reaksi Molish : cincin ungu
- Reagen milon : merah terang
- Reaksi marquish : coklat sedikit kehijauan
- Zat + NaHCO_3 + KCN 10% + CuSO_4 1% : violet
- Zat + KOH 50% berlebih + CHCl_3 berlebih : biru

Contoh Hasil Reaksi :



2. β naftol

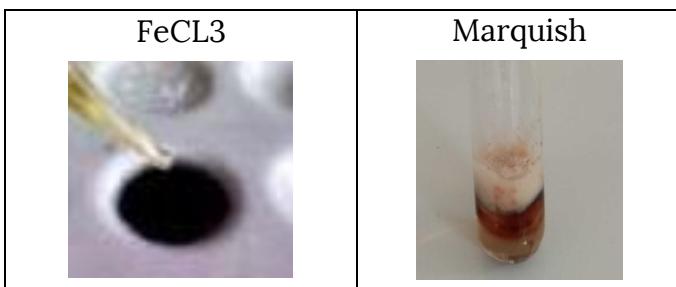
Pemerian : Lempeng hablur/serbuk putih/hampir putih,bau lemah mirip fenol

Kelarutan : Pada suhu 15⁰ dalam 1000 bagian air dan dalam 2 bagian etanol 90%, larut dalam larutan alkali hidroksida

Identifikasi

- Zat + alkohol + FeCl_3 : hijau
- Zat + soll iodii + ad alkalis
- NaOH >>> fluoresensi ungu
- Zat + KOH 50% + kloroform >>> biru (dipanaskan)
- Zat + marquish : larutan kuning hijau
- King : merah jingga dipanaskan

Contoh Hasil Reaksi :



3. Resorsinol

1. Uji pendahuluan

Pemerian : Hablur berbentuk jarum, bau khas, rasa manis diikuti pahit, warna putih

Kelarutan : Mudah larut dalam air dan etanol, larut dalam eter dan gliserol

- pH : >7
- Fluoresensi : -
- Pengarangan :

2. Uji Penggolongan

Zat + FeCl₃, terbentuk warna ungu + alkohol, warna tetap ungu

3. Uji Spesifik

Titik Leleh (t.L) : 109 – 111°C

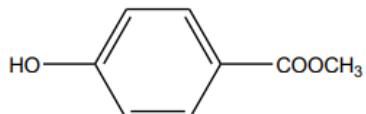
Kelengkapan data

Zat + H₂SO₄ (p) + larutan asam tartarat, warna merah tua

Zat + asam oksalat + gliserin + H₂SO₄ (p), warna violet merah

Zat + asam tartarat + H₂SO₄ (p), warna merah karmin

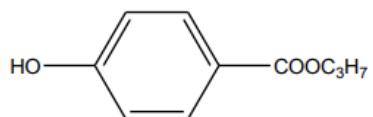
4. Nipagin (Metil p hidroksi benzoat)



Pemerian : Serbuk kristal putih, tidak berbau, rasa agak membakar

Kelarutan : Larut dalam 500 bagian air, 3,5 bagian etanol, 3 bagian aseton, larut dalam 20 bagian air mendidih, larut dalam eter dan alkali hidroksida

5. Nipasol (Propil p-hidroksi benzoat)



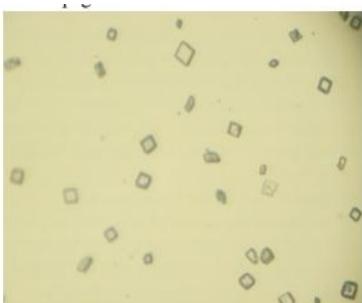
Pemerian : Serbuk kristal putih, tidak berbau dan tidak berasa

Kelarutan : Kelarutan sama seperti Nipagin

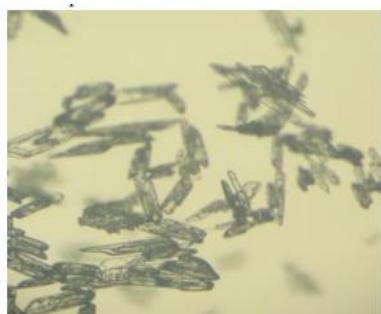
Identifikasi nipagin dan nipasol :

1. 100 mg zat ditambahkan 2 ml etanol 95 %, didihkan kemudian tambahkan larutan $Hg(NO_3)_2$ akan terbentuk cairan berwarna merah.
2. Didiikan zat dengan air lau tambahkan larutan $FeCl_3$ akan terbentuk warna ungu merah (untuk nipagin). larutan nipasol dalam etanol ditambahkan $FeCl_3$ akan terbentuk warna ungu yang lama kelamaan menjadi rosa muda (nipasol).
3. Panaskan dengan $NaOH$, dinginkan, asamkan, lalu tambahkan NH_4OH , uapkan sampai kering. Larutkan sisa dengan air dan tambahkan larutan $CuSO_4$, maka untuk nipagin akan terbantuk kristal jarum warna biru sedangkan pada nipasol akan terbentuk kristal jarum biru muda.
4. Larutkan zat dalam air dengan pemanasan, tambahkan 2-3 tetes aqua brom:
 - nipagin akan terbentuk endapan putih
 - nipasol tidak terjadi perubahan
5. Reaksi kristal :
 - SublimasiCara identifikasi : Zat dipanaskan diatas cawan porselen yang ditutup obyek glass yang diberi kapas basah
 - Aseton airCara identifikasi : Zat dilarutkan kedalam etanol \longrightarrow Teteskan ke obyek glass + aquadest beberapa tetes \longrightarrow kristal dilihat dibawah mikroskop

Kristal aseton air untuk Nipagin



Kristal aseton air untuk Nipasol



I. ALAT DAN BAHAN

A. Alat

- Tabung reaksi
- Pipet tetes
- Spatula logam
- Lampu spritus
- Cawan uap
- Mikroskop
- Kapas basah

B. Bahan

SAMPEL	REAGEN
- α -Naftol	- $H_2SO_4(p)$
- Resorcinol	- NaOH
- β -Naftol	- $HNO_3(p)$
- Nipagin	- Iodium
- Nipasol	- Formalin
- Metanol	- $CuSO_4$
- Etanol	- Diazo A dan B
- Asam Salisilat	- Resorsin
- Asam Asetat	
- Asam Benzoat	

II. PROSEDUR/LANGKAH PERCOBAAN

1. Organoleptis

- Dilakukan pengamatan organoleptis yang meliputi ; bentuk, warna dan bau dari masing-masing zat
- Identifikasi dan catat hasil pengamatan

2. Kelarutan

- Diuji kelarutan sampel dengan masing-masing pelarut
- Dicatat hasil pengamatan

3. Reaksi Umum

a. Reaksi esterifikasi

Dengan (asam karboksilat, asam benzoat, asam asetat dan asam salisilat) yang diperhatikan bau esternya.

Cara : Zat dimasukkan ke dalam tabung reaksi + As. Karboksilat + H₂SO₄ (p)

→ Ditutup dengan kapas → panaskan diatas waterbath → tuang diatas air → dicium bau uapnya

Identifikasi aroma uap yang dihasilkan :

Methyl Salisilat : Minyak Gandapura

Ethyl asetat : Bau Cutex remover

Ethyl benzoat : Bau pisang ambon

b. Reaksi Diazo

Zat + Diazo A + Diazo B kemudian dibasakan dengan NaOH

(Diazo A : Diazo B yaitu 4:1) menghasilkan warna merah frambos

c. Reaksi iodoform

Zat + Iodium + Basa (KOH, NaOH) → warna kuning CHI₃

d. Reaksi Cuprifil

Larutan + CuSO₄ + NaOH, hasil : biru tua, stabil dengan pemanasan, tidak timbul endapan CuO

e. Reaksi Charley

Larutan + asam oksalat + resorsin + asam sulfat, Hasil warna ungu violet kemudian ditambahkan air, Hasil warna ungu hilang dan ditambahkan kembali asam sulfat, Hasil warna timbul kembali

f. Reaksi Marquish

Zat + formalin + H₂SO₄ → cincin warna

III. TABEL PENGAMATAN

Pereaksi	Etanol	Metanol	Gliserol	α Naftol	β Naftol	Resorsinol
ORGANOLEPTIS - Bentuk - Warna - Bau - Rasa						
KELARUTAN - Air - Asam (HCl, H ₂ SO ₄) - Basa (NaOH) - Pelarut organik (Kloroform, eter)						
REAKSI WARNA - Reaksi Diazo - Reaksi Iodoform - Reaksi Marquish - Reaksi Cuprifil - Reaksi Charley						
Reaksi Khusus Rx Esterifikasi						
Rekrystalisasi Aseton Air						
Rekrystalisasi Sublimasi						

IV. SOAL LATIHAN

1. Tuliskan reaksi kimia pada esterifikasi salisilat dan benzoat (bukan cara kerja) pada senyawa etanol dan metanol!
2. Tuliskan reaksi oksidasi untuk membedakan antara alkohol primer, sekunder dan tersier!
3. a. Tuliskan reaksi fenol dengan NaOH
b. Jelaskan mengapa reaksi fenol tidak dapat bereaksi dengan Na_2CO_3
4. Tuliskan beberapa penggunaan alkohol dan fenol dalam kehidupan sehari-hari !

V. DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. *Identifikasi Obat*. Terjemahan oleh Sugiarso. N.C., Bandung : ITB.
- Basset.J etc.1994. *Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik*. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. *The Meck Index*. New York : The Merck Co.
- Clarke's. 1986. *Isolation and Identification of Drug*. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.
- Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. *Kimia Farmasi Praktek*
- Departemen Kesehatan RI.1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*.
- Ebel. S. 1992. *Obat Sintetik*. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Nisyak, khoirun, dkk. 2019. *Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis*. Qiara Media.
- The Pharmaceutical Codex*. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.

MATERI II

IDENTIFIKASI SENYAWA OBAT GOLONGAN ASAM

I. TUJUAN PRAKTIKUM

Melalui praktikum ini, mahasiswa mampu mengidentifikasi senyawa obat golongan asam

II. DASAR TEORI

Asam adalah senyawa yang melepaskan ion H⁺ yang ditunjukkan dengan perubahan pada warna kertas laksam biru menjadi merah), yang pada senyawa organik dapat dilihat pada substituenya yang menjadi gugus karbosi. paling penting adalah asam mengandung gugus karboksil (asam karboksilat)



Beberapa contoh senyawa asam organik :

- Asam alifatis
- Asam aromatis
- Asam hidroksi aromatik
- Asam dengan rantai alifatis jenuh
- Asam dengan rantai alifatis tidak jenuh

Sifat umum

1. Dibandingkan dengan asam mineral seperti HCl dan HNO₃, asam karboksilat adalah asam lemah yang lebih asam daripada alkohol dan fenol
2. Bereaksi dengan NaHCO₃ dan NaOH
3. Asam karboksilat dengan BM rendah berupa cairan tidak berwarna dengan bau menyengat, misal asam asetat, asam formiat, butirat, dll

4. Bau asam karboksilat yang lebih tinggi (>100) berkurang sukar menguap (*low volatily*)
5. Asam karboksilat membentuk 2 ikatan hidrogen antara sepasang molekulnya

Identifikasi asam secara umum :

1. Organoleptis
2. pH : Mempunyai PH asam
3. Kelarutan : Asa organik umumnya sulit larut dalam air
4. Reaksi warna : Zat + pereaksi → memberikan warna
5. Pyrolisa : Letakan zat diatas obyek glass kemudian dipanaskan di atas bunsen → diamati kristalisasi
6. Sublimasi (umumnya asam mudah menyublim dalam bentuk asamnya) : Zat diletakkan diatas cawan porselen dan di tutup dengan obyek glass yang diberi kapas basah → di panaskan diatas WB → lihat hasil yang terdapat pada obyek glass pada mikroskop

Reaksi Pendahuluan

1. Reaksi dengan FeCl_3
 - a. Hasil : warna ungu (asam salisilat dan derivatnya, nipagin)
 - b. Coklat merah : asam nikotinat, asam asetat,dll
 - c. Kuning : asam laktat, asam glukonat, asam malat, asam tartarat
 - d. Biru hitam : asam galat dan tanin
2. Reaksi Iodoform : asam laktat,asam sulfosalisilat,Ca laktat
3. Reaksi DAB HCl : asam sulfanilat, PAS Na
4. Reaksi Marquish : asetosal (ros), asam salisilat (merah fram), asam gallat (kuning), tanin (coklat ros)
5. Reaksi dengan Fehling (+) : Asam niktonamid, asam askorbat, tanin asam gallat
6. Fluorosensi
 - a. Padat : deriv salisilat (biru muda), PAS Na (biru ungu)
 - b. Larutan : asam salisilat (Basa/NaOH)
7. Reaksi Frohde : asam salisilat (ungu), tanin (hijau)

MONOGRAFI

A. Asam Benzoat (BM : 122,12)



Asam aromatik adalah asam karboksilat dimana gugus karboksil langsung terikat pada inti benzena. Asam benzoat mengandung tidak kurang dari 99,5% C₇H₆O₂.

Pemerian : Hablur halus dan ringan, tidak berwarna, tidak berbau

Kelarutan : Larut dalam kurang lebih 350 bagian air, lebih larut dalam air panas, kurang lebih 3 bagian etanol (95 %) P, dalam 8 bagian kloroform P dan dalam 3 bagian eter P

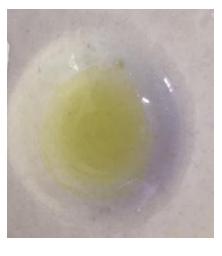
Identifikasi : Didiikan 100 mg dengan 100 mg kalsium karbonat P dan 5 ml air, saring. Pada filtrat tambahkan larutan besi (III) klorida P, terbentuk endapan kuning coklat

Identifikasi lain :

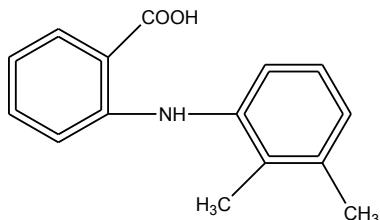
- Reaksi Esterifikasi benzoat terbentuk bau ester (etil benzoat/pisang ambon/balon tiup)
- Ke dalam larutan zat dalam air (netral) ditambahkan FeCl₃ terbentuk endapan kuning muda, endapan larut dalam eter berwarna merah-coklat
- Aseton air dan kristalisasi

Khasiat dan Penggunaan : Antiseptikum ekstern; pengawet (lebih baik dalam bentuk Na benzoat) dari makanan, lemak, air, buah-buahan, larut dalam alkaloid dsb.

Contoh Hasil Reaksi :

Marquish	Aseton air	FeCl
		

B. Acidum Mefenamicum



Asam N-2,3-Xililantranilat ($C_{15}H_{15}NO_2$)₂

1. Uji pendahuluan

Organoleptis : Hablur halus, tidak berbau, rasa pahit dan berwarna putih

Kelarutan : Mudah larut dalam air dan etanol 95%

pH : < 7

Fluorisensi : -

Pengarangan : tidak meninggalkan sisa

2. Uji penggolongan

Zat + NaHCO₃/Na₂CO₃ → keluar gas CO₂, ditangkap dengan

Ca(OH)₂/Ba(OH)₂ → timbul endapan putih

3. Uji Spesifik

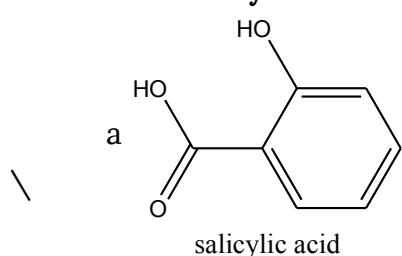
t.L : 230 °C dengan mengeluarkan gas

4. Kelengkapan reaksi

Test Lieberman – bauchardat : Zat larutkan pada loroform + Asam asetat anhidrat + H₂SO₄ (p) → biru (sterol)

Reaksi warna : Zat + H₂SO₄ + larutan K₂C₂O₇ → biru → hijau kecoklatan

C. Acidum Salicylum = asam -o- hidroksi benzoat



Asam salisilat mengandung tidak kurang dari 99,5% C₇H₆O₃.

Pemerian : Hablur ringan tidak berwarna atau serbuk berwarna putih, hampir tidak berbau, rasa agak manis dan tajam

Sifat-sifat :

Asam salisilat dan banyak derivatnya mempunyaiefek antipiretik dan analgetik dan menurunkan demam rheumatoid. Asam salisilat dan garam-garamnya yang sederhana memberi perangsangan lambung dan rasa tak enak, maka dibuat ester-ester yang larut lebih sedikit. Senyawa-senyawa ini melalui lambung tak berubah.

Turunan-turunan :

1. Na salisilat
2. Asam asetil salisilat
3. Metil salisilat
4. Fenil salisilat
5. Salisil amida

Kelarutan : Larut dalam 550 bagian air dan dalam 4 bagian etanol (95%) P; mudah larut dalam kloroform P dan dalam eter; larut dalam larutan ammonium asetat P, dinatrium, hidrogenfosfat P, kalium sitrat P dan natrium sitrat P.

Identifikasi :

- a. Menunjukkan reaksi salisilat seperti yang tertera pada uji identifikasi umum
- b. Larutan bereaksi asam terhadap larutan metil merah P

Identifikasi reaksi warna lain

- a. Fluorosensi
 - Padat : biru terang, garam Na : ungu, dalam NaOH : ungu
 - b. Dengan FeCl_3 : ungu + alkohol : ungu tetap
 - c. Esterifikasi salisilat : bau menyerupai gandapura (metil salisilat)
 - d. Dengan Marquish : merah rose
 - e. DAB HCl : kuning muda
 - f. King : kuning jingga
 - g. $\text{HNO}_3(\text{p})$: ungu merah + ammoniak : kuning
 - h. Fhrode : ungu (Na Salisilat)

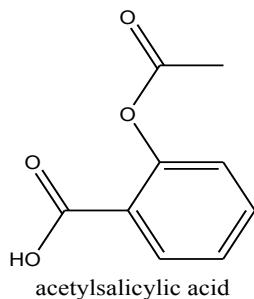
Wadah dan penyimpanan : Dalam wadah tertutup baik

Khasiat dan kegunaan : Keratolitikum, anti fungi

Contoh Hasil Reaksi :

FeCl ₃	Aseton air	King
		

D. Acidum Acetylsalicylum



Asam asetilsalisilat mengandung tidak kurang dari 99,5% C₉H₈C₄, dihitung terhadap zat yang telah dikeringkan.

Pemerian : Hablur tidak berwarna atau serbuk hablur putih, tidak berbau atau hampir tidak berbau, rasa asam, berflouresensi ungu

Kelarutan : Agak sukar larut dalam air, mudah larut dalam etanol (95%)P, larut dalam kloroform dan dalam eter P

Identifikasi reaksi warna

- Zat + FeCl₃ : ungu lemah dipanaskan : ungu lebih terang/pekat
- Marquish : merah darah
- Frohde : hampir segera biru-ungu
- Asam + air + CaCO₃ kocok, saring, filtrat + ferri klorida : endapan coklat

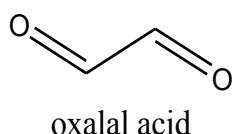
Wadah dan penyimpanan : Dalam wadah tertutup baik

Khasiat dan kegunaan : Analgetik, antipiretik

Contoh Hasil Reaksi :

FeCl ₃	Aseton air	Marquish

E. Asam Oksalat (BM=126,07)



Mengandung tidak kurang dari 99,5% C₂H₂O₄.2H₂O

Pemerian : Hablur dan tidak berwarna

Pembuatan Asam Oksalat :

a. Hidrolisis disianida (CN)₂

b. Pemanasan Na-Format

H-COONa



Sifat-sifat :

- Pemanasan

Berhati-hati : (COOH)₂.2H₂O menghasilkan reaksi : (COOH)₂ + H₂O

Kuat : HCOOH + CO₂ menghasilkan H₂O + CO + CO₂

Dengan asam sulfat pekat : (COOH)₂ dalam H₂O menghasilkan CO + CO₂

- Oksidasi

(COOH)₂ dengan dioksidasi KMnO₄ + asam : CO₂ + H₂O

- Asam yang agak kuat

(COOH)₂ jika dimakan segera diabsorbsi dan mengakibatkan keracunan oksalat

Identifikasi reaksi warna lain

a. Asam oksalat dan asam sulfat dipanaskan terbentuk CO dan CO₂

b. Reaksi Charley

Zat + resorcin + gliserin + asam sulfat : violet merah (biru ungu) hilang pada pengenceran dengan air

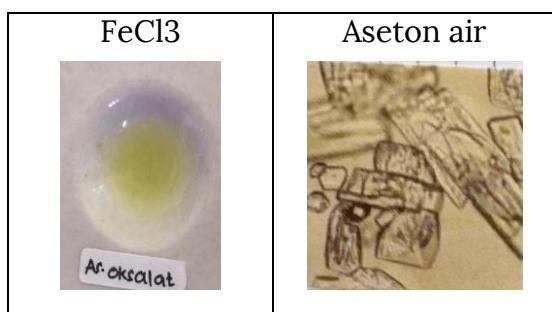
c. Reaksi Gunn

Larutan zat + larutan FeSO₄ dalam asam fospat (1:10) : endapan kuning

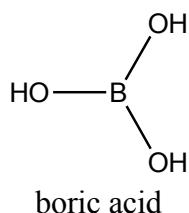
d. Reaksi FeCl₃ : kuning

e. Larutan zat dalam air + CaCl₂ dipanaskan : endapan putih (mikroskop kristal amplop)

Contoh Hasil Reaksi :



F. Acidium Boricum (BM = 61,83)



Asam borat mengandung tidak kurang dari 99,5% H₃BO₃

Pemerian : Hablur, serbuk hablur putih atau sisik mengkilap tidak berwarna, kasar, tidak berbau, rasa agak asam dan pahit kemudian manis

Kelarutan : Larut dalam 20 bagian air, dalam 3 bagian air mendidih, dalam 16 bagian etanol (95%) P dan dalam 5 bagian gliserol P

Identifikasi warna

- a. Larutan zat + merah metil : merah
- b. Larutan zat + merah fenol : kuning
- c. Zat + metanol + asam sulfat pekat : nyala hijau

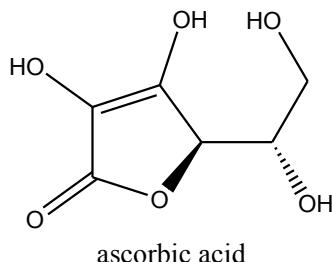
Wadah dan penyimpanan : Dalam wadah tertutup baik

Khasiat dan penggunaan : Antiseptikum ekstern, obat mata, obat cuci luka

Contoh Hasil Reaksi :



G. Acidium Ascorbicium (Vitamin C)



1. Uji Pendahuluan

Organoleptis : Serbuk hablur, rasa asam, tidak berbau, warna putih agak kuning

Kelarutan : Mudah larut dalam air, agak sukar larut dalam etanol 95%, praktis Tidak larut dalam kloroform dalam eter dan bensin

Fluorisensi : < 7

Pengarangan : -

2. Uji Penggolongan

Zat + NaHCO₃, akan keluar gas CO₂ yang dapat ditangkap dengan Ca(OH)₂ atau Ba(OH)₂, terbentuk endapan putih

3. Uji Spesifik

Untuk kelengkapan data dapat digunakan reaksi di bawah ini :

- Dapat mereduksi Fehling, Luff, Barfoed, KMnO₄, I₂ dan AgNO₃
- Zat + NaOH + FeSO₄ terbentuk warna violet yang berubah jadi hijau
- Reaksi Parri : (+) violet
- Reaksi Cuprifiel : (+)
- Suhu lebur : ± 190 °C

Contoh Hasil Reaksi :

Aseton air	KMNO4
	

I. ALAT DAN BAHAN

A. Alat

- Tabung reaksi
- Mikroskop
- Lampu spritus
- Objek glass
- Water bath
- Spatula
- Batang pengaduk
- Plat tetes
- Pipet tetes
- Penjepit tabung

B. Bahan

SAMPEL	REAGEN
- Asam oksalat	- H ₂ SO ₄ (p)
- Asam benzoat	- Larutan formaldehid 35%
- Asam tartarat	- CUSO ₄ (e)
- Asam askorbat	- FeCl ₃
- Asam borat	- NaOH
- Asetosal	- Gliserin
- Asam salisilat	

II. PROSEDUR/LANGKAH PERCOBAAN

1. Organoleptis

- Dilakukan pengamatan organoleptis, baik bentuk, warna dan bau dari masing-masing sampel
- Diidentifikasi kemudian diamati

2. Kelarutan

Diuji kelarutan sampel dengan masing-masing pelarut (aquades dingin, aquades panas, alkohol ,NaOH, HCl)

3. Reaksi Umum

1. Reaksi pyrolisa

- Letakkan masing-masing sampel di atas objek glass
- Panaskan dengan batuan lampu spritus
- Amati warna, bau, bentuk sampel setelah dipanaskan

2. Reaksi DAB HCl

Masukkan masing-masing sampel ke dalam tabung reaksi kemudian tambahkan dengan DAB HCl dan amati

3. Reaksi FeCl_3

Zat + $\text{FeCl}_3 \longrightarrow$ amati warna yang terbentuk

4. Reaksi Marquish

Zat + aquadest + larutan formaldehid + $\text{H}_2\text{SO}_4(p) \longrightarrow$ amati

5. Reaksi Cuprifil (Fehling A: Fehling B ; 1:1)

Zat + CuSO_4 + NaOH \longrightarrow amati endapan dan perubahan warna

6. Reaksi Charley

Zat + resorchin + Gliserin + $\text{H}_2\text{SO}_4(p) \longrightarrow$ amati warna yang terbentuk

7. Reaksi AgNO_3

Zat + $\text{AgNO}_3 \longrightarrow$ amati perubahan warna dan endapan yang terbentuk

III. TABEL PENGAMATAN

Pereaksi	As.Salisilat	As.Benzoat	As.Tartarat	Asetosal	As.Oksalat	As.Borat
ORGANOLEPTIS - Bentuk - Warna - Bau - Rasa						
KELARUTAN - Air - Asam (HCl) - Basa (NaOH) - Alkohol						
PYROLISA						
REAKSI WARNA - FeCl_3 - Marquish - Cuprifil - Charley - DAB HCl - AgNO_3						
Reaksi Esterifikasi						
Rekrystalisasi Aseton air						

IV. SOAL LATIHAN

1. Gambarkan rumus kimia dari :
 - a. Asam Salisilat dan asetosal
 - b. Asam Benzoat
 - c. Asam Oksalat
2. Bandingkan reaksi asam salisilat, asam benzoat, asam mefenamat dan asetosal dengan FeCl_3 !
3. Tuliskan perbedaan identifikasi antara asam salisilat dengan asam benzoat!

V. DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. *Identifikasi Obat*. Terjemahan oleh Sugiarso. N.C., Bandung : ITB.
- Basset.J etc.1994. *Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik*. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. *The Meck Index*. New York : The Merck Co.
- Clarke's. 1986. *Isolation and Identification of Drug*. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.
- Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. *Kimia Farmasi Praktek*
- Departemen Kesehatan RI.1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*.
- Ebel. S. 1992. *Obat Sintetik*. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Nisyak, khoirun, dkk. 2019. *Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis*. Qiara Media.
- The Pharmaceutical Codex*. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.

MATERI III

IDENTIFIKASI SENYAWA OBAT GOLONGAN SULFONAMIDA

I. TUJUAN PRAKTIKUM

Melalui praktikum ini, mahasiswa mampu mengidentifikasi senyawa obat golongan sulfa

II. DASAR TEORI

Sulfonamida merupakan kelompok zat antibakteri dengan rumus dasar yang sama yaitu $H_2NC_6H_4SO_2NHR$ dan R adalah bermacam-macam substituen. Pada prinsipnya, senyawa-senyawa ini dapat digunakan untuk menghadapi berbagai infeksi. Namun setelah ditemukannya zat-zat antibiotik maka sejak tahun 1980an indikasi dan penggunaan semakin berkurang. Meskipun demikian, dari sudut sejarah senyawa-senyawa ini penting karena merupakan kelompok obat pertama yang digunakan secara efektif terhadap infeksi bakteri.

Perkembangan sejarah tahun 1935, Domagk telah menemukan suatu zat warna merah, protitusil rubrum, bersifat bakteri invivo tetapi inaktiv invitro. Ternyata zat ini dalam tubuh dipecah menjadi sulfonamide yang juga aktif invitro. Berdasarkan penemuan ini kemudian disintesa sulfpiridin, yaitu obat pertama yang digunakan secara sistematis untuk pengobatan radang paru (1973).

Dalam waktu singkat obat ini diganti oleh sulfathiazole yang kurang toksis, disusul pula oleh sulfadiazine, sulfametoksazol dan turunan-turunan lainnya yang lebih aman lagi. Setelah diintroduksi derifat-derifat yang sukar resorbsinya dari usus (sulfaguanidin dll). Akhirnya disintesa sulfa dengan efek panjang antara lain sulfa dimektosin, sulfamektosipiridzin dan sulfalen.

Sulfonamida bersifat amfoter, artinya dapat membentuk garam dengan asam maupun dengan basa. Daya larutnya dalam air sangat kecil, garam alkalinya lebih baik walaupun larutan ini tidak stabil karena mudah terurai.

Sulfonamide adalah kemoterapeutika berspektrum luas yang ditahun 1950-an sampai 1970-an banyak digunakan terhadap bermacam-macam penyakit infeksi baik oleh kuman gram positif maupun kuman gram negatif dengan sukses. Sejak tahun 1980-an penggunaannya sudah banyak sekali berkurang karena telah ditemukannya berbagai antibiotik baru dengan efek bakterisid yang telah efektif dan lebih aman.

Reaksi Umum Sulfa

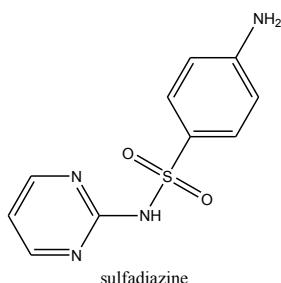
1. DAB HCl menghasilkan warna jingga lihat perubahan pertama kali dan setelah beberapa menit

Catatan : bedakan dengan anaestetik/benzokain, INH, Amin aromatik primer, prokain dan lidokain. Untuk membedakan antara anaestetik dengan sulfa dapat dilakukan dengan organoleptis rasa, baal/kebal lidah (+) anaestetik.

1. Korek api : zat dilarutkan dalam HCl, batang korek api dicelupkan ke dalam larutan tersebut warna batang korek api jadi jingga
2. Reaksi indophenois → zat + NaOH + hipoklorit + fenol → terbentuk warna
3. Reaksi Roux : Zat + pereaksi Roux → terbentuk warna (roux I : roux II : roux III = 20:1:1)
4. Pyrolisa : Zat diletakkan diatas obyek glass → dipanaskan diatas bunsen → terbentuk warna
5. Reaksi kristal = aseton air : Zat + aseton diteteskan di obyek glass + air → Diamati kristal di bawah mikroskop
6. Reaksi Parry :
 - Merah muda : sulfadiazine dan sulfaguanidin
 - Larutan coklat : sulfacetamid Na
 - Hijau muda : sulfacetamid
9. Reaksi Marquis → 1 ml H_2SO_4 + 1 tts Formalin
 - Jingga : anaestesin
 - Kuning : procain
 - Ungu : lidokain

MONOGRAFI

1. Sulfadiazin (N-2-piridinil sulfonilamida)



Sulfadiazin mengandung tidak kurang dari 99% $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$ dihitung terhadap zat yang telah dikeringkan.

Pemerian : Serbuk putih, agak merah jambu, tidak berbau dan tidak berasa

Kelarutan : Praktis tidak larut dalam air, agak sukar larut dalam etanol (95%) P dan dalam aseton P, mudah larut dalam asam mineral encer dan dalam larutan alkali hidroksida

Penyimpanan : Dalam wadah tertutup baik, terlindung dari cahaya

Pemeriksaan kualitatif

a. Reaksi Diazo

Zat + pereaksi diazo \longrightarrow warna merah

b. Sejumlah 5 mg zat dilarutkan dalam 0,5 ml 2 N NaOH diencerkan sampai dengan 5 ml, tambahkan 0,1 gram fenol kemudian didihkan. Setelah dingin tambahkan 1 ml Natrium hipoklorit 15% segera timbul warna kuning emas-merah

Contoh Hasil Reaksi :

DAB HCl	Aseton air	Korek api

2. Sulfametaksazol

Pemerian : Bubuk kristal putih sampai kuning putih, tidak berbau, mula-mula tak berasa lalu pahit

Kelarutan : Larut dalam 33 bagian air panas, terjadi larutan jernih tidak berwarna, jika dingin menghablur. Pada eter dan kloroform praktis tidak larut

Pemeriksaan kualitatif

- a. Zat + DAB HCl : kuning jingga
- b. Zat + HCl kemudian korek api dicelupkan ke dalam larutan tersebut : warna orange-merah
- c. Zat + CuSO₄ + NaOH : hijau-kecoklatan

3. Sulfaguanidin

Pemerian : Bubuk kristal putih bentuk jarum, hampir tidak berbau, rasa agak pahit

Kelarutan : Larut dalam 10 bagian air panas 100°C, jika dingin menghablur. Pada eter dan kloroform praktis tidak larut

III. ALAT DAN BAHAN

A. Alat

- Tabung reaksi
- Rak tabung
- Batang pengaduk
- Spatula
- Lampu spritus
- Penjepit kayu
- Pipet tetes
- Waterbath
- Objek glass
- Kaca arloji
- Mikroskop
- Kapas
- Tisu

B. Bahan

SAMPEL	REAGEN
- Sulfadiazin	-HCl
- Sulfadimidin	-DAB HCl
- Sulfaguanidin	-Formalin 35%
- Sulfamerazin	-CuSO ₄ (aq)
- Sulfasomidin	-H ₂ SO ₄ (p) -NaOH -Na Hipoklorid -Phenol (aq) -Pereaksi Bauchardat -Aseton -Vanilin -Pereaksi Roux -Pereaksi Bauchardat

IV. PROSEDUR/LANGKAH PERCOBAAN

- a. Uji Organoleptis
- b. Uji Kelarutan
- c. Reaksi Umum

Reaksi Pyrolisa

- Letakkan sampel ke masing-masing objek glass
- Panaskan di atas lampu spritus
- Perhatikan warna, bau dan juga bentuk setelah pemanasan

Reaksi DAB HCl

- Masukkan sampel ke dalam tabung reaksi
- Tambahkan DAB HCl (aq)
- Perhatikan dan catat perubahan yang terjadi

Reaksi Indophenol

- Masukkan sampel ke dalam tabung reaksi
- Tambahkan NaOH(aq) + Na Hipoklorid + Phenol
- Perhatikan perubahan yang terbentuk

Reaksi Sanches

- Masukkan sampel ke dalam tabung reaksi
- Tambahkan vanilin + HCl
- Panaskan di atas watebath

Reaksi ROUX

- Masukkan sampel ke dalam tabung rekasi
- Tambahkan pereaksi Roux
- Amati perubahan yang terbentuk

Reaksi Bauchardat

- Masukkan sampel ke dalam tabung rekasi
- Tambahkan pereaksi Bauchardat
- Diamkan selama 30 menit, ambil bagian kristal letakkan di atas objek glass
- Amati di bawah mikroskop

Reaksi Aseton-air

- Letakkan sampel di atas objek glass
- Tambahkan aquadest + aseton
- Amati dibawah mikroskop

Contoh Hasil Reaksi :

DAB HCl	Aseton air	Korek api
		

V. TABEL PENGAMATAN

Pereaksi	sulfadiazin	sulfadimidin	sulfaguanidin	sulfamerazin	sulfasomidin
ORGANOLEPTIS					
- Bentuk					
- Warna					
- Bau					
- rasa					
KELARUTAN					
- Air					
- Asam					
- Basa					
- Alkohol					
PYROLISA					
REAKSI WARNA					
- DAB HCl					
- Korek api					
- Indophenol					
- Reaksi ROUX					
- Reaksi Sanches					
- Reaksi Bauchardat					
Rekrystalisasi					
Aseton air					
Rekrystalisasi					
Sublimasi					

VI. SOAL LATIHAN

1. Tuliskan reaksi identifikasi secara khusus dari golongan sulfa!
2. Bandingkan reaksi reaksi pirolisa pada sampel sulfa!
3. Mengapa pada golongan sulfa, jika diberikan reaksi dengan DAB HCl memberikan warna orange? Jelaskan dengan reaksinya!

VII. DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. *Identifikasi Obat*. Terjemahan oleh Sugiarso. N.C., Bandung : ITB.
- Basset.J etc.1994. *Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik*. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. *The Meck Index*. New York : The Merck Co.
- Clarke's. 1986. *Isolation and Identification of Drug*. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.

Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. Kimia Farmasi Praktek

Departemen Kesehatan RI.1979. *Farmakope Indonesia* Edisi III.

Ebel. S. 1992. Obat Sintetik. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.

Nisyak, khoirun, dkk. 2019. *Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis*. Qiara Media.

The Pharmaceutical Codex. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.

MATERI IV

IDENTIFIKASI SENYAWA OBAT GOLONGAN KARBOHIDRAT

I. TUJUAN PRAKTIKUM

Melalui praktikum ini, mahasiswa mampu mengidentifikasi senyawa obat golongan karbohidrat

II. DASAR TEORI

Karbohidrat merupakan senyawa yang terbentuk dari molekul karbon, hidrogen dan oksigen. Rumus umumnya dikenal dengan $C_x(H_2O)_x$. Secara struktur karbohidrat memiliki 4 gugus, yaitu gugus (-H), gugus hidroksil (-OH), gugus keton ($C=$) dan gugus aldehida (-CHO)

A. Pembagian Karbohidrat

1. Monosakarida (Manosa)

Aldosa : Aldopentosa (memiliki 5 karbon) : arabinosa, xylosa, rhamnosa

Aldoheksosa (memiliki 6 karbon) : glukosa, galaktosa, manosa

Ketosa : Gugus aldo diganti keto

Ketoheksosa (memiliki gugus keton ($C=C$)) : fruktosa

Reaksi-reaksi Umum Karbohidrat

- a. Molish : Zat + α naftol dalam alkohol + H_2SO_4 pada dinding tabung
- b. Zat + $C_6H_5N-NH_2$ terbentuk hidrazon atau dikenal dengan reaksi Osazon (pengamatan reaksi kristal)
- c. Reaksi-reaksi Oksidasi :
 - Pereaksi Fehling : Zat + Fehling A + Fehling B \longrightarrow Warna merah bata
 - Pereaksi Tollens (Ag Amoniakal) \longrightarrow Terbentuk cermin perak
 - Air Brom

Ketosa : negatif

Aldosa menjadi aldonat

Reaksi warna

- HONO_2 pekat
 - Aldosa : asam aldarat
 - Keton : molekul pecah
- Dengan asam pekat (HCl pekat)
- Zat + Basa
 - Pekat : tidak punya reduksi stabil terhadap basa
 - Sifat reduksi : pendamaran (kuning-coklat)

Contoh Hasil Reaksi Fruktosa:

Molish	Fehling	Seliwanof
		

2. Disakarida (Biosa)

Karbohidrat jika dihidrolisis memberi satu molekul, dua molekul monosakarida

- a. Memiliki sifat reduksi : laktosa, 52 kristal, sukrosa
- b. Tidak memiliki sifat reduksi : sukrosa

Contoh disakarida, yaitu :

- o Maltosa : glukosa + glukosa
- o Laktosa : glukosa + galaktosa
- o Sukrosa : glukosa + fruktosa

Contoh Hasil Reaksi Laktosa:

Molish	Fehling
	

3. Polisakarida

- Amylum

Komponen :

- Amilosa (lurus/ikatan 1-4 α glikosidik)
- Amilopektin (bercabang/cabang ikatan C1-C6)
 - Larut dalam air : glikogen,dextrin, gom arab, tragantha
 - Tidak larut dalam air : amyłum, CMC
- glikogen (lebih banyak cabang ikatan C1-C6)
- selulosa
- Chitin (terdapat pada hewan invertebrata dan pada jamur)
 - Misal ; kepiting, kerang, udang, dsb.
- Glikosamin glikan
 - Suatu kompleks karbohidrat yang mengandung gula amino dan asam uronat, gabungan dengan protein disebut protein glikan.

Dikenal 7 buah glikosamin glikan, salah satu diantaranya adalah asam hialuronat, khondroitin 4 sulfat, heparin

Contoh Hasil Reaksi Amylum:



B. MONOGRAFI

1. Dextrosom

Dektrosa adalah suatu gula yang diperoleh dari hidrolisis pati, mengandung satu molekul air hidrat atau anhidrat

Pemerian : Hablur tidak berwarna, serbuk hablur atau serbuk granul putih, tidak berbau, rasa manis

Kelarutan : Mudah larut dalam air, sangat mudah larut dalam air mendidih, larut dalam etanol mendidih, sukar larut dalam etanol

2. Lactosom

Laktosa adalah gula yang diperoleh dari susu yang dibentuk anhidrat atau mengandung satu molekul air anhidrat.

Pemerian : Serbuk atau masa hablur, keras, putih atau putih krem, tidak berbau dan sedikit rasa manis. Stabil di udara tetapi mudah menyerap bau

Kelarutan : Mudah (dan pelan-pelan) larut dalam air dan lebih mudah larut dalam air mendidih, sangat sukar dalam etanol, tidak larut dalam kloroform dan eter. pH 4-10.

3. Fruktosa

Fruktosa adalah gula keton yang berbentuk kristal tidak berwarna atau serbuk putih, tidak berbau dan berasa manis.

III. ALAT DAN BAHAN

C. Alat

- Tabung reaksi
- Pipet tetes
- Botol semprot
- Spatula logam
- Lampu spritus
- Beaker glass
- Mikroskop
- Objek glass

D. Bahan

SAMPEL	REAGEN
- Glukosa	- H ₂ SO ₄ (p)
- Fruktosa	- α naftol
- Sukrosa	- Alkohol
- Laktosa	- HCl (e)
- Amilum	- NaOH 3N
- Tragacant	- Na ₂ CO ₃ 5% - Pereaksi Molish - Aquadest - Larutan I ₂ - Pereaksi Seliwanof - Fehling A + Fehling B - Pereaksi Benedict - Diazo A & B

IV. PROSEDUR/LANGKAH KERJA

a. Reaksi Molish

Sampel + α naftol dalam alkohol + H_2SO_4 (p) melalui dinding tabung terbentuk cincin violet

b. Reaksi Seliwanof

Sampel + 5 tetes pereaksi Seliwanof kemudian dipanaskan di atas lampu spritus selama 20 detik + amati perubahan warna yang terbentuk

c. Reaksi Fehling

Sampel + Fehling A + Fehling B (1:1) kemudian dipanaskan selama 15 menit + amati perubahan warna yang terbentuk

d. Reaksi Benedict

Sampel + 3 ml pereksi Benedict kemudian amati perubahan yang terbentuk

e. Reaksi King

Sampel + Diazo A + Diazo B (4:1) + 2-5 ml NaOH 3N kemudian amati perubahan warna yang terbentuk

f. Reaksi pembentukan karamel menurut Moore

Sampel + 3 ml NaOH kemudian dipanaskan dan amati perubahan bau dan warna yang terbentuk

g. Uji Iodium

Sampel + 2 ml tetes I_2 , amati warna yang terbentuk kemudian tambahkan 2 tetes NaOH 1 N dan amati perubahan yang terjadi + 2 tetes HCl 2N diamati perubahan yang terjadi

h. Uji Hidrosa Polisakarida

Sampel + 4,5 ml HCl 2 N, setiap 3 menit diambil 1 tetes larutan tersebut, ditetesi dengan I_2 hingga warna biru hilang kemudian sampel dinetralkan dengan Na_2CO_3 5% dan diuji dengan Fehling dan Benedict

V. TABEL PENGAMATAN

Pereaksi	Fruktosa	Glukosa	Laktosa	Sukrosa	Tragacant	Amilum
ORGANOLEPTIS						
- Bentuk						
- Warna						
- Bau						
- Rasa						
KELARUTAN						
- Air						
- Asam (HCl)						
- Basa (NaOH)						
- Pelarut Organik						
KARAMELISASI						
REAKSI WARNA						
- King						
- Molisch						
- Benedict						
- Fehling						
- Seliwanof						
- Iodium						
- Uji Hidrosa Polisakarida						

VI. SOAL LATIHAN

1. Jelaskan perbedaan identifikasi senyawa glukosa dengan laktosa!
2. Tuliskan reaksi hidrolisis sukrosa dengan enzim invertasa!
3. Tuliskan perbedaan antara komponen amilosa dengan amilopektin dari amilum!

VII. DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. *Identifikasi Obat*. Terjemahan oleh Sugiarso. N.C., Bandung : ITB.
- Basset.J etc.1994. *Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik*. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. *The Meck Index*. New York : The Merck Co.
- Clarke's. 1986. *Isolation and Identification of Drug*. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.
- Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. *Kimia Farmasi Praktek*
- Departemen Kesehatan RI.1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*.

Ebel. S. 1992. Obat Sintetik. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.

Nisyak, khoirun, dkk. 2019. Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis. Qiara Media.

The Pharmaceutical Codex. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.

MATERI V

IDENTIFIKASI SENYAWA OBAT GOLONGAN ANTIBIOTIK

I. TUJUAN PRAKTIKUM

Melalui praktikum ini, mahasiswa mampu mengidentifikasi senyawa obat golongan antibiotik

II. DASAR TEORI

A. Pengertian Secara Umum

Antibiotik (anti = lawan, bios = hidup) adalah zat-zat kimia yang dihasilkan oleh fungi dan bakteri, yang memiliki khasiat mematikan atau menghambat pertumbuhan kuman, sedangkan toksisitasnya bagi manusia relatif kecil.

Menurut Waksman :

Antibiotik adalah (pada umumnya) zat yang dibentuk oleh mikroorganisme yang dapat menghambat atau membunuh mikroorganisme lain.

Menurut Benedict :

Bahan kimia yang dihasilkan oleh jasad renik tertentu atau turunannya yang dapat dipergunakan untuk membunuh mikroba jenis lain.

Kegiatan antibios untuk pertama kalinya ditemukan secara kebetulan oleh Alexander Fleming (Inggris 1928, Inggris). Tetapi penemuan ini baru dikembangkan dan digunakan pada permulaan Perang Dunia II ditahun 1941, ketika obat-obat antibakteri sangat diperlukan untuk menanggulangi infeksi dari luka-luka.

Kemudian para peneliti diseluruh dunia memperoleh banyak zat lain dengan khasiat antibios. Akan tetapi berhubungan dengan sifat toksisitasnya bagi manusia, hanya sebagian kecil saja yang digunakan sebagai obat. Yang terpenting diantaranya adalah streptomisin, kloramfenikol, tetrasielin, eritromisin, rifampisin, dll.

Pembuatannya :

- **Antibiotika semisintesis**, yaitu apabila pada persemaian (culture substrate) dibubuh zat-zat pelopor tertentu, maka zat ini diinkorporasi kedalam antibiotikum dasarnya. Hasilnya disebut senyawa semisintesis, misalnya penisilin-V.
- **Antibiotika sintesis** tidak dibuat lagi dengan jalan biosintesi tersebut, melainkan dengan sintesa kimiawi, misalnya kloramfenikol.

Penggunaan :

Antibiotik digunakan untuk mengobati berbagai jenis infeksi akibat kuman atau juga untuk prevensi infeksi, misalnya pada pembedahan besar. Yang berguna hanyalah antibiotika yang mempunyai kadar hambat minimum in vitro lebih kecil dari kadar zat yang dapat dicapai dalam tubuh dan tidak toksik.

Penggunaan penting non-tetrapeutis adalah sebagai stimulant pertumbuhan dalam peternakan babi, sapi dan ayam. Efek ini secara kebetulan ditemukan pada tahun 1940-an tetapi mekanisme kerjanya belum diketahui dengan jelas. Diperkirakan antibiotika bekerja seetmpat di dalam usus dengan menstabilisir floranya. Kuman-kuman ‘buruk’ yang merugikan dikurangi jumlah dan aktivitasnya, sehingga zat-zat gizi dapat dipergunakan lebih baik.

Antibiotik dikelompokkan menjadi beberapa golongan, diantaranya :

1. Contoh Antibiotik Golongan β laktam

Penisilin : Penisilin-G, penisilin-V, Fenetisilin-K, Metisilin-Na dan Ampisilin

Sefalosforin : Sefaloglisin, Sefaligsin, Sefadroksil, Sefaklor, Sefalotin, Sefaloridin, Sefazolin, Sefapirin

β laktam lain : Tienamisin, Nokardisin, Asam klavulanat

2. Contoh Antibiotik Golongan Aminoglikosida

Washman (1944) → antibiotik dengan toksitas rendah tetapi digunakan dalam terapi hanya beberapa, yaitu Kanamisin, Neomisin, Steptomisin, Paramomisin, Gentamisin

3. Contoh Antibiotik Golongan Tetrasiklin

Yang digunakan dalam terapi, yaitu Tetrasiklin, Klortetrasiklin, Doksisiklin

4. Contoh Antibiotik Golongan Makrolida

Yang termasuk dalam kelompok makrolida adalah Eritromisin dan Spiramisin

5. Contoh Antibiotik Golongan Linkomisin

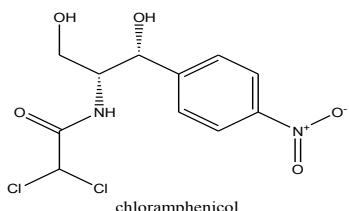
Yang termasuk kelompok linkomisin adalah linkomisin yang diisolasi streptomycetes lincolnesis dan senyawa sintesis parsial turunannya yaitu klindamisin.

6. Contoh Antibiotik Golongan Polipetida

Yang termasuk dalam kelompok Antibiotik golongan polipetida adalah Kolistin, Basitrasin, dan Tirositin

B. MONOGRAFI

1. Chloramphenicol



Chloramphenicol mengandung tidak kurang dari 97,0% dan tidak lebih 103,0 % C₁₁H₁₂Cl₂N₂O₅, dihitung terhadap zat yang telah dikeringkan terhadap zat yang telah dikeringkan.

Pemerian : Hablur halus berbentuk jarum atau lempeng memanjang, putih hingga putih kelabu atau putih kekuningan, larutan praktis netral terhadap lakmus p, stabil dalam larutan netral atau larutan agak asam. Jarak lebur antara 149⁰C- 153⁰C.

Kelarutan : Sukar larut dalam air, mudah larut dalam etanol, dalam propilen glikol, dalam aseton dan dalam etil asetat.

Khasiat dan kegunaan : Antibiotikum

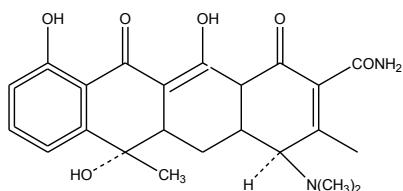
Wadah dan penyimpanan : Dalam wadah tertutup baik, terlindung dari cahaya.
Penandaan pada etiket harus juga tertera kadaluarsa.

Identifikasi zat yang digunakan :

- a. Sejumlah 10 mg zat dan 2 g NaOH ditambah 3 ml air, lalu dipanaskan sampai mendidih dan larutan berwarna kuning kemerahan (Reaksi Chenkao)
- b. Zat dilarutkan dalam 3 ml etanol 70% + 7 ml air dan serbuk Zn, dipanaskan di penangas air selama 10 menit kemudian saring. Ke dalam 2 ml filtrat ditambahkan 2 tetes benzoil klorida dikocok selama 1 menit, lalu ditambahkan 3 tetes FeCl₃ hingga terbentuk warna ungu merah pekat
- c. Ke dalam 2 ml filtrat lain ditambahkan 3 tetes HCl, 3 tetes NaNO₂ 10% dan larutan β naftol dalam 5 ml NaOH 15% terbentuk warna merah jingga (reaksi diazotasi)
- d. Filtrat yang diasamkan dengan asam nitrat dan ditambah perak nitrat, membentuk endapan perak klorida

Contoh Hasil Reaksi :

Marquish	Chenkao
	

2. Tetrasiklin

Tetrasiklin adalah antimikroba yang diperoleh dengan cara deklorinasi klotetrasiklina, reduksi oksitetrasiklina, atau dengan fermentasi. Tiap mg tetrasiklina $C_{22}H_{24}N_2O_8$ mengandung setara dengan aktivitas antibiotik tidak kurang dari 97 μg tetrasiklina hidroklorida dihitung sebagai zat anhidrat.

Pemerian: Serbuk hablur, kuning,tidak berbau. Stabil di udara tetapi pada pemaparan dengan cahaya matahari kuat menjadi gelap. Dalam larutan dengan pH lebih kecil dari 2, potensi berkurang, dan cepat rusak dalam larutan alkali hidroksida

Kelarutan: Sangat sukar larut dalam air, mudah larut dalam asam encer dan dalam larutan alkali hidroksida, sukar larut dalam etanol, praktis tidak larut dalam kloroform dan dalam eter.

Khasiat dan kegunaan : Antibiotikum

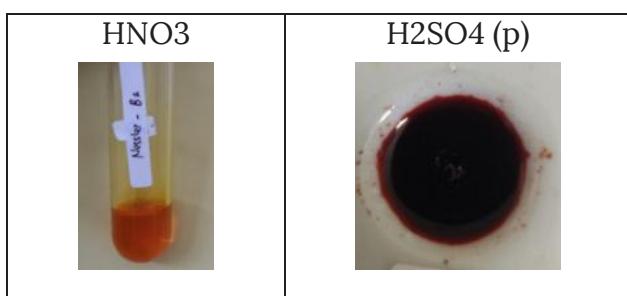
Wadah dan penyimpanan : Dalam wadah tertutup baik, terlindung dari cahaya. Jika dalam udara lembab terkena sinar matahari langsung, warna menjadi gelap, larutan dengan pH lebih dari 2 menjadi inaktif dan rusak pada pH 7 atau lebih. Penandaan pada etiket juga harus tertera :

- Untuk injeksi
- Daluwarsa

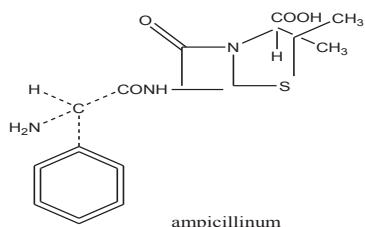
Identifikasi Kualitatif

1. Zat ditambahkan asam sulfat pekat terbentuk warna ungu. Setelah ditambah FeCl_3 1% warna berubah menjadi cokat atau merah coklat
2. Zat + NaOH 3 N, tambahkan campuran segar yang terdiri dari asam sulfat dan natrium nitrit 10% sama banyak, hasil : warna tua terbentuk (adanya gugus fenol dan imidazol)

Contoh Hasil Reaksi :



3. Ampicillinum ($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$)



Ampisilin mengandung tidak kurang dari 95,0% $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$, dihitung terhadap zat anhidrat.

Pemerian : Serbuk hablur renik, putih, tidak berbau atau hampir tidak berbau, rasa pahit

Kelarutan : Larut dalam 170 bagian air, praktis tidak larut dalam etanol (95%)P. Larut dalam kloroform P, dalam eter P, dalam aseton P dan dalam minyak lemak.

Khasiat dan kegunaan : Antibiotikum

Wadah dan penyimpanan : Penyimpanan dalam wadah tertutup baik. Penandaan pada etiket harus juga tertera Daluwarsa

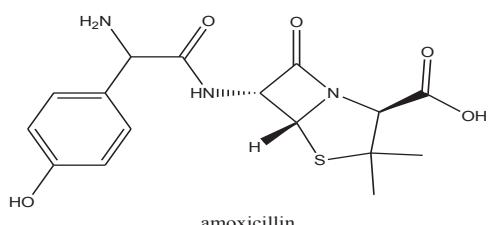
Identifikasi Kualitatif

1. Ke dalam suspensi 10 mg zat dalam 1 ml air ditambahkan 2 ml larutan Fehling (2:6) timbul warna ungu (fuhsin)
2. Reaksi asam hidroksamat : ke dalam 15 mg zat dalam 3N NaOH ditambahkan 0,3 g hidroksilamin HCl dan dibiarkan selama 5 menit lalu diasamkan dengan beberapa tetes 6N HCl kemudian tambahkan 1 ml FeCl₃ 1 % timbul warna merah-ungu kotor
3. Reaksi Iod-Azida
Ke dalam 2 ml larutan 0,003N iodium (3 ml 0,1 N iod +air) ditambahkan beberapa tetes larutan kanji dan 100 mg Na azida padat larutan menjadi biru, kemudian ke dalam larutan ini ditambahkan 50 mg zat penicilln dengan pengocokan warna hilang menjadi jernih dan tampak gelembung gas N₂. Selain penicillin senyawa yang positif : thiamin, sulfathiazol, metionin. Untuk golongan fenothiazin reaksi negatif.

Contoh Hasil Reaksi :

H ₂ SO ₄ + Resorsinol	Marquish
	

4. Amoxillin



Amoksisilin mengandung tidak kurang 99,0% C₁₆H₁₉N₃O₅S. 3H₂O, dihitung terhadap zat anhidrat mempunyai potensi setara dengan tidak kurang dari 900µg per mg.

Pemerian : Serbuk hablur, putih, praktis tidak berbau

Kelarutan : Sukar larut dalam air dan methanol, tidak larut dalam benzena dalam karbon tetraklorida dan dalam kloroform.

pH : Antara 3,5 dan 6,0

Khasiat dan Kegunaan : Antibiotikum

Wadah dan penyimpanan : Dalam wadah tertutup rapat, pada suhu kamar terkendali

Contoh Hasil Reaksi :

H ₂ SO ₄ + Resorsinol	Marquish
	

III. ALAT DAN BAHAN

A. Alat

- Tabung reaksi
- Pipet tetes
- Botol semprot
- Spatula logam
- Lampu spritus
- Beaker glass
- Mikroskop
- Objek glass

B. Bahan

SAMPEL	REAGEN
- Chlorampenicol	- H ₂ SO ₄ (p)
- Ampicillin	- HCl (p)
- Amoxixilin	- HNO ₃ (p)
- Erytromicin	- NaOH (p)
- Rifampisin	- Aquadest
- Tetrasiklin	- Alkohol 96%
	- DAB HCl
	- Diazo A + Diazo B
	- Fehling A + Fehling B
	- Larutan formaldehid

IV. PROSEDUR/LANGKAH PECOBaan

1. Organoleptis

- Dilakukan pengamatan organoleptis, baik bentuk, warna dan bau dari masing-masing sampel
- Diidentifikasi kemudian diamati

2. Kelarutan

Diuji kelarutan sampel dengan masing-masing pelarut (aquades, alkohol, NaOH, HCl 3N)

3. Reaksi Marquish

Sampel + 3 tetes larutan formaldehid dan 3 tetes H_2SO_4 pekat

4. Reaksi Wassiky

Sampel + DAB HCl + H_2SO_4 (p) dengan perbandingan 1:3

5. Reaksi Air + Fehling

Sampel + Aquadest + 3 ml larutan Fehling

6. Reaksi King

Sampel + Diazo A + Diazo B (4:1) + NaOH (p)

7. Reaksi HNO_3 (p)

Sampel + Pereaksi HNO_3

8. Reaksi H_2SO_4 (p)

Sampel + pereaksi H_2SO_4

Antibiotik lebih baik diamati dengan reaksi mikrobiologi, akan tetapi reaksi lain disini dapat digunakan sebagai reaksi konfirmasi.

V. DATA PENGAMATAN

Pereaksi	Chloramphenicol	Tetrasiklin	Ampicillin	Amoxilin	Rifampisin
ORGANOLEPTIS - Bentuk - Warna - Bau - Rasa					
KELARUTAN - Air - Asam (HCl) - Basa (NaOH) - Alkohol					
PYROLISA					
REAKSI WARNA - H_2SO_4 (p) - HNO_3					

<ul style="list-style-type: none"> - King - Marquish - Wassicky - Chen Kao - Air + Fehling (2:6) 					
---	--	--	--	--	--

VI. SOAL LATIHAN

1. Dari rumus bangun senyawa ampicilin/amoxicilin tunjukkan gugus inti tiazolidina dan ikatan amida dan beta laktam!
2. Tuliskan reaksi pemecahan cincin beta laktam pada senyawa ampisilin!
3. Mengapa senyawa ampisilin dan amoxicilin ketika dilakukan pengamatan pyrolysis memberikan bau yang tidak enak?
4. Mana yang lebih bau sangat menyengat ampicilin atau amoxicilina, berikan alasannya!
5. Tuliskan reagen yang digunakan pada reaksi diazotasi!

VII. DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. *Identifikasi Obat*. Terjemahan oleh Sugiarto. N.C., Bandung : ITB.
- Basset.J etc.1994. *Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik*. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. *The Meck Index*. New York : The Merck Co.
- Clarke's. 1986. *Isolation and Identification of Drug*. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.
- Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. *Kimia Farmasi Praktek*
- Departemen Kesehatan RI.1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*.
- Ebel. S. 1992. *Obat Sintetik*. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Nisyak, khoirun, dkk. 2019. *Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis*. Qiara Media.
- The Pharmaceutical Codex. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.

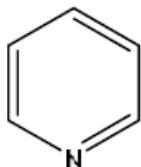
MATERI VI

IDENTIFIKASI SENYAWA OBAT ALKALOID

I. TUJUAN PRAKTIKUM

Melalui praktikum ini, mahasiswa mampu mengidentifikasi senyawa obat golongan alkaloid

II. DASAR TEORI



Alkaloid adalah senyawa yang mempunyai struktur heterosiklik yang mengandung atom N yang di dalam intinya dan bersifat basa. Karena itu dapat larut dalam asam-asam serta membentuk garamnya.

Analisa Alkaloid dibagi 2 bagian :

1. Analisa Modern

Menggunakan kromatografi kertas, spektrometer, KCKT, terutama alkaloid opium, yaitu morphin, codein

2. Analisa Umum

Isolasi dengan pelarut yang cocok yaitu dengan reaksi warna dan kristal

Pengocokan Alkaloid :

Alkaloid sebagai basanya tidak larut dalam air, sebagai garamnya larut dalam air, sebaiknya pelarut yang digunakan adalah pelarut organik : eter, kloroform. Pengocokan dilakukan pada pH= 2, 7, 10 dan 14. Sebelum pengocokan, larutan dibasakan dulu, biasanya dengan NaOH, NaOH pekat kadang-kadang menggunakan natrium karbonat.

Menggunakan amonia :

- Amonia dengan alkaloid yang mengandung gugus fenol tidak membentuk fenolat
- Amonia sudah menguap maka pada pemurnian mudah dihilangkan
- Amonia sudah cukup untuk membebaskan alkaloid
- Alkaloid yang mudah terurai alkali

Keterangan :

- Alkaloid mengandung gugus fenol : morphin, apomorfin, narcein, dll
- Alkaloid mudah menguap : nikotin, pilocarpin

Pembagian Alkaloid

Alkaloid dengan Meyer positif :

- Alkaloid opium :

1. Turunan fenantren : morphin, dionin, codein, heroin
2. Turunan Isochinolin : papaverin

- Alkaloid chinae cortex

1. Dari alam : chinin, chinidin, chinchonin
2. Dari sintesa : euchinin, ophthocin, aristochin

- Alkaloida solanaceae :

atropin hyosiamin (gol atropin) dan golongan Nicotin : nikotinamid, I.N.H

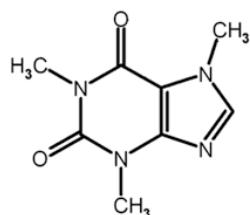
- Alkaloid turunan pyrazolon : antalgin

Alkaloid dengan Meyer hasil negatif :

- Turunan xantin : coffein, theobromin, theopyllin, aminophylin
- Turunan aniline : paracetamol, asetanilida, phenacetin
- Turunan amino alifatis dengan inti aromatis : ephedrine
- Turunan lokal anastetik : prokain HCl, benzokain, lidokain HCl

MONOGRAFI ALKALOID XANTIN

1. Coffenium/Kofeina



1,3,7-trimetilsantina (BM 194,19) C₈H₁₀N₄O₂

Kofeina mengandung tidak kurang dari 101,0% C₈H₁₀N₄O₂ dihitung terhadap zat yang telah dikeringkan

Pemerian : Serbuk atau hablur bentuk jarum mengkilat biasanya menggumpal; putih, tidak berbau, rasa pahit

Kelarutan : Agak sukar larut dalam air dan dalam ethanol (95%) P, mudah larut dalam kloroform P, sukar larut dalam eter P

Penyimpanan : Dalam wadah tertutup baik

Khasiat & penggunaan : Stimulasi syaraf pusat, kardiotonikum

Identifikasi Kualitatif :

1. Reaksi Murexid

Zat + HCl 25% + KClO₃ panaskan diatas waterbath sisanya kuning merah coklat, + uap amoniak menjadi berwarna ungu

2. Larutan dalam air + iodium tidak terjadi endapan kemudian tambahkan HCl endapan coklat larut dalam NaOH

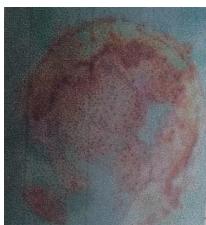
3. Larutan jenuh + 5% HgCl₂ endapan putih rekristal dengan pemanasan tampak kristal jarum panjang

4. Reaksi Zwiker

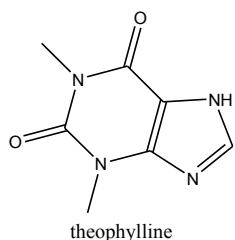
Zat + 1 ml pyridin 10% + CuSO₄ larut dalam air, batang panjang tak berwarna

5. Zat + Cu asetat hasil warna biru terang

Contoh Hasil Reaksi :

Aseton air	Mayer (endapan putih)	Murexid
		

2. Theophyllinum/Teofilina ($C_7H_8N_4O_2 \cdot 2H_2O$)



1,3-dimetilxantina

Teofilin mengandung tidak kurang dari 98,5% dan tidak lebih dari 101,0% $C_7H_8N_4O_2 \cdot 2H_2O$ dihitung terhadap zat yang telah dikeringkan.

Pemerian : Serbuk hablur, putih, tidak berbau, pahit, mantap di udara

Kelarutan : Larut dalam lebih kurang 180 bagian air, lebih mudah larut dalam air panas, larut dalam lebih kurang 120 bagian etanol 95% P, mudah larut dalam larutan alkali hidroksida dan dalam amonium encer P

Penyimpanan : Dalam wadah tertutup baik

Khasiat dan penggunaan : Spasmolitikum bronkial

Identifikasi Kualitatif :

1. Zat + Reaksi Murexid

Zat + HCl 25% + KClO₃ panaskan diatas waterbath sisanya kuning merah coklat, bila + uap amoniak → berwarna ungu

2. Fluorosensi

Zat padat : biru muda

Zat + asam sulfat : biru

3. Zat + amoniak + AgNO₃ → endapan seperti selai yang larut dalam asam nitrat

4. Zat + Roux → Memberikan hijau stabil (satu-satunya alkaloid yang memberikan warna hijau dalam Roux)

5. Zat + reaksi Parry → ungu

6. Zat + Larutan Cu Asetat → biru

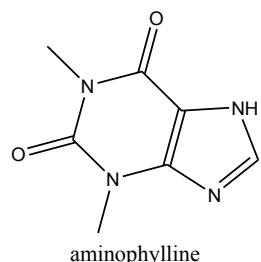
7. Reaksi Burian

Zat + Diazo A + Diazo B + NaOH → warna merah

Contoh Hasil Reaksi :

Aseton air	Mayer	Murexid
	 (endapan putih)	

3. Aminophyllinum/Aminofilina/Teofilin Etilen Diamin (BM=420,43) $C_{16}H_{24}N_{10}O_4$



Aminofillin mengandung tidak lebih dari 83,5% Teofilina $C_7H_8N_4O_2$ dan tidak kurang dari 12,8% dan tidak lebih dari 14,1% etilendiamin $C_2H_8N_2$, masing-masing dihitung terhadap zat anhidrat.

Pemerian : Butir atau serbuk, putih atau agak kekuningan, bau lemah mirip amoniak, rasa pahit

Kelarutan : Larut dalam lebih kurang 5 bagian air, jika dibiarkan mungkin menjadi keruh, praktis tidak larut dalam etanol 95% p dan dalam eter P

Penyimpanan : Dalam wadah tertutup rapat, terlindungi dari cahaya

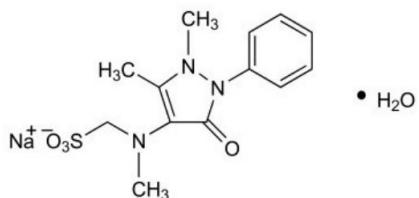
Khasiat dan kegunaan : Bronkodilator, antisposmolitikum, diuretikum

Contoh Hasil Reaksi :

Aseton air	Mayer	Murexid
	 (endapan putih)	

MONOGRAFI ALKALOID PYRAZOLON

1. Methampyronum/Metampiron/Antalgin



Natrium 2,3-dimetil-1-fenil-5-pirazolon-4-metilaminoetansulfonat
(BM= 351,37 C₁₃H₁₆N₃NaO₄.H₂O)

Metampiron mengandung tidak kurang dari 99,0% dan tidak lebih dari 101,0% C₁₃H₁₆N₃NaO₄.H₂O dihitung terhadap zat yang telah dikeringkan

Uji Pendahuluan

Pemerian: Bentuk serbuk, rasa agak pahit tidak berbau, berwarna putih atau kekuningan

Kelarutan: Larut dalam air dan alkohol

Pengarangan : tidak meninggalkan sisa

Uji penggolongan

Zat + Meyer → tidak berbentuk endapan + HCl berbentuk endapan putih

Uji Spesifik

Zat + AgNO₃ terbentuk warna ungu lihat dibawah mikroskop (ungu berkilap)

Kelengkapan data

- Zat + FeCl₃ biru yang berubah jadi merah kemudian hilang

Contoh Hasil Reaksi :

AgNO ₃	Mayer	Murexid

Golongan Alkaloid Anilin

1. Paracetamol/Acetaminophenum/Asetaminofen

Uji Pendahuluan

Pemerian : Bentuk serbuk hablur, rasa pahit tidak berbau, berwarna putih

Kelarutan : Agak sukar larut dalam air mudah larut dalam aseton dan alkohol

Uji Penggolongan :

Zat + Meyer → tidak berbentuk endapan + HCl berbentuk endapan putih

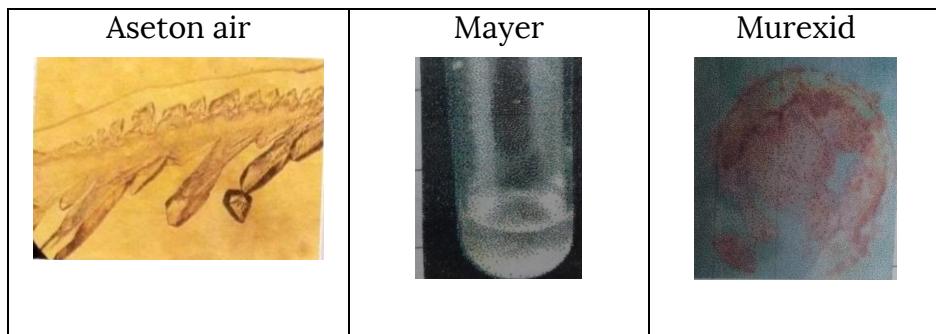
Uji Spesifik :

- T.L : 169 – 172 °C

Kelengkapan data :

- Zat + FeCl₃ biru violet ditambah alkohol warna hilang
- Zat + HCl 10% dipanaskan sampai mendidih + air → dinginkan + K₂Cr₂O₇ terbentuk violet
- Suhu lebur : 169 – 172 °C

Contoh Hasil Reaksi :



III. ALAT DAN BAHAN

A. Alat

- Tabung reaksi + rak
- Spatula
- Batang pengaduk
- Pipet tetes
- Mikroskop
- Objek glass

B. Bahan

- SAMPEL
- Kafein
- Teofilin
- Aminofilin
- Antalgin
- PCT
- papaverin
- REAGENSI
- HCl (p)
- HCl (aq)
- Pereaksi meyer
- Alkohol
- Formalin
- H_2SO_4 (p)
- Aquadest
- KClO_3
- Pereaksi mayer
- Pereaksi bouchardat

IV. PROSEDUR/LANGKAH PERCOBAAN

1. Organoleptis

Lakukan pengamatan bentuk, warna, bau dan rasa dari masing-masing sampel

2. Kelarutan

Uji kelarutan masing-masing sampel dengan beberapa pelarut (aquadest, H_2SO_4 (p), alkohol 96%, NaOH 3 N)

3. Reaksi umum

Reaksi Murexid : Sampel + HCl 25% + KClO_3 → dipanaskan dalam waterbath

Reaksi Mayer : Sampel + Pereaksi mayer → endapan kuning atau larutan kuning bening + alkohol → endapannya larut

Reaksi Bouchardat : Sampel + Pereaksi bouchardat → Coklat merah + alkohol
→ endapan larut

Reaksi Warna :

H_2SO_4 (p) : Sampel + Pereaksi H_2SO_4 (p) → kuning atau merah

Marquish : Sampel + Formalin + H_2SO_4 (p), melalui dinding tabung warna

I. TABEL PENGAMATAN

Pereaksi	Caffein	Aminofilin	Theophilin	Papaverin	PCT
ORGANOLEPTIS - Bentuk - Warna - Bau - Rasa					
KELARUTAN - Air - Asam (HCl) - Basa (NaOH) - Alkohol					
PYROLISA					
REAKSI WARNA - $\text{H}_2\text{SO}_4(p)$ - Reaksi Murexid - Reaksi Marquish - Reaksi Mayer - Reaksi Bauchardat					
Rekrystalisasi Aseton-air					

II. SOAL LATIHAN

1. Tuliskan rumus bangun dari senyawa alkaloid senyawa berikut :
 - a. Coffein
 - b. Aminofilin
 - c. Theophylin
2. Berikan alasan kenapa pada identifikasi kualitatif dragendrof pada golongan alkaloid xanthin dapat memberikan endapan berwarna

III. DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. *Identifikasi Obat*. Terjemahan oleh Sugiarso. N.C., Bandung : ITB.
- Basset.J etc.1994. *Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik*. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. *The Meck Index*. New York : The Merck Co.
- Clarke's. 1986. *Isolation and Identification of Drug*. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.
- Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. *Kimia Farmasi Praktek*
- Departemen Kesehatan RI.1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*.
- Ebel. S. 1992. *Obat Sintetik*. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Nisyak, khoirun, dkk. 2019. *Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis*. Qiara Media.
- The Pharmaceutical Codex*. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.

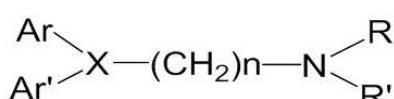
MATERI VII

IDENTIFIKASI SENYAWA OBAT GOLONGAN ANTIHISTAMIN

I. TUJUAN PRAKTIKUM

Melalui praktikum ini, mahasiswa mampu mengidentifikasi senyawa obat golongan antihistamin

II. DASAR TEORI



Keterangan :

X : gugus isosterik, seperti O, N, dan CH

R dan R' : gugus alkil

Ar : gugus aril (fenil tersubstitusi dan heteroaril)

Ar' : gugus aril kedua

Histamin adalah suatu amin nabati yang merupakan amin nabati yang merupakan produk normal dari pertukaran zat histidi dan masuk ke dalam tubuh terutama melalui daging dan jaringan kemudian diubah secara enzimatis menjadi histamin. Histamin terdapat hampir di semua organ dan jaringan tubuh terutama dalam mast cell dalam keadaan terikat dan inaktif.

Dalam keadaan bebas aktif juga terdapat dalam darah dan otak dimana histamin bekerja sebagai neurotransmitter.

Histamin dibebaskan dari mast cell oleh berbagai macam faktor seperti suatu reaksi alergi, kecelakaan dengan cidera serius dan sinar UV dari matahari. Fungsi dari histamin itu sendiri terutama pada proses peradangan dan pada sistem daya tangkis. Kerjanya berlangsung melalui 3 jenis reseptor yakni reseptor H₁, H₂ dan H₃.

Reseptor H1 secara selektif diblok oleh antihistamin (H1 Blockers), reseptor H2 oleh penghambat asam lambung, sedangkan reseptor H3 memegang peranan pada regulasi tonus saraf simpaticus.

Aktifitas terpenting dari histamin adalah :

- Kontraksi otot polon bronchi, usus dan rahim
- Vasodilatasi semua pembuluh dengan penurunan tekanan darah
- Memperbesar permeabilitas kapiler untuk cairan dan protein dengan akibat undema dan pengembangan mukosa
- Hipersekresi ingus dan air mata, ludah, dahak dan asam lambung
- Stimulasi ujung saraf dengan erytema dan gatal-gatal

Antihistamin adalah zat-zat yang dapat mengurangi atau menghalangi efek histamin terhadap tubuh dengan jalan memblokir reseptor histamine (penghambat saingan)

Antihistamin dibagi menjadi 2 kelompok yaitu :

1. Antagonis reseptor H1 (H1 blockers)

Memblokir H1 dengan cara menyaingi histamin pada reseptornya di otot licin dinding pembuluh sehingga dapat menghindarkan terjadinya reaksi alergi. Khasiat lainnya mencuatkan bronchi, saluran cerna, kandung kemih dan rahim terhadap ujung saraf (gatal-gatal, flare reaction). Selain bersifat sebagai antihistamin, obat ini juga memiliki berbagai khasiat lain yakni sebagai antikolinergika, antiemetis dan daya menekan SSP (sedatif). Sedangkan beberapa diantaranya memiliki efek sebagai anti serotonin dan lokal anestetik.

2. Antagonis reseptor H2 (H2 blockers)

Obat ini dapat menghambat secara efektif histamine terhadap reseptor H2 di lambung dengan jalan persaingan. Efeknya adalah berkurangnya hipersekresi asam klorida, juga mengurangi vasodilitasi dan turunnya tekanan darah. Senyawa ini khusus digunakan pada terapi tukak lambung dan usus guna mengurangi sekresi HCl, pepsin juga sebagai tambahan pada terapi prednisone. Contoh obat jenis ini adalah simetedin, ranitidine, famotidine, dll.

A. MONOGRAFI

1. Chlorpheniramin

Chlorpheniramin maleat mengandung tidak kurang dari 98% dan tidak lebih dari 100,5% $C_{16}H_{19}CIN_2.C_4H_4O_4$ dihitung terhadap zat yang telah dikeringkan.

Pemerian : Serbuk hablur putih, tidak berbau. Larutan mempunyai pH antara 4 dan 5

Kelarutan : Mudah larut dalam air, larut dalam etanol dan dalam kloroform, sukar larut dalam eter dan dalam benzene

Wadah dan tempat penyimpanan : Dalam wadah tertutup rapat dan tidak tembus cahaya

Penentuan kualitatif :

1. Zat + larutan asam nitrat : kuning
2. Zat + larutan asam sulfat : kuning
3. Zat + asam sulfat dan kalium bikromat : hijau
4. Zat + FeCl₃ : kuning
5. Zat + DAB HCl : hijau tosca
6. Zat + reaksi Wassicky (DAB HCl dan asam sulfat) : kuning tua

Contoh Hasil Reaksi :

Aseton air	H ₂ SO ₄ + K ₂ Cr ₂ O ₇
	

FeCL3	Wassiky
-------	---------

2. Diphenhidramin

Pemerian : Serbuk hablur, putih, tidak berbau. Jika kena cahaya, perlahan-lahan warnanya menjadi gelap. Larutannya praktis netral terhadap kertas laksmus P

Kelarutan : Mudah larut dalam air, etanol dan dalam kloroform, agak sukar larut dalam aseton, sangat sukar larut dalam benzene dan dalam eter.

Penentuan kualitatif :

1. Zat + asam sulfat pekat : berwarna jingga-merah
2. Zat + asam sulfat dan dalam kalium bikromat : kuning terang jingga
3. Zat + wassicky (asam sulfat dan DAB HCl) ungu adanya tetes yang berminyak (untuk membedakan antara CTM dengan dipenhidramin HCl)

Contoh Hasil Reaksi :

Aseton air	H ₂ SO ₄ + K ₂ Cr ₂ O ₇	Wassiky
		

III.ALAT DAN BAHAN**E. Alat**

- Tabung reaksi
- Pipet tetes
- Botol semprot
- Spatula logam
- Lampu spritus
- Cawan uap
- Mikroskop
- Kapas basah

F. Bahan

SAMPEL	REAGEN
- CTM	- HCl (p)
- Cimetidin	- NaOH 3N
- Cyproheptadine	- Aquadest
- Cetrizine	- Alkohol 96%
- Loratadine	- FeCl ₃ (aq) - Formaldehid - Nessler A - Nessler B - DAB HCl - H ₂ SO ₄ (p) - Diazo A - Diazo B - K ₂ Cr ₂ O ₇ - AgNO ₃ - NaOH 2 N

IV. PROSEDUR/LANGKAH PERCOBAAN

4. Uji Organoleptis

5. Uji Kelarutan

6. Reaksi Warna

Reaksi FeCl_3

- Letakkan sampel diatas plat tetes, tambahkan dengan FeCl_3
- Amati warna yang terbentuk

Reaksi Marquish

- Masukkan sampel ke dalam tabung reaksi
- Tambahkan dengan formalin + $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{p})$ melalui dinding tabung
- Amati warna yang terbentuk

Reaksi Nessler

- Letakkan sampel ke dalam plat tetes
- Tambahkan pereaksi Nessler A + Nessler B (2:2)
- Amati warna yang terbentuk

Reaksi DAB HCl

- Letakkan sampel di atas plat tetes, tambahkan pereaksi DAB HCl
- Amati warna yang terbentuk

Reaksi King

- Letakkan sampel ke dalam tabung reaksi
- Tambahkan Diazo A+ Diazo B (4:1) panaskan selama 15 menit
- Amati warna yang terbentuk

Reaksi $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{H}_2\text{SO}_4(\text{p})$

Reaksi $\text{AgNO}_3 + \text{NaOH}$

Reaksi Wassicky

V. TABEL PENGAMATAN

Pereaksi	Chlorpheniramin	Diphenhidramin	Cimetidin
ORGANOLEPTIS - Bentuk - Warna - Bau - Rasa			
KELARUTAN - Air - Asam (HCl) - Basa (NaOH) - Alkohol			

FLUORESENSI - Padat - Air - Asam - Basa			
PYROLISA			
REAKSI WARNA - FeCl ₃ - Marquis - Nessler - DAB HCl - King - K ₂ Cr ₂ O ₇ + H ₂ SO ₄ - AgNO ₃ + NaOH - Wassicky			

VI. SOAL LATIHAN

1. Tuliskan rumus bangun dari senyawa obat CTM!
2. Tuliskan 3 identifikasi dari hasil reaksi warna untuk membedakan antara senyawa CTM dengan Dipenhidramin HCl
3. Tuliskan reaksi umum dari senyawa CTM!

VII. DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. Identifikasi Obat. Terjemahan oleh Sugiarto. N.C., Bandung : ITB.
- Basset.J etc.1994. Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. The Meck Index. New York : The Merck Co.
- Clarke's. 1986. Isolation and Identification of Drug. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.
- Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. Kimia Farmasi Praktek
- Departemen Kesehatan RI.1979. Farmakope Indonesia Edisi III.
- Ebel. S. 1992. Obat Sintetik. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Nisyak, khoirun, dkk. 2019. Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis. Qiara Media.
- The Pharmaceutical Codex. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.

MATERI VIII

IDENTIFIKASI SENYAWA OBAT GOLONGAN VITAMIN

I. TUJUAN PRAKTIKUM

Melalui praktikum ini, mahasiswa mampu mengidentifikasi senyawa obat golongan vitamin

II. DASAR TEORI

Vitamin adalah zat kimia organik dengan komposisi beraneka ragam yang dalam jumlah kecil dibutuhkan oleh tubuh manusia untuk memelihara fungsi metabolisme normal. Vitamin bukan merupakan ‘bahan bakar’ atau bahan untuk membangun tubuh. Kebutuhannya berkisar beberapa mg, misalnya : Vitamin B12, sampai ratusan mg, misalnya : Vitamin A dan E.

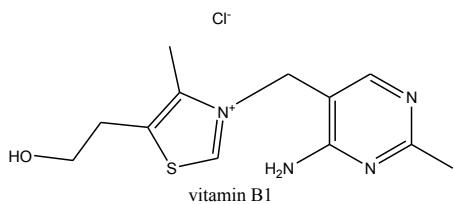
Istilah vitamin diberikan atas dasar perkiraan semula bahwa semua zat ini memiliki struktur amin (Lat Vita = kehidupan), tetapi ternyata hanya tepat bagi beberapa zat saja, antara lain : Vit B1. Kebanyakan vitamin atau zat pelopornya yang disebut provitamin, diperoleh dari bahan makanan dan hanya beberapa yang dapat disintesa sendiri dalam usus oleh tubuh.

Penggolongan Vitamin

- Larut dalam air
Contoh : Vitamin B1, B2, B3, B6 dan Vitamin C
- Larut dalam Lemak
Contoh : Vitamin A, D, E, dan K

MONOGRAFI

A. Vitamin B1 (Thiamin Hydrochloridum), Aneurin HCl ($C_{12}H_{17}CIN_4OS \cdot HCl$ BM 337,27)



- **Uji Pendahuluan :**

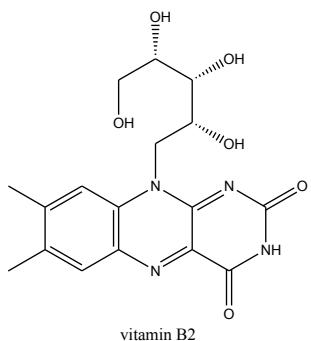
- Pemerian** : Bentuk serbuk, bau mirip ragi, rasa pahit, dan berwarna putih
- Kelarutan** : Mudah larut dalam air dan sukar dalam etanol 95% dan praktis tidak larut dalam eter

2. Uji penggolongan : -

3. Uji Spesifik :

- Zat + larutan NaOH : terjadi warna kuning
- Zat + NaOH + $K_3Fe(CN)_6$ + amil alkohol, gojok akan berfluoresensi biru ungu, bila ditambah asam, fluoresensi hilang, bila ditambah basa fluoresensi timbul lagi
- Vercoling timbul bau kacang

B. Vitamin B2 (Riboflavinum) $C_{17}H_{20}ON_4O_6$; BM = 376,37



- Pemerian** : Serbuk hablur, kuning hingga jingga, bau lemah. Melebur pada suhu lebih kurang $280^{\circ}C$. Larutan jernihnya netral terhadap laksus. Jika kering tidak begitu dipengaruhi oleh cahaya terdifusi, tetapi dalam larutan cahaya sangat cepat menyebabkan peruraian, terutama jika ada alkali

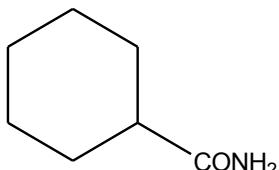
- Kelarutan** : Sangat sukar larut dalam air, dalam etanol dan dalam larutan natrium 0,9% sangat mudah larut dalam larutan alkali encer, tidak larut dalam eter dan dalam kloroform

- Khasiat** : - Menghasilkan energi dalam sel-sel
- Memelihara nafsu makan dan fungsi saraf
- Berperan penting dalam pembuatan reaksi biologis
- Pemindahan rangsangan sinar ke saraf mata
- Memelihara jaringan terutama kulit

Penentuan kualitatif :

- a. Fluoresensi dalam air : kuning-sedikit hijau ketuaan, setelah beberapa tetes HCl 3N atau NaOH 3N fluoresensi akan hilang
- b. Zat + AgNO₃ : merah setelah berapa lama : terbentuk endapan merah
- c. Zat + asam sulfat : warna merah berbusa
- d. Zat + pereaksi nessler : merah-jingga

C. Vitamin B3 (Nikotinamida) C₆H₆N₂O

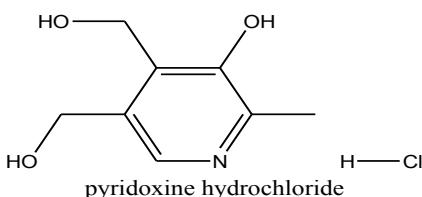


Pemerian : Hablur atau serbuk hablur, tidak berwarna atau putih, berbau lemah dan khas

Kelarutan : Larut dalam 1 bagian air, dalam 1,5 bagian etanol, sukar larut dalam kloroform dan dalam eter

Khasiat : - Berperan penting sebagai koenzim
- Memelihara pencernaan yang normal, kulit dalam saraf
- Membebaskan energi dan karbohidrat, lemak dan protein

D. Vit B6 (Pyridoxini Hydrochloride) C₈H₁₁NO₃. HCl



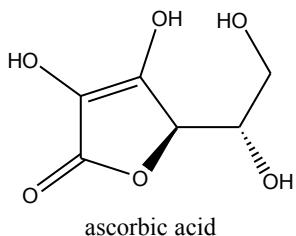
Pemerian : Hablur atau serbuk hablur putih atau hampir putih, stabil di udara, secara perlahan-lahan dipengaruhi oleh cahaya matahari

Kelarutan : Mudah larut dalam air, sukar larut dalam etanol, tidak larut dalam eter.

pH : lebih kurang 3

Khasiat : - Memelihara keseimbangan unsur fosfor dan sodium
- Berperan dalam pertumbuhan, kesehatan kulit dan pembuatan darah
- Berperan dalam produksi antibodi

E. Vitamin C (Acidum Ascorbicum) $C_6H_8O_6$ BM=176,13



- Pemerian** : Hablur atau serbuk putih atau agak kuning. Oleh pengaruh cahaya lambat laut menjadi berwarna gelap. Dalam keadaan kering stabil diudara, dalam lautan cepat teroksidai. Melbur pada suhu lebih kurang 190°C
- Kelarutan** : Mudah larut dalam air, agak sukar larut dalam etanol, tidak larut dalam kloroform, dalam eter dan dalam benzena
- Khasiat** : - Berperan dalam proses pembentukan kolagen
- Memelihara keutuhan pembuluh darah
- Membantu dalam吸收 unsur-unsur besi dan kalsium
- Activator berbagai enzim perombakan protein dan lemak
- Menjaga gigi agar melekat kuat pada gusi

III. ALAT DAN BAHAN

G. Alat

- Tabung reaksi + rak tabung
- Spatula
- Batang Pengaduk
- Pipet Tetes
- Objek glass
- Waterbath
- Lampu spritus
- Penjepit Tabung

H. Bahan

SAMPEL

- Vitamin B1
- Vitamin B2
- Vitamin B3
- Vitamin B6
- Vitamin C

REAGEN

- | | |
|--------------------------------------|---------------------|
| - H ₂ SO ₄ (p) | - Fehling A |
| - FeCL ₃ | - Fehling B |
| - DAB HCl | - Nessler A |
| - Diazo A | - Nesler B |
| - Diazo B | - CuSO ₄ |
| - Formalin | - NaOH |
| - Alkohol | - KMnO ₄ |

IV. PROSEDUR/LANGKAH KERJA

Penentuan kualitatif :

Vitamin B1

- Zat dipirolisa akan menghasilkan bau asap : kacang goreng
- Vitamin B1 + HCl + nessler : kuning-hitam
- Zat + NaOH : kuning kemudian ditambahkan kembali dengan KMnO₄ : hijau
- Zat + reaksi thiokrom : lapisan isobutanol berfluoresensi biru – ungu

Contoh Hasil Reaksi :

Nessler	NaOH 3N	Marquish	NaOH (e)

Vitamin B2

- Fluoresensi dalam air : kuning – sedikit hijau ketuaan, setelah beberapa tetes HCl 3N atau NaOH 3N fluoresensi akan hilang
- Zat + AgNO₃ : merah setelah beberapa lama : terbentuk endapan merah
- Zat + asam sulfat : warna merah berbusa
- Zat + pereaksi nessler : merah – jingga

Contoh Hasil Reaksi :

AgNO ₃	Nessler	Marquish	NaOH (e)

Vitamin B3

- Sejumlah zat ditambahkan 5 tetes NaOH 6 N dipanaskan terbentuk amoniak
- Sejumlah zat + 100 mg Natrium karbonat yang sudah dikeringkan dipanaskan tercium bau piridin
- Gerusan yang terdiri atas 1 bagian zat dan 2 bagian 2,4 diniroklorobenzol dilebur selama beberapa detik leburan yang dilautkan dalam 2 ml larutan 0,5 KOH- etanol terbentuk merah tua

Contoh Hasil Reaksi :

DAB HCl	Fehling	Marquish	NaOH (e)
			

Vitamin B6

- Zat + larutan FeCl_3 : merah
- Ke dalam campuran 2 ml larutan asam sulfanilat terdiazotasi dan 1 ml 3N NaOH ditambah kira-kira 5 mg zat, larutan berwarna kuning tua sampai jingga. Kemudian tambahkan 2 ml 3N asam asetat, warna berubah menjadi merah
- Ke dalam larutan 50 mg zat dalam 1 ml air ditambahkan 1 tetes larutan tembaga ulfat 2% dan 1 ml 3N NaOH terbentuk warna biru-ungu

Contoh Hasil Reaksi :

DAB HCl	FeCl3	Marquish	NaOH (e)
			

Vitamin C

- Reaksi FeCl_3 terbentuk warna ungu pada pH 6-8 bila perlu ditambahkan 1 ml larutan metanol-piridin 10%
- Mereduksi kuat larutan iodium 0,1N
- Larutan zat + CuSO_4 + NaOH menghasilkan biru-ungu
- Mereduksi fehling atau luff menjadi merah bata
- Larutan + Na nitropusid jika ditambahkan NaOH menjadi kuning dan jika ditambahkan HCl terbentuk biru

Contoh Hasil Reaksi :

DAB HCl	Fehling	Marquis
		

V. TABEL PENGAMATAN

Pereaksi	Vit.B1	Vit B2	Vit B3	Vit. B6	Vit. C
ORGANOLEPTIS					
- Bentuk					
- Warna					
- Bau					
- Rasa					
KELARUTAN					
- Air					
- Asam					
- Basa					
- Pelarut organik					
FLUORESENSI					
- Padat					
- Air					
- Asam					
- Basa					
PYROLISA					
REAKSI WARNA					
- Thiokrom (basa)					
- H_2SO_4 (p)					
- H_2SO_4 (e)					
- $FeCl_3$					
- NaOH					
- DAB HCl					
- Marquis					
- $AgNO_3$					
- Fehling					
- Nessler					
- $CuSO_4 + NaOH$					

VI. SOAL LATIHAN

- a. Tuliskan rumus bangun dari senyawa berikut :
 - a. Vitamin B1
 - b. Vitamin B6
 - c. Vitamin B3
 - d. Vitamin C
- b. Dari kelima vitamin diatas, manakah vitamin yang memiliki hasil positif (merah bata) jika direaksikan dengan pereaksi fehling !
- c. Tuliskan reaksi Tiokrom dari vitamin B1, apa hasil warna yang terjadi?
- d. Tuliskan masing-masing 2 identifikasi khusus dari kelima vitamin tersebut !

VII. DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. *Identifikasi Obat*. Terjemahan oleh Sugiarso. N.C., Bandung : ITB.
- Basset.J etc.1994. *Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik*. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. *The Meck Index*. New York : The Merck Co.
- Clarke's. 1986. *Isolation and Identification of Drug*. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.
- Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. *Kimia Farmasi Praktek*
- Departemen Kesehatan RI.1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*.
- Ebel. S. 1992. *Obat Sintetik*. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Nisyak, khoirun, dkk. 2019. *Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis*. Qiara Media.
- The Pharmaceutical Codex*. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.

MATERI IX

IDENTIFIKASI SENYAWA OBAT GOLONGAN HORMON

I. TUJUAN PRAKTIKUM

Melalui praktikum ini, mahasiswa mampu mengidentifikasi senyawa obat golongan hormon

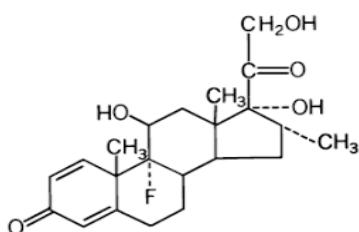
II. DASAR TEORI

Hormon adalah zat kimiawi yang dihasilkan oleh tubuh secara alami. Begitu dikeluarkan, hormon akan dikeluarkan oleh darah menuju berbagai jaringan sel dan menimbulkan efek tertentu sesuai dengan fungsinya masing-masing. Efek hormon pada tubuh manusia :

7. Perubahan fisik
8. Perubahan psikologis
9. Perubahan sistem reproduksi

MONOGRAFI

1. Dexamethason



Pemerian : Hablur atau serbuk, putih atau hampir putih, tidak berbau, rasa agak pahit

Kelarutan : Praktis tidak larut dalam air dan dalam 42 bagian etanol (95%) P dan dalam 165 bagian Cloroform P

Khasiat dan Penggunaan : Adrenoglukokortikoidum

Contoh Hasil Reaksi :

King	Marquish	H ₂ SO ₄ (p)

2. Prednisonum / Prednison

Prednison mengandung tidak kurang dari 97,0% dan tidak lebih dari 102,0% C₂₁H₂₆O₅, dihitung terhadap zat yang telah dikeringkan

Pemerian : Serbuk hablur, putih atau putih atau hampir putih, tidak berbau, mula-mula tidak berasa kemudian pahit

Kelarutan : Sangat sukar larut dalam air, sukar larut dalam etanol (95%)P dan kloroform P, dalam dioksan P dan dalam metanol

Khasiat : Adrenoglukokortikoidum

Contoh Hasil Reaksi :

King	H ₂ SO ₄ (p)	Marquish

3. Methylprednisoloni Acetas /Metilprednisolon Asetat

Pemerian : Serbuk hablur, putih atau praktis putih, tidak berbau, melebur pada suhu lebih kurang 225°C disertai peruraian

Kelarutan : Praktis tidak larut dalam air, larut dalam dioksan, agak sukar larut dalam aseton, dalam etanol, dalam kloroform dan dalam metanol, sukar larut dalam eter

Metode pemeriksaan Kualitatif :

Zat + reagen + dipanaskan/tidak dipanaskan → timbul reaksi warna, pengkristalan

III. ALAT DAN BAHAN

A. Alat

- Tabung reaksi
- Mikroskop
- Lampu spritus
- Objek glass
- Spatula
- Batang pengaduk
- Plat tetes
- Pipet tetes
- Penjepit tabung

B. Bahan

SAMPEL	REAGEN
- Dexametason	- HCl (p)
- Prednison	- H_2SO_4 (e)
- Metylprednisolon	- Alkohol 96%
	- H_2SO_4 (p)
	- HNO_3 (aq)
	- FeCl_3
	- HCl 2N
	- Diazo A
	- Diazo B
	- Formaldehid
	- Aquadest
	- Aseton

IV. PROSEDUR/LANGKAH PERCOBAAN

4. Organoleptis

- Dilakukan pengamatan organoleptis, baik bentuk, warna dan bau dari masing-masing sampel
- Diidentifikasi kemudian diamati

5. Kelarutan

Diuji kelarutan sampel dengan masing-masing pelarut (aquadest, alkohol 96%, NaOH 3N, HCl (p))

6. Reaksi Warna

8. Reaksi H_2SO_4 (p)
Sampel + H_2SO_4 (p) → amati warna yang terbentuk
9. Reaksi HNO_3 (p)
Sampel + HNO_3 (P) → amati warna yang terbentuk
10. Reaksi HCl 2N
Sampel + HCl 2N → amati warna yang terbentuk

11. Reaksi FeCl_3

Zat + FeCl_3 ——> amati warna yang terbentuk

12. Reaksi Marquish

Zat + aquadest + larutan formaldehid + H_2SO_4 (p) ——> amati

13. Reaksi King

Zat + Diazo A + Diazo B(4:1) kemudian dipanaskan selama 15 menit ——> amati
perubahan warna sebelum dan sesudah pemanasan

14. Reaksi Kristal

Reaksi Aseton-Air

Sampel + aseton kemudian dari dalam tabung tersebut sampel diletakkan diatas objek glass dan ditambahkan aquades ——> amati dibawah mikroskop

V. TABEL PENGAMATAN

Pereaksi	Dexamethason	Prednison	Metilprednisolon
ORGANOLEPTIS - Bentuk - Warna - Bau - Rasa			
KELARUTAN - Air - Asam (HCl) - Basa (NaOH) - Alkohol			
FLUORESENSI - Padat - Air - Asam - Basa			
PYROLISA			
REAKSI WARNA - Reaksi H_2SO_4 (p) - Reaksi HNO_3 (p) - Reaksi HCl 2N - Reaksi FeCl_3 - Reaksi King - Reaksi Marquish			
Rekrystalisasi Aseton air			

VI. LATIHAN SOAL

1. Tuliskan reaksi umum dari senyawa senyawa hormon

VII. DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. *Identifikasi Obat*. Terjemahan oleh Sugiarto. N.C., Bandung : ITB.
- Basset.J etc.1994. *Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik*. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. *The Meck Index*. New York : The Merck Co.
- Clarke's. 1986. *Isolation and Identification of Drug*. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.
- Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. *Kimia Farmasi Praktek*
- Departemen Kesehatan RI.1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*.
- Ebel. S. 1992. *Obat Sintetik*. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Nisyak, khoirun, dkk. 2019. *Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis*. Qiara Media.
- The Pharmaceutical Codex*. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.

MATERI X

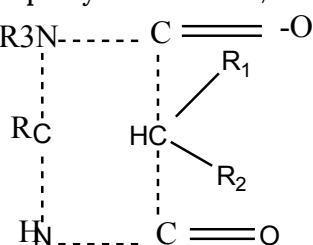
IDENTIFIKASI SENYAWA OBAT GOLONGAN BARBITURAT

I. TUJUAN PRAKTIKUM

Melalui praktikum ini, mahasiswa mampu mengidentifikasi senyawa obat golongan asam

II. DASAR TEORI

Barbital mempunyai inti hasil, kondensasi ester etil dari asam dietil malonat dengan ureum.



Dimana : $\text{R}_1\text{R}_2\text{R}_3$ dan R_4 adalah substitusi yang menentukan struktur dari Barbital itu

Pemakaian :

- Sebagai obat tidur : dalam dosis yang banyak
- Sebagai sedativa : dalam dosis yang sedikit
- Sebagai obat antikonvulsif
- Sebagai obat anaestetika, narcose pendek

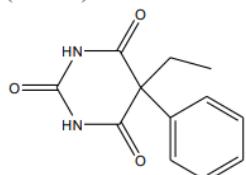
Sifat-sifat umum dari Barbital :

1. Sukar larut dalam air, kecuali garamnya (Na^+) bereaksi asam lemah
2. Ada dalam dua bentuk : bentuk keto, tak larut dalam air dan bentuk enol larut dalam air
3. Bentuk keto larut dalam pelarut : CHCl_3 , eter, etilasetat
4. Garam Na^+ nya dalam larutan mudah terhidrolisa menjadi barbital yang mengendap dan CO_2 atau ureum

- Dapat menyublim (membentuk sublimasi) tergantung sekali pada tekanan, suhu, jarak sublimasinya, dll. Untuk teknik sublimasi yang digunakan kualitatif, maka digunakan tekanan yang dikurangi.

MONOGRAFI

1. Phenobarbital (Luminal)



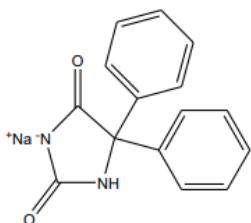
Pemerian : Serbuk kristal putih, tidak berbau, rasa agak pahit

Kelarutan : Sukar larut dalam air, larut dalam 8 bagian etanol, 15 bagian aseton, 20 bagian eter dan 70 bagian chloroform (garam natriumnya mudah larut dalam air, larut dalam 10 bagian etanol, tidak larut dalam eter dan aseton)

Identifikasi :

- Reaksi Parri akan menghasilkan warna ungu terang.
- Sedikit zat dilarutkan dalam H_2SO_4 pekat tambahkan sedikit natrium nitrit, hangatkan, terbentuk warna kuning jingga sampai jingga merah (reaksi Lieberman).
- Larutkan 20 mg zat dalam 1 ml air dan 2 tetes NaOH 8%, pada larutan jernih tambahkan 4 tetes larutan asam sitrat 9%, terbentuk endapan putih (beda dengan veronal).
- Larutkan 10 mg zat dalam 10 ml air dengan pemanasan, dinginkan, tuangkan ke dalam campuran (0,5 ml KBrO₃ 1,5%, 50 mg KBr, 1 ml HCl 7% dan 5 ml air), kocok, terbentuk warna kuning kemerah (beda dengan heksobarbital).
- Larutan sampel dalam metanol ditambahkan larutan kobalt asetat, panaskan, tambahkan sedikit larutan borax, panaskan sampai mendidih terbentuk warna biru ungu (=reaksi Parri).
- Dengan penambahan $K_2Cr_2O_7$ akan menghasilkan warna hijau.
- Dengan penambahan α naftol dan asam sulfat pekat akan menghasilkan warna ungu.
- Garam natrium: memberi test positif terhadap natrium (nyala Nichrom, asam pikrat dan zink uranil asetat).
- Reaksi kristal : Aseton air

2. DIPHENILHIDANTOIN NATRIUM (Phenitoin Natrium)



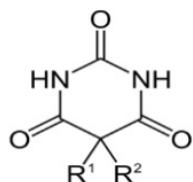
Pemerian : Serbuk kristal putih, higroskopis. Jika kena udara mengabsorpsi CO₂ dan melepaskan phenitoin

Khasiat : Anti epilepsi

Identifikasi:

1. Sedikit zat ditambahkan 4 ml chloroform dan 0,1 ml COCl₂ 3% lalu dikocok, akan terbentuk endapan voluminus dalam larutan yang berwarna ungu biru. Jika ditambahkan uap NH₄OH akan menghasilkan warna biru.
2. Larutan 10 mg zat dalam 1 ml air ditambahkan 1 ml NH₄OH 10%, panaskan pada api kecil sampai mendidih, kemudian dinginkan tambahkan 1 tetes larutan CuSO₄ 16%, lalu dikocok, maka akan terbentuk larutan ungu biru disertai endapan hijau biru, jika dibiarkan selama 3 menit, endapan akan berubah menjadi jarum-jarum rosa (= reaksi Zwikker).
3. Reaksi Zwikker akan menghasilkan endapan biru. 10 mg zat dilarutkan dalam 1 ml piridin 10% ditambahkan 2 tetes pereaksi Zwikker akan menghasilkan endapan biru atau biru ungu.
4. Reaksi Lieberman akan menghasilkan warna jingga merah.
5. Sampel ditambah 1 tetes NaOH, akan terbentuk warna merah keunguan tidak stabil disertai
6. Pada 1 tetes larutan sampel diteteskan pada kertas saring yang sudah dibasahi dengan larutan natrium orto fosfat, tambahkan 1 tetes larutan HgNO₃ terbentuk warna hitam.
7. Reaksi kristal : Zwikker

3. Barbital



Barbital mempunyai asam berbasis satu yang sangat lemah, asam barbiturate dapat dalam bentuk keto dan bentuk enol, bentuk enol ini yang menyebabkan bereaksi asam dan dapat diionisasi.

Oleh karena itu barbital larut dalam alkali, tetapi garam-garam Na nya tidak stabil dalam air terutama sekali pada pemanasan, dalam air akan terhidrolisis. Oleh karena mudah terhidrolisa maka garamnya dalam air tidak boleh disimpan lama.

Kelarutan : Sukar larut dalam air, mudah larut dalam eter, kloroform, dan etil asetat

Identifikasi :

1. Reaksi Parri

Barbital dalam metanol murni + 2 tetes COCl_2 dalam asam asetat 1% dan 2 tetes NH_4OH terbentuk warna ungu

2. Reaksi Zwikker

- Cara :

larutkan zat dalam 1 ml campuran (1 bagian piridin/1 bagian isopropilamin dalam 9 bagian HCl_3) + 1 ml CuSO_4 1% dalam air, kocok lalu diamkan

- Hasil:

- terdapat barbital terbentuk lapisan CHCl_3 ungu, lapisan air biru
- diganggu asam salisilat dan aspirin terbentuk warna biru
- ada tiobarbital terbentuk lapisan CHCl_3 biru, lapisan air biru
- diganggu tiofilin, teobromin, na-salisilat, dan tiourasil terbentuk lapisan CHCl_3 hijau

3. Reaksi buchi dan pertia

zat + CHCl_3 + reagen $(\text{CO}(\text{NO}_3)_2$ 0,01 M dalam metanol) + 0,25 ml isobutilamin 1 M dalam CHCl_3 terbentuk warna ungu

III. ALAT DAN BAHAN

A. Alat

- Tabung reaksi
- Mikroskop
- Lampu spritus
- Objek glass
- Water bath
- Spatula
- Batang pengaduk
- Plat tetes
- Pipet tetes
- Penjepit tabung

B. Bahan

SAMPEL	REAGEN
- Luminal	- H_2SO_4 (p)
- Barbital	- Larutan formaldehid
	DAB HCl
	- Vanilin

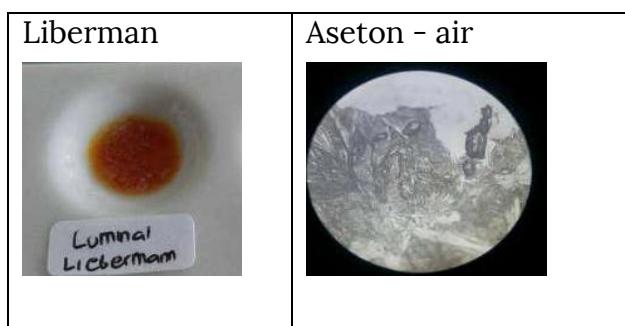
IV. PROSEDUR/LANGKAH PERCOBAAN

Reaksi Warna :

1. Dengan H_2SO_4 pekat
0,01 gram zat + beberapa tetes H_2SO_4 diamati warnanya
2. Marquish
0,01 gram zat dilarutkan dalam 4 ml H_2SO_4 pekat + 1 ml formaldehid panaskan di waterbath : merah dengan flooresensi : hijau : Dial, Sandoptal, tanpa flooresensi : luminal dll
3. P-DAB HCl : atau H_2SO_4 pekat : 0,01 gram zat dalam 4 ml H_2SO_4 pekat + beberapa butir kristal p-DAB panaskan beberapa menit di waterbath.
4. Vanillin- H_2SO_4 ; sedikit zat dipanaskan dengan 1% vanilin dalam H_2SO_4 pekat beberapa menit di waterbath. Warna merah kersen
5. Salisilikaldehid- H_2SO_4 : 0,01 gr zat + 1 ml H_2SO_4 pekat lalu ditetes dengan beberapa salisilikaldehid 1% dalam spritus, panaskan diatas waterbath. Dial : merah frambos

Contoh Hasil Reaksi :

1. Luminal



2. Barbital



V. TABEL PENGAMATAN

Pereaksi	Luminal	Fenitoin	Barbital
ORGANOLEPTIS - Bentuk - Warna - Bau - Rasa			
KELARUTAN - Air - Asam (HCl) - Basa (NaOH) - Alkohol			
FLUORESENSI - Padat - Air - Asam - Basa			
PYROLISA			
REAKSI WARNA 1. H_2SO_4 (p) 2. DAB HCl 3. Vanillin- H_2SO_4			
Reristalisasi Aseton-air			

VI. SOAL LATIHAN

1. Tuliskan 3 identifikasi dari hasil reaksi warna untuk membedakan antara senyawa luminal dan barbital

VII. DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
 Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. *Identifikasi Obat*. Terjemahan oleh Sugiarto. N.C., Bandung : ITB.

- Basset.J etc.1994. *Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik*. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. *The Meck Index*. New York : The Merck Co.
- Clarke's. 1986. *Isolation and Identification of Drug*. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.
- Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. *Kimia Farmasi Praktek*
- Departemen Kesehatan RI.1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*.
- Ebel. S. 1992. *Obat Sintetik*. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Nisyak, khoirun, dkk. 2019. *Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis*. Qiara Media.
- The Pharmaceutical Codex*. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.

MATERI XI

IDENTIFIKASI SENYAWA OBAT GOLONGAN GANJA DENGAN KLT

I. TUJUAN PRAKTIKUM

Mengidentifikasi senyawa zat dari bahan yang dipakai dalam farmasi terutama bahan obat-obatan

II. DASAR TEORI

Ganja (cannabis sativa) adalah tumbuhan budidaya penghasil serat, namun lebih dikenal karena kandungan zat narkotika pada bijinya, tetrahidrokanabinol (THC) yang dapat membuat pemakainya mengalami cuforia (rasa senang yang berkepanjangan tanpa sebab). Tanaman ganja telah dikenal manusia sejak lama dan digunakan sebagai bahan pembuat kantung karena serat yang dihasilkannya kuat. Biji ganja juga digunakan sebagai sumber minyak. Bagi penggunanya daun ganja kering dibakar dan dihisap seperti rokok, dan bias juga dihisap dengan alat khusus bertabung yang disebut bong.

Menurut situs pengetahuan Narkotika, HIV, AIDS dan Pendidikan Seks, ganja dapat menimbulkan efek samping yang berbeda bagi penggunanya. Efek yang paling umum dari ganja adalah perasaan melayang . Efek-efek lain termasuk paranoid, muntah-muntah, kehilangan koordinasi, kebingungan, nafsu makan meningkat, mata merah, halusinasi. Sedangkan efek jangka panjangnya ganja dapat mengakibatkan resiko tinggi bronkhitis, kanker paru-paru, serta penyakit pernafasan (sebab ganja mengandung tar dua kali lebih banyak dari rokok, kerusakan memori jangka pendek, daya pikir logika, dan koordinasi berat badan, serta gejala gangguan kejiwaan yang berat. Ganja juga dapat menyebabkan penggunanya menjadi ketergantungan dan kecanduan.

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) merupakan salah satu analisis kualitatif dari suatu sampel yang ingin dideteksi dengan memisahkan komponen-komponen

sampel berdasarkan perbedaan kepolaran. Prinsip kerjanya memisahkan sampel berdasarkan perbedaan kepolaran antara sampel pelarut yang diinginkan. Teknik ini biasanya menggunakan fase dalam dari bentuk plat fisika dan fase geraknya disesuaikan dengan jenis sampel yang ingin dipisahkan. Larutan dan campuran larutan yang diinginkan atau digunakan dinamakan elues. Semakin dekat kepolaran antara sampel dengan eluen maka sampel akan semakin terbawa oleh fase gerak tersebut

Fase diam yang digunakan dalam KLT merupakan penjerap berukuran kecil dengan diameter partikel antara 10-30 μm . Semakin kecil ukuran rata-rata partikel fase diam dan semakin sempit kisaran ukuran, maka semakin baik kinerja KLT dalam hal efisiensi dan resolusinya. Penjerap yang paling sering digunakan adalah silika dan serbuk selulosa, sementara mekanisme sorbsi yang utama pada KLT adalah adsorbsi dan partisi.

Sistem yang paling sederhana adalah campuran dua pelarut organik. Karena daya elusi campuran kedua pelarut ini mudah diatur sedemikian rupa sehingga pemisahan dapat teruji secara optimal. Beberapa petunjuk dalam memilih dan mengoptimalkan fase gerak diantaranya :

- a. Fase gerak harus mempunyai kemurnian yang sangat tinggi karena KLT merupakan teknik yang sensitif
- b. Daya elusi fase gerak harus diatur sedemikian rupa sehingga R_f antara 0,2-0,8 untuk memaksimalkan pemisahan
- c. Untuk pemisahan dengan menggunakan fasediam polar seperti silika gel, polaritas fase gerak akan menentukan kecepatan migrasi solut yang berarti juga menentukan nilai R_f .

III. Alat dan Bahan

I. Alat

- Chamber
- Lempeng KLT (fase diam)
- Micro syring/pipet kapiler
- Spray gun/alat penampak bercak
- Gunting dan pensil
- Gelas ukur
- Penggaris
- Kertas saring
- Tabung reaksi + rak tabung
- Spatula logam

B. Bahan

- Rokok (sampel)
- Toluene
- Aquadest
- Ganja (larutan baku)
- Sampel x
- Garam fast blue
- Chloroform
- NaOH
- Metanol

IV. PROSEDUR/LANGKAH PECOBaan

1. Reaksi Warna

- Masukkan sampel ke dalam tabung reaksi, tambahkan garam fast blue B (sejung spatula), tambahkan 1 ml Cloroform kemudian tutup dengan alumunium foil dan kocok selama 1 menit
- Tambahkan 1 ml NaOH 1 N, kocok selama 2 menit
- Amati

2. Kromatografi Lapis Tipis

a. Larutan Uji/Sampel

Sejumlah 400 mg sampel yang sudah diserbukkan masukkan ke dalam erlenmeyer, tambahkan 10 ml toluen, kocok kemudian saring : Larutan A

b. Larutan Baku

Sejumlah 400 mg baku ganja yang sudah diserbukkan masukkan ke dalam erlenmeyer dan tambahkan 10 ml toluen,kocok kemudian saring : Larutan B

c. Komposisi Penampak Bercak

500 mg fast blue dilarutkan dalam 1 ml air kemudian kocok lalu add kan dengan 25 ml metanol

Tahapan Kerja :

1. Penjenuhan fase gerak
 - Isi chamber terlebih dahulu dengan fase gerak kemudian masukkan kertas saring yang telah diukur sesuai dengan bentuk chamber
2. Pembuatan Jarak pada silika gel
 - Buat jarak penotolan (1,5 cm – 2 cm) antara sampel dan baku pembanding
 - Buat jarak penotolan dengan disesuaikan tinggi toluen dengan chamber
3. Penotolan

Totolkan masing-masing larutan sampel, sampel x dan baku pada silika gel dengan tabung kapiler

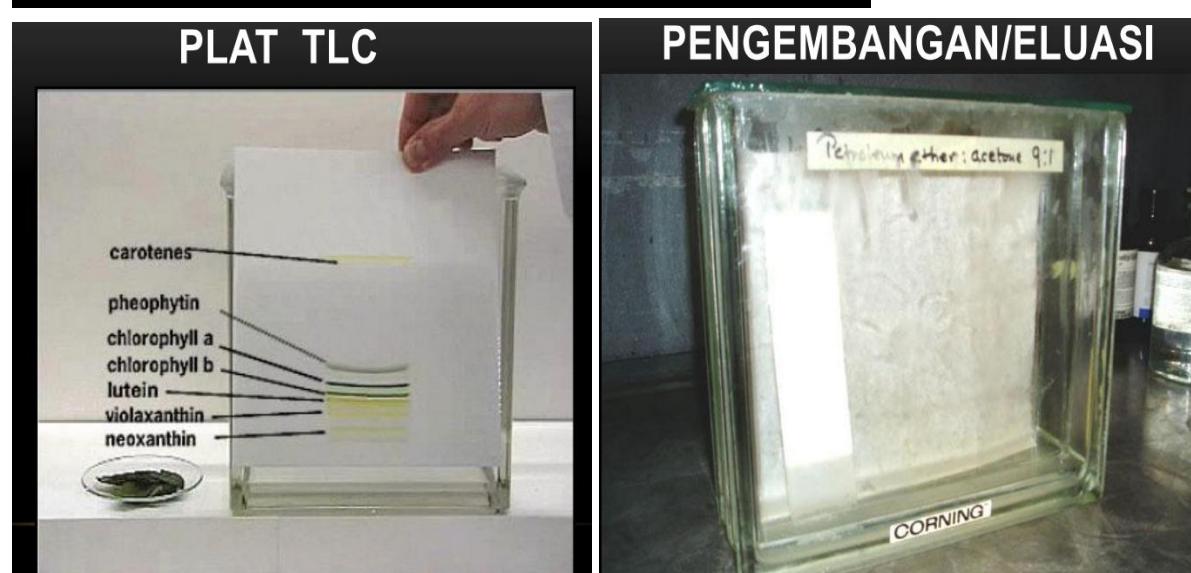
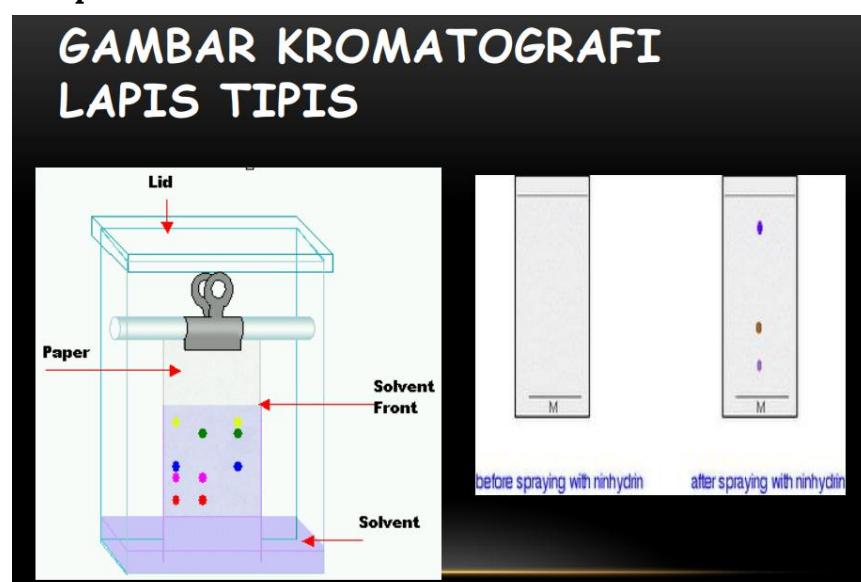
4. Elusi

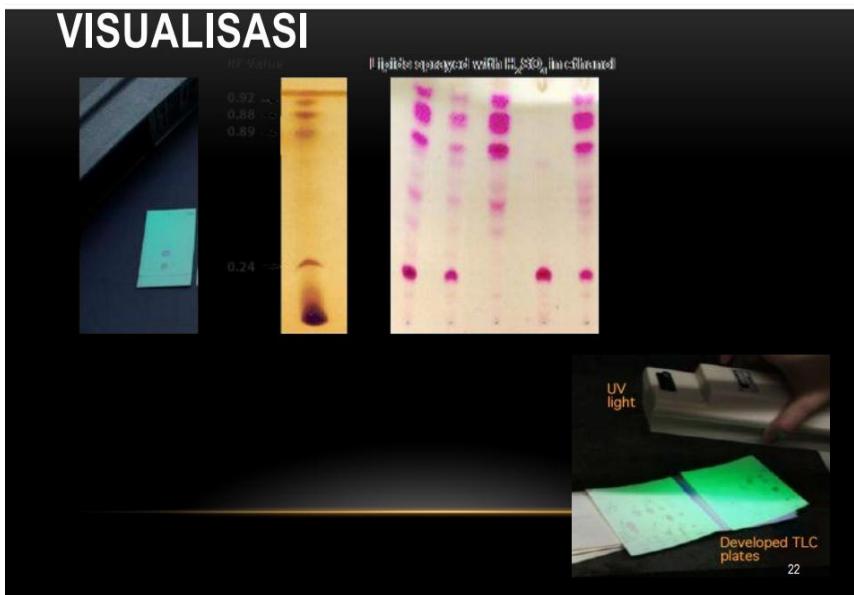
- Masukkan silika gel yang sudah ditotolkan ke dalam chamber yang berisi toluen yang sudah dijenuhkan
- Tunggu sampai fase gerak tepat berada di garis batas elusi
- Keringkan silika gel
- Amati dibawah sinar uv 254 nm

5. Perhitungan

Hitung Rf dan bandingkan

Lampiran :





V. TABEL PENGAMATAN

No.	Pengamatan	Hasil
1.	REAKSI WARNA	
2.	LAPIS TIPIS - RF - Bentuk bercak - Warna Bercak	

VI. SOAL LATIHAN

1. Jelaskan teknik penjenuhan fase diam dalam pemeriksaan metode KLT?
2. Seorang siswa yang ingin mengidentifikasi komponen-komponen yang ada di dalam sampel rokok yang di duga mengandung ganja dengan menggunakan metode kromatografi lapis tipis. Bagaimana teknik identifikasi komponen ganja dalam rokok tersebut dengan metode KLT ?

VII. DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. Identifikasi Obat. Terjemahan oleh Sugiarso. N.C., Bandung : ITB.
- Basset.J etc.1994. Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. The Meck Index. New York : The Merck Co.

- Clarke's. 1986. *Isolation and Identification of Drug*. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.
- Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. *Kimia Farmasi Praktek*
- Departemen Kesehatan RI.1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*.
- Ebel. S. 1992. *Obat Sintetik*. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Nisyak, khoirun, dkk. 2019. *Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis*. Qiara Media.
- The Pharmaceutical Codex. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Auterhoff. H, Kovar. K.A., 1987. *Identifikasi Obat*. Terjemahan oleh Sugiarto. N.C., Bandung : ITB.
- Basset.J etc.1994. *Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik*. Jakarta : Buku Kedokteran EGC
- Budavari, S., 1989. *The Meck Index*. New York : The Merck Co.
- Clarke's. 1986. *Isolation and Identification of Drug*. 2nd edition. London : The Pharmaceutical Press.
- Departemen Kesehatan Pusat Pendidikan Tenaga Kesehatan. 1995. *Kimia Farmasi Praktek*
- Departemen Kesehatan RI.1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*.
- Ebel. S. 1992. *Obat Sintetik*. Terjemahan oleh Mathilda. B.W. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Nisyak, khoirun, dkk. 2019. *Petunjuk Praktikum Kimia Sintesis*. Qiara Media.
- The Pharmaceutical Codex*. 11th edition. The Pharmaceutical Press. London : University Press Cambridge.
- F. Roth. H.J.Blaschke. 1994. *Farmasi Analisis* . terjemahan S.Kisman dan S.Ibrahim, cetakan II, Yogyakarta : Gajah Mada University Press.
- Skoog, D.A .,J.L.,Leorny. 1992. *Prinsiples of Instrumen Analisis* 4 edition. Philadelphia : Saunders college publishing.
- Connors, K.A., 1982. *Textbook of Pharmaceutical Analysis*, edisi 3

KIMIA Farmasi merupakan salah satu mata kuliah di Pendidikan Ahli Madya Farmasi. Modul Praktikum Kimia Farmasi menjelaskan tentang metode cara analisa kualitatif bahan obat dan sediaan farmasi meliputi reaksi warna, reaksi kristal serta sublimasi mikro senyawa obat pada golongan alkohol, phenol, asam, sulfa, karbohidrat, alkaloid, antibiotik, antihistamin, hormon, vitamin, dan barbiturat. Dengan membaca buku ini, akan lebih mudah dipahami berbagai persoalan kimia farmasi analisis sehingga buku ini dapat dimanfaatkan oleh mahasiswa, baik pada mata kuliah yang terkait maupun pada waktu melaksanakan tugas akhir.



Dra. Dias Ardini, Apt., MTA. Dilahirkan di Surabaya pada tahun 1966 Menyelesaikan pendidikan Sarjana Farmasi Universitas Airlangga pada tahun 1992, pendidikan Apoteker di Universitas Airlangga pada tahun 1993, dan pendidikan Megister Teknologi Agriindustri di Universitas Lampung pada tahun 2006. Saat ini menjadi Dosen Pengajar di Jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Tanjungkarang.



Dra. Pudji Rahayu, Apt., M.Kes. Dilahirkan di Malang pada tahun 1965. Menyelesaikan pendidikan Sarjana Farmasi di Universitas Airlangga pada tahun 1988, pendidikan Apoteker di Universitas Airlangga pada tahun 1989, dan pendidikan Megister Kesehatan Masyarakat di Universitas Mitra Lampung pada tahun 2010. Saat ini menjadi Ketua Jurusan dan Dosen Pengajar di Jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Tanjungkarang.



Endah Ratnasari Mulatasih, S.Si., M.Si. Dilahirkan di Bandar Lampung pada tahun 1988. Menyelesaikan pendidikan S1 dari Universitas Lampung pada tahun 2010 dan pendidikan Megister jurusan Kimia di Institut Teknologi Bandung pada tahun 2013. Saat ini menjadi staff pengajar di Jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Tanjungkarang.

