



BUKU PETUNJUK PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS



Disusun oleh:
Dr. Muhammad Abdurrahman Munir, M.Sc
apt. Sundari Desi Nuryanti, M.Sc

**LABORATORIUM KIMIA DASAR
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS ALMA ATA YOGYAKARTA**

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT yang tak henti-hentinya memberikan nikmat kepada kita sehingga selalu terbuka jalan untuk kita meraih apa yang kita cita-citakan. Shalawat serta salam tercurah kepada Rasulullah Muhammad SAW sebagai teladan dan guru besar kita dalam menapaki kehidupan dunia.

Alhamdulillah sekali lagi penulis ucapkan atas terbitnya Petunjuk Praktikum Kimia Analisis edisi revisi 2023 ini, semoga dapat memberikan manfaat bagi pembacanya. Buku ini hanyalah merupakan rangkuman dari beberapa buku acuan dengan maksud agar lebih sistematis dan mudah dipahami. Oleh karena itu, para pembaca hendaknya **tidak menjadikan** buku ini sebagai referensi *standard* dalam pembuatan laporan/karya ilmiah, akan tetapi penulis juga mencantumkan referensi-referensi acuan tersebut dalam buku ini. Tentu saja masih banyak kekurangan dalam berbagai sisi dari buku ini, untuk itu penulis menerima kritik dan saran demi penyempurnaan buku ini.

Wassalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Yogyakarta, Maret 2023

Tim Penyusun

DAFTAR ISI

Halaman Cover.....	i
Kata Pengantar.....	ii
Daftar Isi.....	iii
Tata tertib laboratorium kimia analisa.....	iv
Keamanan dan keselamatan kerja Laboratorium.....	v
Teknik Kerja Laboratorium.....	vii
Analisis Kualitatif Kation.....	1
Analisis Kualitatif Anion.....	5
Analisis Kualitatif Senyawa Obat.....	7
Analisis Kimia Anorganik dan Obat secara Kuantitatif.....	16
Titration Asidi-Alkalimetri.....	16
Titration Permanganometri.....	23
Titration Iodimetri.....	27
Titration Nitrimetri.....	32
Titration Kompleksometri.....	36
Titration Argentometri.....	43

TATA TERTIB LABORATORIUM KIMIA ANALITIK

TATA TERTIB PRAKTIKUM

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

Berikut tata tertib Praktikum Kimia Analisis:

1. Mahasiswa **melakukan pretes** dengan dosen pembimbing terhadap materi yang akan dipraktikkan **1 minggu sebelumnya**, mahasiswa diperkenankan praktikum apabila sudah lulus pretes dengan **bukti acc dari dosen** pada laporan sementara
2. Praktikan wajib hadir 10 menit sebelum praktikum dimulai, **keterlambatan lebih dari 15 menit** sejak praktikum dimulai tanpa ada alasan yang dapat diterima, praktikan boleh mengikuti praktikum tapi tidak memperoleh **nilai praktikum dan nilai laporan**.
3. Setelah praktikum dibuka oleh asisten akan dilakukan **mini kuis**
4. Praktikan memasuki ruang laboratorium dengan mengenakan jas praktikum
5. Praktikan wajib membawa: laporan sementara yang sudah disahkan (ACC), laporan resmi hasil praktikum, tabung reaksi, pipet tetes, serbet, tisu dan masker
6. Praktikan wajib mengisi daftar presensi
7. Praktikan tidak diperbolehkan makan, minum dan atau merokok di dalam laboratorium selama praktikum berlangsung.
8. Praktikan tidak diperbolehkan bersenda gurau yang mengakibatkan terganggunya kelancaran praktikum
9. Praktikan bertanggung jawab atas peralatan yang dipinjamnya, kebersihan meja masing-masing, serta lantai disekitarnya
10. Setelah menggunakan reagen, praktikan wajib meletakkan kembali pada tempatnya semula
11. Praktikan dilarang menghambur-hamburkan reagen praktikum dan membuang sisa praktikum dengan memperhatikan kebersihan dan keamanan
12. Jika akan meninggalkan ruang laboratorium, praktikan wajib meminta izin kepada dosen atau asisten jaga
13. Praktikan melakukan analisis sesuai bagiannya masing-masing, mencatat hasilnya pada lembar kerja praktikum, serta memintakan "ACC" pada dosen pembimbing praktikum.

**HALAMAN PENGESAHAN
BUKU PETUNJUK PRAKTIKUM
KIMIA ANALISIS**

Disahkan di Yogyakarta, Maret 2023

Ketua Program Studi Sarjana Farmasi



Apt Rizal Fauzi, M. Clin Pharm.

Koordinator Praktikum



Dr. Muhammad Abdurrahman Munir, M.Sc

Mengetahui,

Dekan Fakultas Ilmu-Ilmu Kesehatan



Dr. Yhona Paramanitya, S.Gz., Dietisien., M.P.h

KEAMANAN & KESELAMATAN KERJA LABORATORIUM

1. Rencanakan percobaan yang akan dilakukan sebelum memulai praktikum.
2. Sediakanlah alat-alat yang akan dipakai di atas meja. Alat-alat yang tidak digunakan sebaiknya disimpan didalam almari supaya tidak mengganggu dalam bekerja
3. Gunakan peralatan kerja seperti masker, jas laboratorium untuk melindungi pakaian dan sepatu tertutup untuk melindungi kaki.
4. Zat yang akan dianalisis disimpan dalam tempat tertutup agar tidak kena kotoran yang mempersulit analisis
5. Dilarang memakai perhiasan yang dapat rusak karena bahan kimia.
6. Dilarang memakai sandal atau sepatu terbuka atau sepatu berhak tinggi.
7. Hindari kontak langsung dengan bahan kimia.
8. Hindari mengisap langsung uap bahan kimia, tetapi kipaslah uap tersebut dengan tangan ke muka anda
9. Dilarang mencicipi atau mencium bahan kimia kecuali ada perintah khusus.
10. Bahan kimia dapat bereaksi langsung dengan kulit menimbulkan iritasi (pedih atau gatal).
11. Baca label bahan Kimia sekurang-kurangnya dua kali untuk menghindari kesalahan.
12. Pindahkan sesuai dengan jumlah yang diperlukan, jangan menggunakan bahan Kimia secara berlebihan.
13. Jangan mengembalikan bahan kimia ke dalam botol semula untuk mencegah kontaminasi.
14. Biasakanlah mencuci tangan dengan sabun dan air bersih terutama setelah melakukan praktikum.
15. Bila kulit terkena bahan kimia, janganlah digaruk agar tidak tersebar.
16. Dilarang makan, minum dan merokok di laboratorium.
17. Dilarang menggunakan kontak lens pada saat praktikum.
18. Jagalah kebersihan meja praktikum, apabila meja praktiukm basah segera keringkan dengan lap
19. Hindarkan dari api bahan-bahan yang mudah terbakar seperti eter, kloroform, dsb.
20. Hati-hati dalam menggunakan bahan-bahan yang adapat menimbulkan luka bakar, misalnya asam-asam pekat (H_2SO_4 , HNO_3 , HCl), basa-basa kuat (KOH , $NaOH$, dan NH_4OH), dan oksidator kuat (air brom, iod, senyawa klor, permanganat)
21. Percobaan dengan penguapan menggunakan asam-asam kuat dan menghasilkan gas-gas beracun dilakukan di almari asam

22. Jangan memanaskan zat dalam gelas ukur/labu ukur
23. Menetralkan asam/basa
 - asam pada pakaian: dengan amonia encer
 - basa pada pakaian : dengan asam cuka encer, kemudian amonia encer
 - asam/basa pada meja/lantai: dicuci dengan air yang banyak
 - asam, basa, dan zat-zat yang merusak kulit: dicuci dengan air, kemudian diberi vaselin
24. Bila terjadi kecelakaan yang berkaitan dengan bahan kimia, laporkan segera pada dosen atau asisten jaga

TEKNIK KERJA LABORATORIUM

A. Teknik Analisis Kualitatif

1. *Reaksi pembentukan warna atau pembentukan endapan.* Jika tidak dinyatakan lain, ambil kira-kira 1 ml (20 tetes) larutan sampel, masukkan tabung reaksi (jika masih ada proses selanjutnya) atau druppel plat (jika tidak ada proses selanjutnya), tambahkan pereaksi secukupnya secara bertetes-tetes sampai terjadi perubahan warna. Jika pereaksi yang digunakan sudah cukup banyak (± 1 ml) tetapi tidak terjadi perubahan warna ataupun menghasilkan endapan, maka hasil reaksi dinyatakan negatif.
2. *Cara memanaskan zat dalam cawan porselin/erlenmeyer/gelas beker*



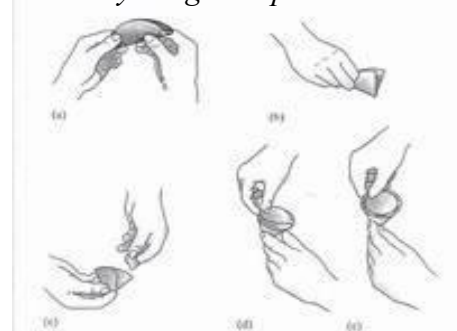
Gambar 1. Cara Memanaskan

- ambillah kaki tiga dan letakkan kasa kawat diatasnya
- letakkan gelas kimia yang berisi larutan diatas kasa dan panaskan dengan pemanas spiritus

3. *Cara memanaskan zat dalam tabung reaksi*

- jepit tabung reaksi yang berisi larutan dengan penjepit kayu/besi,
- panaskan dengan nyala api spiritus, api pemanas hendaknya terletak pada bagian atas larutan
- goyangkan tabung reaksi agar pemanasan merata
- arahkan mulut tabung reaksi pada tempat yang aman agar percikannya tidak melukai orang lain maupun diri sendiri

4. *Cara menyaring endapan*



Gambar 2. Cara Menyaring

- gunakan kertas saring yang dibentuk seperti gambar disamping
- saringlah sedikit demi sedikit, kira-kira banyaknya larutan adalah sepertiga tinggi kertas

5. *Cara mencuci endapan pada kertas saring.* Arahkan aliran air dari sebuah botol pencuci pertama-tama di sekitar pinggir atas kertas saring menyusul gerakan spiral (memutar ke arah

dalam) menuju endapan dan tiap pencucian kertas saring terisi antara separuh sampai dua pertiganya

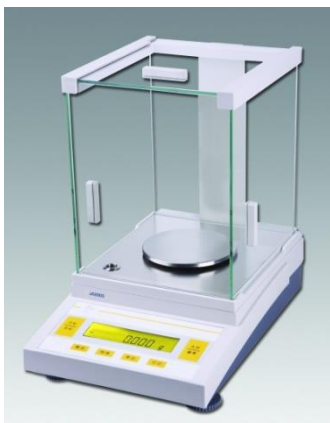
6. *Cara reaksi kristal dengan mikroskop.* 1 tetes larutan *sampel pada objek glass, tambahkan 1 tetes pereaksi, tutup dengan deck glass.* Tempatkan pada mikroskop, atur perbesaran hingga gambar kristal terlihat jelas.

B. Teknik Analisis Kuantitatif

1. Penimbangan

a. Neraca Analitik Digital

Neraca analitik merupakan alat yang digunakan dalam analisis untuk penentuan bobot



suatu bahan. Pengukuran dengan neraca analitik digital memiliki ketelitian tinggi, skala kecil/mikro (biasanya hingga 4 desimal 0,0001 gram). Neraca ini dibedakan menjadi empat berdasarkan ketelitiannya :

1. Timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg
2. Timbangan semi mikro dengan ketelitian 0,01 mg
3. Timbangan mikro dengan ketelitian 0,001 mg
4. Timbangan ultra mikro dengan ketelitian, 0,0001 mg

Gambar 3. Neraca Analitik Digital

b. Prosedur Pengoperasian

1. Disiapkan timbangan analitik dalam kondisi seimbang atau water pass (atur sekrup pada kaki neraca sehingga gelembung air di water pass tepat berada di tengah).
2. Neraca dibersihkan dengan menggunakan kuas terutama piringan neraca dan seluruh timbangan
3. Tancapkan stop kontak pada stavolt.
4. Tekan tombol On (tunggu hingga muncul angka 0,0000g)
5. Masukkan alas bahan (gelas arloji, kertas atau benda tipis).
6. Tutup kaca neraca analitik dan tekan tombol zero
7. Buka kaca dan masukkan bahan yang akan ditimbang
8. Tutup kaca dan tunggu hingga angka di layar monitor neraca analitik tidak berubah
9. Ambil bahan yang telah ditimbang kemudian matikan neraca (tekan tombol Off)
10. Lepaskan stop kontak dari stavolt
11. Bersihkan kembali ruang dalam neraca analitik dengan menggunakan kuas.

c. Pengontrolan Neraca

Timbangan/Neraca dikontrol dengan menggunakan anak timbangan yang sudah terpasang atau dengandua anak timbangan eksternal, misal 10 gr dan 100 gr. Timbangan/Neraca elektronik harus menunggu30 menit untuk mengatur temperatur. Jika menggunakan timbangan yang sangat sensitif hanya dapatbekerja pada batas temperatur yang ditetapkan. Timbangan harus terhindar dari gerakan (angin)sebelum menimbang angka ' nol ' harus dicek dan jika perlu lakukan koreksi. Penyimpangan berat dicatatpada lembar/kartu kontrol, dimana pada lembar tersebut tercantum pula berapa kali timbangan harusdicek. Jika timbangan tidak dapat digunakan sama sekali maka timbangan harus diperbaiki.

d. Proses Pengukuran

Proses penimbangan menggunakan neraca digital perlu diperhatikan beberapa hal berikut :

1. Pastikan bahwa timbangan sudah menyala.
2. Pastikan timbangan menunjukkan angka ' nol '(jika tidak perlu di koreksi).
3. Letakkan benda yang massanya akan diukur pada piringan tempat benda.
4. Baca skala yang tertera pada display digital sesuai skala satuan timbangan tersebut.
5. Untuk pengukuran yang sensitivitasnya tinggi perlu menunggu 30 menit, karena hanya dapat bekerjapada batas temperatur yang ditetapkan.

e. Jenis Penimbangan



Gambar 4. Cara Menimbang

Penimbangan. Gunakan sendok untuk mengambil zat yang akan ditimbang. Pilih timbangan yang tepat sesuai kapasitasnya. Jangan menimbang zat melebihi kapasitas maksimal timbangan yang digunakan. Catat hasil timbangan. Perhatikan contoh perintah penimbangan berikut:

* “*Timbang dengan saksama...*” artinya: deviasi penimbangan tidak boleh lebih dari 0,1% dari jumlah yang ditimbang. Misalnya dengan pernyataan timbang seksama 500 mg, berarti batas kesalahan penimbangan tidak boleh lebih dari 0,5 mg. Oleh karena itu, penimbangan harus dilakukan dengan neraca analitik kepekaan minimal 0,5 mg. Penimbangan saksama dapat juga dinyatakan dengan menambahkan angka 0 dibelakang koma pada akhir bilangan bersangkutan. Misalnya, dengan pernyataan timbang 200,0 mg dimaksudkan bahwa penimbangan harus dilakukan dengan saksama

* “Timbang lebih kurang...” artinya: jumlah yang harus ditimbang tidak boleh kurang dari 90% dan tidak boleh lebih dari 110% dari jumlah yang harus ditimbang.

Menimbang teliti atau seksama ada dua cara yaitu :

a) Menimbang Langsung

Cara menimbang langsung

- berat botol timbang kosong = 10.2368 g

- berat botol timbang + zat = 10.8796 g -

→ berat zat = 0.6428 g

b) Menimbang tidak langsung

Cara menimbang tidak langsung

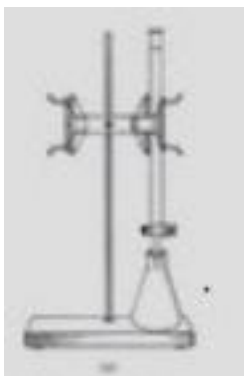
- berat botol timbang + zat = 12.3456 g

- berat botol timbang + sisa zat setelah dituang ke beaker glass = 11.6952 g -

→ berat zat = 0.6504 g

2. *Pengukuran*. Pengukuran volume larutan bisa menggunakan gelas ukur, kecuali jika dinyatakan perintah “ukur dengan saksama...”, dimaksudkan bahwa pengukuran dilakukan dengan memakai pipet standar dan harus digunakan sedemikian rupa sehingga kesalahannya tidak melebihi batas yang ditetapkan. Penggunaan pipet dapat diganti dengan buret yang sesuai dan memenuhi standar. Pengukuran saksama dapat juga dinyatakan dengan menambahkan angka 0 di belakang angka koma terakhir bilangan yang bersangkutan. Misalnya dengan pernyataan pipet 10,0 ml atau ukur 10,0 ml dimaksudkan bahwa pengukuran harus dilakukan dengan saksama.

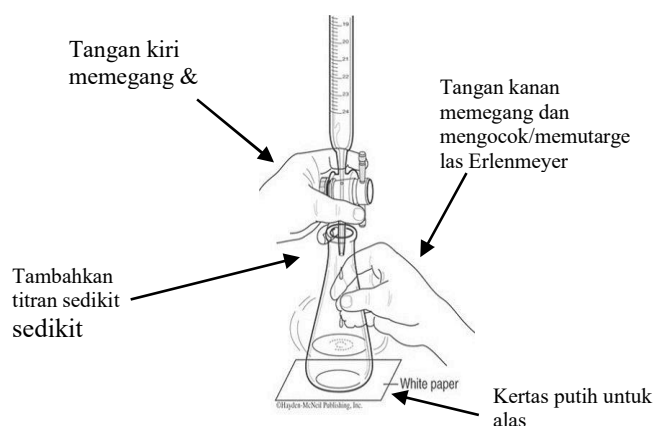
3. *Penggunaan buret*



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

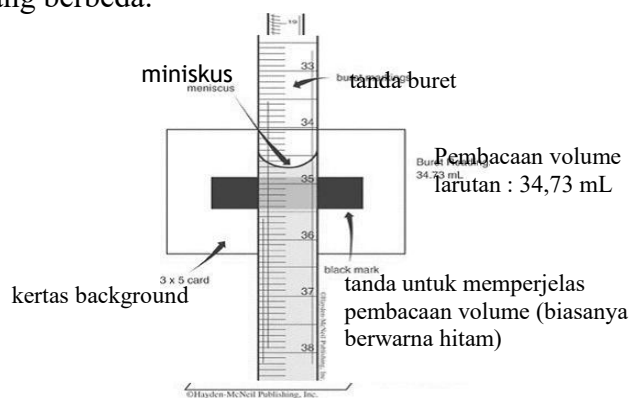
- Masukkan zat kimia yang akan digunakan ke dalam buret tersebut dengan menggunakan corong. Lakukan pengisian sampai seluruh bagian buret terisi (perhatikan bagian bawahnya !) dan tidak terdapat gelembung gas pada buret.

4. *Pemilihan buret.* Lakukan titrasi orientasi terlebih dahulu menggunakan buret kapasitas 50,0 ml. Untuk selanjutnya, pada titrasi replikasi pemilihan buret harus berdasarkan ketentuan: Volume terukur yang teliti adalah sebanyak 30 – 70% dari kapasitas buret. Jadi, jika dari hasil orientasi didapat volume titrasi 10,0 ml, maka titrasi selanjutnya gantilah dengan buret kapasitas 25,0 ml
5. *Cara titrasi.* Zat yang akan dititrasi disebut sebagai **titrat** (ditampung dalam erlenmeyer), sedangkan larutan yang digunakan untuk menitrasi disebut sebagai **titran** (dimasukkan ke dalam buret). Posisi tangan pada saat titrasi ditunjukkan seperti gambar dibawah.



Gambar 5. Cara Titrasi

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



Gambar 6. Cara Membaca Buret

7. *Penetapan dalam duplo.* Lakukan penetapan paling sedikit dua kali. Jika kesesuaian hasilnya lebih dari 0,4 hasil tersebut tidak dapat dirata-rata. Jika digunakan volume larutan sampel yang sama, maka pembacaan buret tidak boleh berselisih lebih dari 0,05 ml. Jika syarat-syarat ini tidak tercapai, maka harus dilakukan titrasi ulang sampai diperoleh selisih yang tidak lebih dari 0,05 ml.
8. *Penulisan angka penting*

Angka penting adalah semua digit dalam suatu bilangan (diperoleh dari pengukuran) yang bersifat pasti plus satu yang mengandung suatu ketidakpastian (perkiraan). Penulisan angka hasil pengukuran, pada hakekatnya berkaitan dengan ketelitian alat yang dipakai. Cara penulisan angka penting mengikuti kaidah sebagai berikut :

- a. Secara umum, penulisan hasil pengukuran hanya terdapat satu angka yang harganya tak tentu (*uncertain*), yaitu angka terakhir.
Contoh : penulisan hasil pembacaan buret makro dengan skala terkecil 0,1 ml seharusnya ditulis dua desimal, misalnya 12,65 ml. Angka 5 merupakan angka tidak pasti karena terletak antara 12,60-12,70 ml.
- b. Banyaknya desimal hasil penjumlahan atau pengurangan sama dengan faktor yang mengandung desimal paling sedikit.
- c. Banyaknya desimal hasil perkalian atau pembagian sama dengan satu angka lebih banyak daripada yang terdapat pada faktor yang mengandung desimal paling sedikit.
- d. Penulisan hasil akhir yang memerlukan pembulatan angka desimal, maka angka desimal 5 atau lebih dibulatkan ke atas, sedangkan angka desimal < 5 dibulatkan ke bawah

PERCOBAAN I : ANALISIS KUALITATIF KATION

I. ANALISIS UNSUR GOLONGAN I (Ag^+ , Hg^+)

A. Analisis terhadap ion Ag^+ (AgNO_3)

1. Larutan sampel + asam klorida P \Rightarrow endapan putih (mudah larut dalam amonium hidroksida 6 N, tidak larut dalam asam nitrat P) (Anonim, 1979; Anonim, 1995).
2. Larutan sampel + 1 tetes amonia \Rightarrow endapan putih yang cepat berubah menjadi coklat (dapat larut dalam amonia berlebih).
3. Larutan sampel + amonium hidroksida 6 N dan sedikit formaldehida LP, hangatkan \Rightarrow cermin logam perak pada dinding tabung (Anonim, 1995).
4. Larutan sampel + larutan kalium kromat P \Rightarrow endapan merah (larut dalam asam nitrat P) (Anonim, 1979).
5. Larutan sampel + larutan KI \Rightarrow endapan kuning (praktis tidak larut dalam ammonia, larut dalam natrium thiosulfat).

B. Analisis terhadap ion Hg^+ (HgCl)

1. Larutan sampel + larutan NaOH 1 N \Rightarrow endapan hitam (Anonim, 1995).
2. Larutan sampel + asam klorida P \Rightarrow endapan putih, + amonium hidroksida 6 N \Rightarrow menjadi hitam (Anonim, 1995).
3. Larutan sampel + larutan KI P \Rightarrow endapan kuning, diamkan \Rightarrow menjadi hijau (Anonim, 1979).
4. Larutan sampel + larutan natrium karbonat \Rightarrow endapan kuning yang kemudian berubah menjadi abu-abu.
5. Larutan sampel + larutan kalium kromat netral, panaskan \Rightarrow endapan merah.

II. ANALISIS UNSUR GOLONGAN II (Hg^{2+} , Cu^{2+})

A. Analisis terhadap ion Hg^{2+}

1. Larutan sampel + larutan NaOH 1 N \Rightarrow endapan kuning (Anonim, 1995).
2. Larutan netral sampel + larutan KI P \Rightarrow endapan merah tua (sangat mudah larut dalam pereaksi berlebih) (Anonim, 1979).

3. Larutan sampel + larutan natrium karbonat \Rightarrow endapan coklat merah, didihkan \Rightarrow menjadi kuning.
4. Ke dalam larutan sampel dicelupkan logam Cu atau Fe \Rightarrow endapan abu-abu.
5. Larutan sampel + larutan kalium kromat netral \Rightarrow endapan kuning, panaskan \Rightarrow menjadi merah.

B. Analisis terhadap ion Cu^{2+}

1. Larutan sampel diasamkan dengan HCl P \Rightarrow lapisan tipis merah logam tembaga pada permukaan logam besi yang mengkilap (Anonim, 1995).
2. *Larutan sampel + larutan NaOH \Rightarrow endapan biru, panaskan \Rightarrow menjadi merah bata.*
3. *Larutan sampel + sedikit amonia \Rightarrow endapan hijau, + amonia berlebih \Rightarrow larut dan larutannya berwarna biru intensif.*
4. *Larutan sampel + larutan kalium ferrosianida \Rightarrow endapan merah coklat (larut dalam amonia dan larutannya berwarna biru).*
5. Larutan sampel + larutan KI \Rightarrow endapan putih dan larutannya agak kuning.

III. ANALISIS UNSUR GOLONGAN III (Al^{3+} , Fe^{3+})

A. Analisis terhadap ion Al^{3+}

1. Larutan sampel + amonia \Rightarrow endapan koloidal.
2. Larutan sampel + larutan natrium karbonat \Rightarrow endapan (larut dalam pereaksi berlebih).
3. Larutan sampel + larutan natrium fosfat \Rightarrow endapan putih koloidal.
4. Larutan sampel + larutan KOH \Rightarrow endapan putih (larut dalam pereaksi KOH berlebih).
5. Larutan sampel di dalam drupelplat + larutan NaOH hingga timbul endapan putih, + pereaksi alizarin-s \Rightarrow warna ungu, + asam asetat sampai warna ungu tepat hilang + 1 tetes asam asetat \Rightarrow endapan merah.

B. Analisis terhadap ion Fe^{3+}

1. Larutan sampel + larutan NaOH \Rightarrow endapan coklat (larut dalam asam).
2. Larutan sampel + larutan kalium ferrosianida \Rightarrow endapan biru.
3. Larutan sampel + larutan kalium asetat \Rightarrow coklat, panaskan \Rightarrow endapan.

4. Larutan sampel + larutan natrium fosfat \Rightarrow endapan putih kekuningan (tidak larut dalam asam asetat).

IV. ANALISIS UNSUR GOLONGAN IV (Ca^{2+} , Ba^{2+})

A. Analisis terhadap ion Ca^{2+}

1. Larutan sampel + larutan amonium karbonat \Rightarrow endapan amorf, didihkan \Rightarrow menghablur.
 2. Larutan sampel dibuat alkalis dengan NH_4OH dan NH_4Cl , + amonium oksalat \Rightarrow endapan (tidak larut dalam asam asetat, larut dalam asam mineral).
 3. Larutan sampel yang dibuat sedikit basa + larutan kalium kromat \Rightarrow endapan kekuningan (larut dalam asam mineral encer).
4. Larutan sampel + asam sulfat encer \Rightarrow endapan putih.

B. Analisis terhadap ion Ba^{2+}

1. Larutan sampel + asam sulfat encer \Rightarrow endapan putih (tidak larut dalam asam klorida P dan dalam asam nitrat P) (Anonim, 1974).
2. Larutan sampel + larutan kalium kromat \Rightarrow endapan kuning (larut dalam asam mineral, tidak larut dalam asam asetat).
3. Larutan sampel + amonium oksalat \Rightarrow endapan putih (larut dalam asam asetat).
4. Larutan sampel + amonium karbonat \Rightarrow endapan putih (larut dalam asam encer).
5. Larutan sampel menimbulkan warna hijau kekuningan dalam nyala api yang tidak berwarna dan jika dilihat dengan kaca hijau, nyala berwarna biru (Anonim, 1974).

V. ANALISIS UNSUR GOLONGAN V (Mg^{2+} , Na^+ , K^+)

A. Analisis terhadap ion Mg^{2+}

1. Larutan sampel + larutan NaOH \Rightarrow endapan putih (mudah larut dalam larutan amonium klorida, tidak larut dalam pereaksi berlebih) (Anonim, 1974).
2. Larutan sampel + amonium karbonat \Rightarrow endapan putih (larut dalam asam).

B. Analisis terhadap ion Na^+

1. Larutan sampel menimbulkan warna kuning intensif dalam nyala api yang tidak berwarna (Anonim, 1995).
2. Larutan sampel + Zn uranil asetat \Rightarrow kristal berbentuk intan.
3. Larutan sampel diasamkan dengan asam asetat encer dan disaring jika perlu, + Zn uranil asetat \Rightarrow endapan hablur kuning (Anonim, 1974).

C. Analisis terhadap ion K^+

1. Larutan sampel menimbulkan warna ungu dalam nyala api yang tidak berwarna (Anonim, 1995).
2. Larutan sampel + asam perklorat \Rightarrow endapan putih.
3. Larutan sampel + asam tartrat \Rightarrow endapan putih.
4. Larutan sampel + larutan natrium kobaltnitrit \Rightarrow endapan kuning.

PERCOBAAN II : ANALISIS KUALITATIF ANION

A. Analisis terhadap ion Cl^-

1. Larutan sampel + larutan perak nitrat \Rightarrow endapan putih (tidak larut dalam asam nitrat P, larut dalam amonium hidroksida 6 N sedikit berlebih) (Anonim, 1995).
2. Larutan sampel + larutan timbal asetat \Rightarrow endapan putih.

B. Analisis terhadap ion Br^-

1. Larutan sampel + perak nitrat \Rightarrow endapan putih kekuningan yang tidak larut dalam asam nitrat P dan sedikit larut dalam amonium hidroksida 6 N (Anonim, 1995).
2. Larutan sampel + asam sulfat pekat + kloroform \Rightarrow perubahan warna pada lapisan kloroform.
3. Larutan sampel + asam sulfat encer \Rightarrow tidak timbul gas, panaskan \Rightarrow gas coklat kuning.

C. Analisis terhadap ion I^-

1. Larutan sampel + larutan perak nitrat \Rightarrow endapan kuning (tidak larut dalam asam nitrat dan dalam ammonium hidroksida 6 N) (Anonim, 1995).
2. Larutan sampel + air klor setetes demi setetes \Rightarrow larutan kuning hingga merah, kocok dengan kloroform \Rightarrow lapisan kloroform menjadi ungu (Anonim, 1995).
3. Larutan sampel + asam sulfat pekat + kloroform \Rightarrow perubahan warna pada lapisan kloroform.

D. Analisis terhadap ion NO_2^-

1. Larutan sampel + asam mineral encer atau asam asetat 6 N \Rightarrow asap merah kecoklatan (Anonim, 1995).
2. Larutan sampel ditetaskan pada kertas kanji iodida \Rightarrow biru.
3. Larutan sampel + larutan KI, asamkan dengan asam sulfat, + kloroform \Rightarrow lapisan kloroform berwarna ungu.

E. Analisis terhadap ion CO_3^{2-}

1. Larutan sampel + asam \Rightarrow gelembung gas tidak berwarna, alirkan ke dalam larutan kalsium hidroksida LP \Rightarrow endapan putih (Anonim, 1995).
2. Larutan sampel + larutan perak nitrat \Rightarrow endapan putih, + larutan perak nitrat berlebih \Rightarrow kuning.
3. Larutan dingin sampel + fenolftalein LP \Rightarrow merah, sedangkan pada larutan dingin bikarbonat tidak terjadi perubahan warna atau hanya sedikit berwarna (Anonim, 1995).

F. Analisis terhadap ion BO_3^{2-}

1. Larutan sampel + larutan perak nitrat \Rightarrow endapan putih, panaskan \Rightarrow endapan hitam.
2. Larutan sampel + asam sulfat P dan methanol P, bakar \Rightarrow nyala api bertepi hijau (Anonim, 1995).
3. Larutan sampel + barium klorida jenuh \Rightarrow endapan putih.

PERCOBAAN III : ANALISIS KUALITATIF SENYAWA OBAT

Asam mefenamat

1. Zat + H_2SO_4 , panaskan sebentar \Rightarrow fluoresensi putih-biru, dinginkan, + 1 tetes $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N \Rightarrow warna kuat yang cepat menjadi hijau-biru (Auterhoff, 1987).
2. Lima mg zat dilarutkan dalam 1 ml etanol + 2 tetes $FeCl_3$ 1% \Rightarrow ungu (Auterhoff, 1987).
3. Reaksi Vitali-Morin \Rightarrow merah tua.
Cara uji : 5 mg zat + 0,5 ml Asam nitrat berasap, uapkan dengan tangas air sampai kering \Rightarrow kuning, dinginkan, larutkan dengan 5 ml aseton, tetesi 1ml KOH 0,1N-etanol sampai timbul warna \Rightarrow merah tua atau merah darah (Auterhoff, 1987).
Larutan KOH-etanol : larutan KOH 10% dalam etanol 95% (Anonim, 1979).

Asam asetilsalisilat

1. a. Lima mg zat dilarutkan dalam 1 ml air + 2 tetes $FeCl_3$ 1%, panaskan sebentar, dinginkan \Rightarrow ungu (Auterhoff, 1987).
b. Sama dengan cara a tapi menggunakan larutan $FeCl_3$ 5% (Anonim, 1979).
2. Zat dipanaskan dengan air selama beberapa menit, dinginkan, + 1-2 tetes $FeCl_3$ (9 g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ /100 ml air) \Rightarrow merah-ungu (Anonim, 1995).
3. Pada pemanasan zat dengan 2 ml metanol dan 2 ml H_2SO_4 pekat \Rightarrow bau etilasetat (Auterhoff, 1987).
4. Dengan pereaksi Frohde \Rightarrow biru-ungu (Auterhoff, 1987).
Pereaksi Frohde : 0,10 g Amonium molibdat/10 ml H_2SO_4 pekat (Auterhoff, 1987).
5. Didihkan 200 mg zat dengan 4 ml NaOH 8% selama 3 menit, dinginkan, + 5 ml H_2SO_4 encer \Rightarrow hablur putih asam salisilat, saring. Panaskan filtrat dengan etanol 95% dan 2 ml H_2SO_4 pekat \Rightarrow bau etil asetat (Anonim, 1979).
 H_2SO_4 encer : 104 g H_2SO_4 pekat + 896 g air, dinginkan (Anonim, 1979).

Antalgin

1. Tiga ml larutan zat 10% dalam air + 1–2 ml HCl encer + 1 ml FeCl₃ 10% ⇒ biru ⇒ merah ⇒ tidak berwarna (Anonim, 1979).
2. Tiga ml larutan zat 10% (dalam air) + 1–2 ml HCl 10% + 1 ml FeCl₃ 5% ⇒ biru, biarkan ⇒ merah, biarkan ⇒ tidak berwarna (Anonim, 1995).
3. Panaskan 2 ml larutan zat 10% dalam air yang telah diasamkan dengan HCl encer ⇒ gas belerang oksida (Anonim, 1979).
HCl encer : 20 g atau 17 ml HCl pekat + 100 ml air (Anonim, 1979).
4. Satu ml larutan 4% di dalam tabung reaksi + 1 ml larutan AgNO₃ ⇒ ungu dengan endapan perakmetalik (memakai mikroskop dengan medan gelap).

Asam salisilat

1. Lima mg zat dalam 1 ml air + 2 tetes FeCl₃ 1% ⇒ ungu (Auterhoff, 1987).
2. Tambahkan FeCl₃ (9 g FeCl₃.6H₂O/100 ml air) ke dalam larutan encer ⇒ ungu (Anonim, 1995).
3. Satu mg zat + 3–4 tetes H₂SO₄ pekat + 2 ml metanol, panaskan perlahan ⇒ bau khas metil salisilat (gondopuro). Bau akan lebih jelas bila diencerkan dengan air.
4. Zat + H₂SO₄ pekat dan metanol, panaskan ⇒ bau khas metil salisilat (Auterhoff, 1987).

Ampisilin

1. Sepuluh mg zat + 1 ml air + 2 ml pereaksi Fehling encer (2:6) ⇒ ungu (fuhsin) (Auterhoff, 1987).
2. Reaksi asam hidroksamat ⇒ ungu–merah kotor (Auterhoff, 1987).
Cara uji I : 15 mg zat dalam 3 ml NaOH N + 0,3 g hidroksilamin HCl, biarkan 5 menit, asamkan dengan beberapa tetes HCl 6N, + 1 ml FeCl₃ 1% ⇒ ungu-merah kotor (Auterhoff, 1987).
Cara uji II : 50 mg zat + 1 ml hidroksilamin klorida 7% dalam metanol yang mengandung timolftalein 0,02%, + KOH 2N dalam metanol sampai biru, + 5 tetes basa (berlebih), dididihkan sebentar, dinginkan, + HCl 3 N sampai warna biru hilang, + beberapa tetes FeCl₃ 10% dan HCl berlebih ⇒ merah (Auterhoff, 1987)

3. Larutan 5 mg zat dalam air + 10 mg hidroksilamin HCl + 1 ml NaOH 10%, diamkan 5 menit, + 1,3 ml HCl encer + 10 tetes FeCl₃ ⇒ merah violet hingga coklat violet.
4. Satu mg zat ditambahkan ke dalam larutan 10 mg paraformaldehid dalam 1 ml H₂SO₄ pekat ⇒ tidak berwarna, hangatkan pada tangas air 2 menit, dinginkan ⇒ kuning.
5. Reaksi Iod-azida ⇒ positif (Auterhoff, 1987).

Cara uji : 2 ml larutan I₂ 0,003N (3 ml I₂ 0,1N + 100 ml air) + beberapa tetes larutan kanji dan 100 mg Na-azida padat ⇒ biru, + 50 mg zat, kocok ⇒ warna biru hilang atau larutan jadi jernih dan tampak gelembung-gelembung nitrogen (Auterhoff, 1987).

Larutan kanji : 1 g kanji/100 ml air + 10 mg HgCl₂ (Auterhoff, 1987).

6. Campur 2 mg zat dengan 2 mg Na-kromotropat dan 2 ml H₂SO₄ pekat, panaskan pada 150°C, kocok ⇒ ungu setelah 2 menit, kehitaman setelah 4 menit (Anonim, 1979).
7. Suspensikan 10 mg zat dengan 1 ml air, + 2 ml larutan K-tembaga(II)tartrat + 6 ml air ⇒ violet (Anonim, 1979)

Larutan K-tembaga(II)tartrat adalah campuran sama banyak larutan A dan B.

Larutan A : larutkan 34,64 g Cu(II)SO₄ dalam campuran 0,5 ml H₂SO₄ dan air secukupnya, hingga 500 ml (dibuat segar).

Larutan B : larutkan 176 g K-Na-tartrat dan 77 g NaOH dalam air secukupnya, hingga 500 ml (dibuat segar) (Anonim, 1979).

Asam askorbat

1. Dua ml larutan zat 2% + 2 ml air + 100 mg NaHCO₃ + 20 mg ferro sulfat, kocok, biarkan ⇒ ungu, + H₂SO₄ encer ⇒ warna jadi hilang.
2. Lima mg zat dalam 1 ml air, netralkan (pH 6-8) dengan NaHCO₃ + 2 tetes FeCl₃ 1% ⇒ ungu, bila perlu, + 1 ml larutan metanol-piridin 10% (Auterhoff, 1987).
Jumlah NaHCO₃ yang dipakai, dapat merujuk cara 1.
3. Larutan 5 mg zat dalam 5 ml air mereduksi (menghilangkan warna) dalam keadaan dingin pereaksi Fehling dan larutan KMnO₄ 1% (Auterhoff, 1987; Anonim, 1979).
4. Larutan (1 dalam 50) mereduksi larutan Fehling secara perlahan-lahan pada suhu kamar, tetapi lebih cepat bila dipanaskan (Anonim, 1995).

Larutan Fehling adalah campuran sama banyak larutan Fehling A dan B, beberapa saat sebelum digunakan.

Fehling A : larutkan 34,64 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dalam campuran 0,5 ml H_2SO_4 dan air secukupnya, hingga 500 ml.

Fehling B : larutkan 176 g K-Na-tartrat. $4\text{H}_2\text{O}$, 77 g NaOH dalam air secukupnya, hingga 500 ml (Anonim, 1979; Anonim, 1995).

5. Dengan fenilhidrazin \Rightarrow kristal osazon.
6. Larutan zat 2% mereduksi perlahan-lahan larutan kalium tembaga(II)tartrat (Fehling) dan jika dipanaskan reduksi berlangsung lebih cepat (Anonim, 1979).
7. Pada 2 ml larutan zat 2% + 4 tetes larutan biru metilen, hangatkan pada $40^\circ\text{C} \Rightarrow$ warna biru tua menjadi biru muda atau hilang dalam 3 menit (Anonim, 1979; Anonim, 1995).
Larutan biru metilen : Larutkan 125 mg biru metilen dalam 100 ml etanol 95%, + air hingga 250 ml (Anonim, 1979).

Fenil butazon

1. Sepuluh mg zat + 1 ml asam asetat + 2 ml HCl 3N, panaskan 30 menit dalam air mendidih, dinginkan, + 10 ml air + 2 ml pereaksi Diazo I \Rightarrow larutan keruh berwarna hijau-kuning.
Kepada 1 ml larutan keruh + 1-2 tetes Pereaksi Diazo II \Rightarrow endapan coklat-merah.
Percobaan diulangi tanpa pemanasan, pada penambahan Diazo I \Rightarrow tidak terbentuk warna kuning, dan setelah penambahan Diazo II \Rightarrow tidak terbentuk endapan (Auterhoff, 1987).
Diazo I : 10 g Na-nitrit/100 ml air
Diazo II : 0,25 g Beta-naftol/100 ml NaOH 3N (Auterhoff, 1987).
2. Seratus mg zat + 1 ml asam asetat glasial + 2 ml HCl pekat, panaskan 30 menit pada tangas air, dinginkan, + 1 ml air, saring, + 3 tetes larutan $\text{NaNO}_2 \Rightarrow$ kuning.
Ke dalam 1 ml larutan kuning + 5 ml larutan Beta-naftol \Rightarrow endapan merah kecoklatan yang larut etanol dan terjadi larutan merah.
Larutan Beta-naftol : 5 g Beta-naftol dalam 8 ml NaOH 20% + 20 ml air (Anonim, 1979).
3. Satu mg zat dilarutkan dalam 0,1 ml amoniak 6 N dan 1 ml air, + 2-3 tetes larutan 4-aminoantipirin 1% + 2 tetes kalium heksasianoferat (III) 2% dan asamkan dengan HCl 3 N \Rightarrow endapan kristal putih (tidak larut dalam asam mineral, larut dalam aseton dan piridin) (Auterhoff, 1987).

Kloramfenikol

1. Zat + HCl pekat + serbuk seng, panaskan, dinginkan, + 2 tetes pDAB HCl \Rightarrow orange.
2. Lima tetes larutan zat dalam aseton + 2 tetes air, biarkan \Rightarrow kristal diamati di bawah mikroskop.
Satu g Kloramphenikol larut dalam 2,5 ml aseton (Anonim, 1979).
3. Sepuluh mg zat + 2 g NaOH + 3 ml air, dididihkan \Rightarrow kuning kuat (Auterhoff, 1987)
4. Limapuluh mg zat dilarutkan dalam 3 ml etanol 70%, + 7 ml air dan 200 mg serbuk seng.
Panaskan pada tangas air selama 10 menit, saring.
Dua ml filtrat + 2 tetes benzoil klorida, kocok 1 menit, + 3 tetes FeCl₃ 1% \Rightarrow merah ungu pekat.
Dua ml filtrat lain + 3 tetes HCl encer + 3 tetes larutan NaNO₂ 10% + 5 tetes larutan 10 mg Beta-naftol dalam 5 ml NaOH 15% \Rightarrow merah jingga.
Filtrat yang diasamkan dengan HNO₃, + AgNO₃ \Rightarrow endapan AgCl (Auterhoff, 1987).
5. Panaskan 50 mg zat dengan 2 ml larutan KOH-etanol dalam tabung kimia bertutup pada tangas air selama 15 menit. Larutannya menunjukkan reaksi positif terhadap klorida (Anonim, 1979).
Cara uji klorida : larutan zat + larutan AgNO₃ 5% \Rightarrow endapan putih tidak larut HNO₃, tapi larut amoniak encer setelah sebelumnya dicuci dengan air dan membentuk endapan kembali bila ditambah HNO₃ (Anonim, 1979).
Larutan KOH-etanol : larutan KOH 10% dalam etanol 95% (Anonim, 1979).
Amoniak encer : 375 ml ammonia + air secukupnya, hingga 1000 ml (Anonim, 1979).

Parasetamol

1. Lima mg zat dalam 1 ml air + 2 tetes Reaksi FeCl₃ 10% \Rightarrow biru-ungu muda (Auterhoff, 1987).
2. Seratus mg zat dalam 10 ml air + 0,05 ml FeCl₃ 5% \Rightarrow biru-violet (Anonim, 1979)
3. Limapuluh mg zat + 1 ml HCl 3 N, panaskan 5 menit, dibagi 2 :
 - a. Larutan 1 : + 2 tetes pereaksi Diazo I, saring, filtrat + pereaksi Diazo II \Rightarrow jingga-merah.
 - b. Larutan 2 : + 5 ml air + beberapa tetes K₂Cr₂O₇ 0,1N \Rightarrow ungu yang tidak boleh berubah jadi merah (Auterhoff, 1987).
4. Mereduksi pereaksi Tollens (Auterhoff, 1987).
Tollens : 10 ml AgNO₃ 5 % + 1,5 ml NaOH 3N, endapan yang terjadi dilarutkan dengan 10 ml NH₃ 6N (Auterhoff, 1987).

5. Sepuluh mg zat dilarutkan dalam 1 ml NaOH 3 N, panaskan, dinginkan, + campuran sama banyak larutan asam sulfanilat dan larutan NaNO₂ 10% ⇒ merah (Auterhoff, 1987).

Larutan asam sulfanilat : 0,5 g asam sulfanilat digerus halus, dilarutkan dalam 70 ml air tanpa pemanasan. Larutan direaksikan dengan 6 ml HCl 6 N, + air sampai 100 ml (Auterhoff, 1987).

6. Didihkan 100 mg zat dengan 1 ml HCl pekat selama 3 menit, + 10 ml air, dinginkan ⇒ tidak terjadi endapan, + 0,05 ml K₂Cr₂O₇ 0,1N ⇒ perlahan-lahan violet yang tidak berubah menjadi merah (Anonim, 1979).

Piridoksin hidroklorida

1. Lima mg zat dalam 1 ml air + 2 tetes FeCl₃ 10% ⇒ merah (Auterhoff, 1987).
2. Larutan 50 mg zat dalam 1 ml air + 1 tetes larutan CuSO₄ 2% + 1 ml NaOH 3 N ⇒ biru-ungu (Auterhoff, 1987).
3. Ke dalam campuran 2 ml larutan asam sulfanilat terdiazotasi dan 1 ml NaOH 3 N, + 5 mg zat □ kuning tua sampai jingga, + 2 ml asam asetat 3 N ⇒ merah (Auterhoff, 1987).

Larutan asam sulfanilat terdiazotasi : Campuran sama banyak larutan asam sulfanilat dan larutan NaNO₂ 10% (Auterhoff, 1987).

4. Pada 2 ml larutan zat 0,5 % + 0,5 ml larutan asam fosfowolframat ⇒ endapan putih (Anonim, 1979).

Larutan asam fosfowolframat : Larutkan 25 g Na-wolframat dalam 175 ml air + 18,75 ml H₃PO₄ + air sampai 250 ml (Anonim, 1979).

5. Menunjukkan reaksi positif terhadap klorida (Anonim, 1979).
Cara uji ⇒ lihat pada kloramphenikol
6. Satu mg zat dilarutkan dalam 10 ml air. Ke dalam 1 ml larutan + 1 ml larutan diklorokinonklorimida 0,004% dalam etanol mutlak + 1 tetes amoniak 6 N ⇒ biru.
Ke dalam 1 ml larutan lain + larutan asam borat 3 % + 1 ml larutan diklor-kinonklorimida 0,004% dalam etanol mutlak + 1 tetes amoniak 6 N ⇒ tidak berwarna biru (Auterhoff, 1987).

Riboflavin

1. Serbuk hablur, kuning-kuning jingga; bau lemah.
2. Larutan 1 mg dalam 100 ml air dalam tabung reaksi dilihat dengan cahaya yang diteruskan ⇒ larutan berwarna kuning pucat kehijauan, berfluoresensi hijau kekuningan intensif, + beberapa

tetes asam mineral (HCl 3 N) atau alkali (NaOH 3 N) \Rightarrow fluoresensi hilang (Anonim, 1979; Anonim, 1995; Auterhoff, 1987).

3. Satu mg zat + 1 ml larutan AgNO₃ 5%, diamkan beberapa menit \Rightarrow merah, diamkan lebih lama \Rightarrow endapan merah (Auterhoff, 1987).
4. Sepuluh mg zat dilarutkan dalam 5 ml H₂SO₄ pekat \Rightarrow merah (Auterhoff, 1987).

Sulfanilamid

1. Larutkan 100 mg zat dalam 2 ml HCl encer, jika perlu panaskan, dinginkan dalam es, + 4 ml larutan Na-nitrit 1%, tuangkan pada 2 ml larutan naftol yang mengandung 1 g Na-asetat \Rightarrow endapan berwarna (Anonim, 1979).
Larutan Beta-naftol : 5 g Beta-naftol dalam 8 ml NaOH dan 20 ml air (Anonim, 1979).
2. Uji sulfur \Rightarrow positif (Auterhoff, 1987).
Cara uji : 50 mg zat + 1 ml H₂O₂ 30% + 2 tetes FeCl₃ 10%, dinginkan, encerkan dengan air, + 1 ml HCl 3N + 1 ml larutan BaCl₂ 5% \Rightarrow endapan putih BaSO₄ (Auterhoff, 1987).
3. Pada kaca objek, zat dilarutkan dengan 1–2 tetes HCl 0,5 N + 1 tetes asam pikrat, biarkan beberapa saat, amati kristalnya di bawah mikroskop.
4. Panaskan 10 mg zat dalam tabung kering \Rightarrow biru-violet intensif, panaskan terus \Rightarrow bau amoniak dan anilin (Anonim, 1979).
5. Zat + pDAB HCl \Rightarrow kuning tua.
6. Reaksi batang korek api \Rightarrow jingga intensif sampai kuning jingga.
Cara uji : larutan zat dalam HCl encer dicelup batang korek api.
7. Lima mg zat + 0,5 ml NaOH 2N, + air sampai 5 ml + 0,1 g fenol, didihkan, dinginkan, + 1 ml Natrium hipoklorit 15% \Rightarrow biru (Auterhoff, 1987).

Sulfasomidin

1. Larutkan 100 mg zat dalam 2 ml HCl encer, jika perlu panaskan, dinginkan dalam es, + 4 ml larutan Na-nitrit 1%, tuangkan pada 2 ml larutan naftol yang mengandung 1 g Na-asetat \Rightarrow endapan merah jingga (Anonim, 1979).
2. Uji sulfur \Rightarrow positif (Auterhoff, 1987).
Cara uji \Rightarrow lihat pada Sulfanilamid

3. Limapuluh mg zat dikocok beberapa menit dengan campuran 2,5 ml asam asetat 6 N dan 2,5 ml air. Filtrat + beberapa tetes pereaksi Meyer \Rightarrow endapan kuning terang (Auterhoff, 1987).
Mayer : 1,35 g HgCl_2 /100 ml KI 5% (Auterhoff, 1987).
4. Zat + pDAB HCl \Rightarrow kuning
5. Pada kaca objek, zat dilarutkan dalam 1–2 tetes HCl 0,5 N + 1 tetes drogendorf, biarkan 15–30 menit, panaskan lemah, amati kristalnya di bawah mikroskop.
6. Seratus mg zat dilarutkan dalam 10 ml NaOH 20%, + 1 ml larutan Cu(II)SO_4 10% \Rightarrow endapan kehijauan (Anonim, 1979).

Sulfametoksazol

1. Larutkan 100 mg zat dalam 2 ml HCl encer, jika perlu panaskan, dinginkan dalam es, + 4 ml larutan Na-nitrit 1%, tuangkan pada 2 ml larutan naftol yang mengandung 1 g Na-asetat \Rightarrow endapan merah jingga (Anonim, 1979).
2. Larutkan 100 mg zat dalam 2 ml HCl pekat + 3 ml larutan natriumnitrit (1 dalam 100) + 1 ml NaOH (1 dalam 10) yang mengandung 10 mg Beta-naftol \Rightarrow endapan merah jingga (Anonim, 1995).
3. Uji sulfur \Rightarrow positif (Auterhoff, 1987).
Cara uji \Rightarrow lihat pada Sulfanilamid
4. Lima mg zat + 0,5 ml NaOH 2 N, + air sampai 5 ml + 0,1 g fenol, dididihkan, dinginkan, + 1 ml Na-hipoklorit encer \Rightarrow kuning emas (Anonim, 1979).
Na-hipoklorit encer : 35 ml Na-hipoklorit 10% + air sampai 100 ml (Anonim, 1979)

Trimetoprim

1. Zat + pereaksi Marquis \Rightarrow jingga–merah (Auterhoff, 1987).
Marquis : 1 ml larutan formaldehid 35% / 4 ml H_2SO_4 pekat (Auterhoff, 1987).
2. Sepuluh mg zat + 0,5 ml pereaksi Frohde, uapkan sampai kering, basahi beberapa menit dengan H_2SO_4 \Rightarrow biru-hijau atau biru kuat (Auterhoff, 1987).
3. Zat + pereaksi Vitalli-Morin \Rightarrow merah coklat-coklat kuning (Auterhoff, 1987).
Cara uji \Rightarrow lihat pada Asam mefenamat.
4. Dengan HNO_3 pekat \Rightarrow ungu-merah (Auterhoff, 1987).

Tiamin hidroklorida

1. Sepuluh mg zat + 3 ml NaOH N, 2 tetes larutan Kalium heksasianoferrat (III) 5% + 5 ml 1-isobutanol, kocok kuat-kuat beberapa menit, setelah terpisah \Rightarrow lapisan atas berfluoresensi biru-ungu (reaksi tiokrom) (Auterhoff, 1987).
2. Sepuluh mg zat + 1 ml Pb(II)asetat 10% + 2 ml NaOH 6N \Rightarrow segera kuning, panaskan \Rightarrow endapan coklat-hitam (Auterhoff, 1987).
3. Sepuluh mg zat + 2 ml NaOH 3 N \Rightarrow segera kuning (Auterhoff, 1987).
4. Bau khas (Auterhoff, 1987)
5. Larutan 2% menunjukkan reaksi positif terhadap klorida (Anonim, 1979).
Cara uji \Rightarrow lihat pada kloramphenikol.

DAFTAR PUSTAKA

Anonim, *Ekstra Farmakope Indonesia*, Depkes RI, Jakarta, 1974.

Anonim, *Farmakope Indonesia*, Edisi III, Depkes RI, Jakarta, 1979.

Anonim, *Farmakope Indonesia*, Edisi IV, Depkes RI, Jakarta, 1995.

Auterhoff H dan Kovar K-A, *Identifikasi Obat*, Terbitan keempat, Penerbit ITB, Bandung, 1987.

ANALISIS KIMIA ANORGANIK DAN OBAT SECARA KUANTITATIF

ASIDI – ALKALIMETRI

Asidimetri merupakan cara penetapan kadar basa dalam suatu sampel dengan menggunakan larutan baku asam yang sesuai. Sebaliknya, alkalimetri adalah cara penetapan kadar asam dengan menggunakan larutan baku basa yang sesuai.

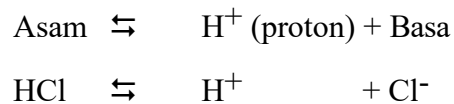
Tabel 1. Indikator asidi - alkalimetri (Jenkins, 1957).

Indikator	Trayek pH	Warna Asam	Warna Basa	Pemakaian
Kuning metil	2,9 - 4.0	Merah	Kuning	
Biru bromfenol	3.0 - 4.6	Kuning	Biru	4-6 tetes/100 ml
Hijau bromkresol	3.8 - 5.4	Kuning	Biru	
Merah metil	4.2 - 6.3	Merah	Kuning	2 tetes/100 ml
Ungu bromkresol	5.2 - 6.8	Kuning	Ungu	2-4 tetes/100 ml
Biru bromtimol	6.0 - 7.6	Kuning	Biru	
Merah fenol	6.8 - 8.4	Kuning	Merah	
Timolftalein	9.3 - 10.5	Tak berwarna	Biru	
Merah kresol	7.2 - 8.8	Kuning	Biru	
Jingga metil	3.1 - 4.4	Merah muda	Kuning	2 tetes/100 ml
Fenolftalein	8.3 - 10.0	Tak berwarna	Merah	2-3 tetes/100 ml
Biru timol	1.2 - 2.8	Merah	Kuning	
	8.0 – 9.6	Kuning	Biru	

Untuk keperluan asidi-alkalimetri, asam didefinisikan sebagai suatu molekul atau ion yang dapat memberikan (donor) proton. Sedangkan basa didefinisikan suatu molekul atau ion yang dapat menerima (akseptor) proton. Sebagai contoh molekul asam adalah H_2O , H_2S , HCl dan H_2SO_4 ; asam kation adalah H_3O^+ dan NH_4^+ ; asam anion adalah HSO_4^- , HPO_4^{2-} dan $H_2PO_4^-$. Sedangkan

contoh molekul basa adalah NH_3 ; basa kation adalah $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$; basa anion adalah OH^- , S^{2-} dan SO_4^{2-} (Jenkins, 1957).

Setelah memberi proton, asam akan berubah menjadi basa konjugat. Setelah menerima proton, basa akan berubah menjadi asam konjugat. Antara asam dan basa berlaku hubungan sebagai berikut:



HCl di sini adalah asam konjugat dari Cl^- ; Cl^- adalah basa konjugat dari HCl (Jenkins, 1957).

Titik akhir titrasi dapat ditentukan dengan bantuan indikator. Indikator yang biasa digunakan dapat dilihat pada tabel 1. Tabel 1. menunjukkan bahwa indikator jingga metil memperlihatkan warna asamnya, merah muda, pada pH 3,1 dan warna basanya, kuning, pada pH 4,4. Pada pH diantara kedua pH tersebut, terjadi warna transisi antara warna yang satu dengan warna lainnya.

Berikut ini adalah petunjuk penggunaan indikator (Jenkins, 1957):

1. Gunakan 3 tetes larutan indikator kecuali dinyatakan lain.
2. Bila asam kuat dititrasi dengan basa kuat, atau sebaliknya, gunakan jingga metil, merah metil atau fenolftalein.
3. Bila asam lemah dititrasi dengan basa kuat, gunakan fenolftalein.
4. Bila basa lemah dititrasi dengan asam kuat, gunakan merah metil.
5. Suatu basa lemah tidak dapat dititrasi dengan asam lemah, begitu pula sebaliknya, karena tidak ada indikator yang dapat menunjukkan titik akhir dengan jelas.
6. Timbulnya suatu warna lebih mudah diamati daripada hilangnya warna. Biasakan titrasi yang memungkinkan timbulnya suatu warna.

ASIDIMETRI

1. Pembuatan larutan Indikator merah metil

- a. Hangatkan 25 mg merah metil dengan 0,95 ml NaOH 0,05 N dan 5 ml etanol 95%; setelah larut sempurna, tambahkan etanol 50% hingga 250 ml (Anonim, 1979).
- b. Larutkan 100 mg merah metil dalam 100 ml etanol 95%, saring jika perlu (Anonim, 1995).

2. Pembuatan larutan HCl 0,1 N

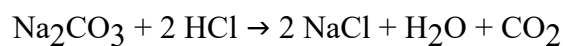
Larutkan sejumlah HCl pekat dalam air secukupnya hingga tiap 1000,0 ml larutan mengandung 3,64g HCl (Anonim, 1979).

3. Pembakuan larutan HCl 0,1 N

Timbang saksama 150 mg Na₂CO₃ anhidrat (yang telah dipanaskan pada suhu 270°C selama 1 jam) larutkan dalam 50 ml air dan tambahkan 2 tetes merah metil. Titrasi dengan asam klorida 0,1 N sambil digoyang hingga larutan berwarna merah muda pucat. Panaskan larutan hingga mendidih, dinginkan dan lanjutkan titrasi. Panaskan lagi hingga mendidih, dan titrasi lagi bila perlu hingga warna merah muda tidak hilang dengan pendidihan lebih lanjut (Anonim, 1979; Anonim, 1995).

Satu ml HCl 0,1 N setara dengan 5,3 mg Na₂CO₃ anhidrat.

Reaksi (Jenkins, 1957):



Perhitungan :

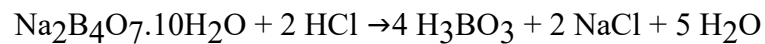
$$\text{Normalitas HCl} = \frac{2 \times \text{mg Na}_2\text{CO}_3}{\text{BM Na}_2\text{CO}_3 \times \text{ml HCl}}$$

4. Penetapan kadar Boraks

Timbang saksama 250 mg, larutkan dalam 50 ml air, tambahkan larutan merah metil, titrasi dengan HCl 0,1 N. (Jika perlu dipanaskan di atas tangas uap guna menambah kelarutan)

Satu ml HCl 0,1 N setara dengan 19,06 mg Na₂B₄O₇·10H₂O (Anonim, 1995)

Reaksi (Beckett, 1968):



Perhitungan :

$$\text{Kadar Boraks} = \frac{\text{ml HCl} \times \text{N.HCl} \times 19,06}{\text{mg sampel} \times 0,1} \times 100\%$$

ALKALIMETRI

1. Pembuatan etanol encer

Campur 500 ml etanol 95% dan 500 ml air murni yang diukur secara terpisah dan campuran diukur pada suhu 25°C, volume campuran 970 ml. (Anonim, 1995).

2. Pembuatan etanol encer netral

Pada sejumlah etanol encer tambahkan 2-3 tetes fenolftalein dan larutan NaOH 0,02 N atau 0,1 N hingga terjadi warna merah muda pucat (dibuat baru).

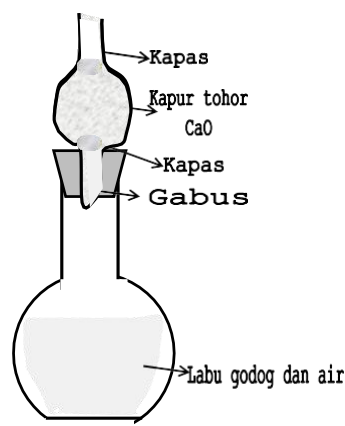
3. Pembuatan larutan indikator fenolftalein

a. Larutkan 200 mg fenolftalein dalam 60 ml etanol 90%, tambahkan air secukupnya hingga 100 ml (Anonim, 1979).

b. Larutkan 1 g fenolftalein dalam 100 ml etanol 95% (Anonim, 1995).

4. Pembuatan air bebas karbon dioksida

Didihkan air murni kuat-kuat selama 5 -10 menit atau lebih, diamkan sampai dingin dan tidak boleh menyerap CO₂ dari udara, kemudian labu ditutup dengan sumbat berisi CaO atau kapur tohor. (Anonim, 1995)



Gambar 7. Cara pembuatan air bebas CO₂

5. Pembuatan larutan NaOH 0,1 N

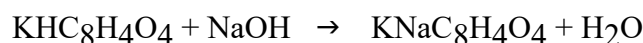
Larutkan sejumlah NaOH dalam air bebas CO₂ hingga tiap 1000 ml larutan mengandung 4,001 g NaOH.

6. Pembakuan larutan NaOH 0,1 N

Timbang saksama 400 mg Kalium biftalat yang sebelumnya telah dihaluskan dan dikeringkan pada suhu 120°C selama 2 jam, masukkan dalam elemeyer, tambahkan 75 ml air bebas CO₂, tutup erlemeyer, kocok sampai larut. Tambahkan 2 tetes fenolftalein dan titrasi dengan NaOH hingga terjadi warna merah muda mantap (Anonim, 1995)

Satu ml NaOH 0,1 N setara dengan 20,42 mg KHC₈H₄O₄

Reaksi:



Perhitungan:

$$\text{Normalitas NaOH} = \frac{\text{mg KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}{\text{ml NaOH} \times \text{BM KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}$$

7. Penentuan kadar asam salisilat

150mg asam salisilat ditambahkan 15 mL etanol encer yang telah dinetralkan dengan merah fenol dan ditambahkan 20 mL aquades. Kemudian ditambahkan 3 tetes indikator merah fenol dan dititrasi dengan NaOH 0,1 N.

1 mL NaOH 0,1 N setara dengan 13,81 mg C₇H₆O₃

Perhitungan:

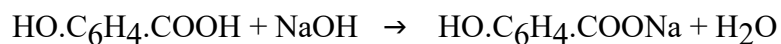
$$\text{Kadar asam salisilat} = \frac{\text{ml NaOH} \times \text{N NaOH} \times 13,81}{\text{mg sampel} \times 0,1} \times 100\%$$

8. Penetapan kadar asam salisilat dalam asetosal ada dua cara

a. Timbang saksama 500 mg, larutkan dalam 25 ml etanol encer yang sudah dinetralkan dengan NaOH 0,1 N, tambahkan fenolftalein dan titrasi dengan NaOH 0,1 N.

Satu ml NaOH 0,1 N setara dengan 13,81 mg C₇H₆O₃ (Anonim,1995)

Reaksi:



Perhitungan:

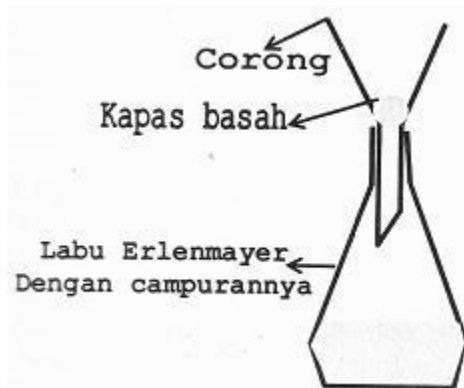
$$\text{Kadar asam salisilat} = \frac{\text{ml NaOH} \times \text{N NaOH} \times 13,81}{\text{mg sampel} \times 0,1} \times 100\%$$

b. Cara yang bebar adalah sampel aspirin yang ditimbang teliti lebih kurang 500 mg dilarutkan dalam 10 ml etanol netral terhadap fenolptalein dalam erlenmeyer 250 ml sampai sempurna kemudian ditambahkan 40,0 ml NaOH dan dilakukan pendidihan selama 30 menit dengan alat refluks atau serupa (lihat Gambar). Setelah dingin dititrasi dengan HCl 0,1 N menggunakan indikator pp sampai warna pink hilang.

Satu ml NaOH 0,1 N setara dengan 18,02 asetosal

Kadar asetosal dapat ditentukan dengan rumus :

$$\text{Kadar asetosal} = \frac{(\text{ml NaOH} \times \text{N NaOH}) - (\text{ml HCl} \times \text{N HCl}) \times 18,02 \times 0,5}{\text{mg Asetosal} \times 0,1} \times 100\%$$

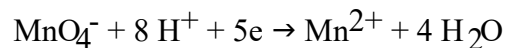


Gambar 8. Proses refluks asetosal

OKSIDIMETRI

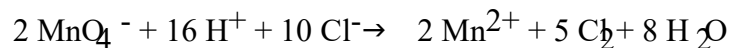
PERMANGANOMETRI

Permanganometri adalah suatu cara penetapan kadar zat berdasarkan atas reaksi oksidasi reduksi dengan KMnO_4 . Pemakaian KMnO_4 sebagai oksidator dalam suasana asam berlangsung mengikuti persamaan berikut (Beckett, 1968):



Dengan demikian berat ekivalennya adalah 1/5 dari BM-nya atau 31,606.

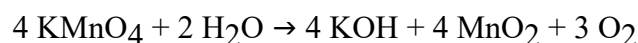
Asam di sini digunakan untuk mencegah terbentuknya mangan dioksida dan untuk memenuhi ketersediaan ion hidrogen yang dipakai untuk mereduksi ion permanganat (Jenkins, 1957). Asam yang cocok digunakan adalah asam sulfat, karena tidak bereaksi dengan KMnO_4 . Sedangkan dengan HCl akan terjadi reaksi (Anonim, 1985):



Dengan demikian HCl dapat memicu pembentukan klor. Tetapi kejadian ini dapat diabaikan jika hanya ada sedikit kelebihan asam, larutan sangat encer, suhu rendah dan titrasi dilakukan pelan-pelan dengan digojog terus menerus.

Larutan KMnO_4 sendiri dapat dipakai sebagai indikator dalam titrasi, karena kelebihan sedikit saja KMnO_4 akan membuat larutan berwarna merah jambu muda terang (Jenkins, 1957). Sebanyak 0,01 ml KMnO_4 0,01 M dalam 100 ml larutan telah dapat dilihat warna ungunya.

Sejumlah senyawa organik yang terdapat dalam aquades dapat merusak KMnO_4 . Karenanya, setelah larutan KMnO_4 dibuat, sebaiknya didiamkan selama 2 hari agar reaksi dekomposisi berjalan sempurna. Larutan kemudian disaring dengan penyaring dari asbes untuk membebaskan seluruh mangan dioksida yang terbentuk, yang jika ada akan bersifat sebagai katalis yang mempercepat pembentukan mangan dioksida lebih banyak lagi. Reaksi pembentukan MnO_2 dalam larutan netral ini adalah sebagai berikut (Jenkins, 1957):



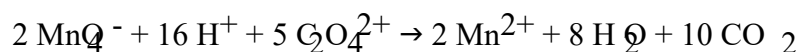
1. Pembuatan larutan KMnO₄ 0,1 N

- a. Dalam labu, larutkan kira-kira 3,3 g KMnO₄ dalam 1000 ml air, panaskan sampai mendidih selama 15 menit. Tutup labu, biarkan tidak kurang dari 2 hari, dan saring dengan penyaring asbes. (Jenkins, 1957; Anonim, 1979).
- b. Sejumlah KMnO₄ dilarutkan dalam air secukupnya hingga tiap 1000 ml larutan mengandung 3,161 g KMnO₄. Panaskan larutan sampai mendidih, pelan-pelan selama 15-30 menit, dinginkan pada suhu kamar. Saring larutan melalui corong yang diberi glasswool, atau melalui krus Gooch yang diberi asbes atau dengan penyaringan kaca masir. Tampung tapisan dalam botol yang telah dicuci dengan campuran asam kromat dan telah dibilas, kemudian disimpan dalam botol coklat.

2. Pembakuan larutan KMnO₄ 0,1 N

- a. Timbang saksama 200 mg natrium oksalat, yang sebelumnya telah dikeringkan pada suhu 110°C hingga bobot tetap, larutkan dalam 250 ml air. Tambahkan 7 ml H₂SO₄ pekat, panaskan hingga suhu 70°C dan titrasi perlahan-lahan dengan larutan KMnO₄ dari buret tertutup kaca, sambil digoyang-goyang, hingga terjadi warna merah jambu pucat yang mantap selama 15 detik. Suhu akhir titrasi tidak boleh kurang dari 60°C (Jenkins, 1957; Anonim, 1979).

Reaksi (Jenkins,1957):



- b. Timbang saksama asam oksalat murni 6,3 g, masukkan dalam labu 1000 ml, larutkan dalam air dan cukupkan volumenya sampai batas. Ambil 20 ml, tambahkan 5 ml H₂SO₄ pekat, panaskan sampai 70°C. Titrasi dengan larutan KMnO₄ 0,1 N. Lima tetes pertama akan membuat larutan berwarna merah jambu yang bertahan selama 20 detik. Tunggu sampai warna hilang dan titrasi dilanjutkan. Pembentukan warna coklat selama titrasi, disebabkan oleh tidak cukupnya jumlah asam, karena pengaruh suhu yang terlalu tinggi atau karena menggunakan labu yang kotor. Bersihkan labu dengan larutan H₂O₂ dan H₂SO₄ encer sebelum titrasi diulangi. Titik akhir dicapai jika terbentuk warna merah jambu yang bertahan selama 30 detik setelah labu dikocok.

Satu ml KMnO_4 0,1 N setara dengan 6,302 mg $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Beckett, 1968)

Reaksi (Beckett, 1968):



Perhitungan (Jenkins, 1957):

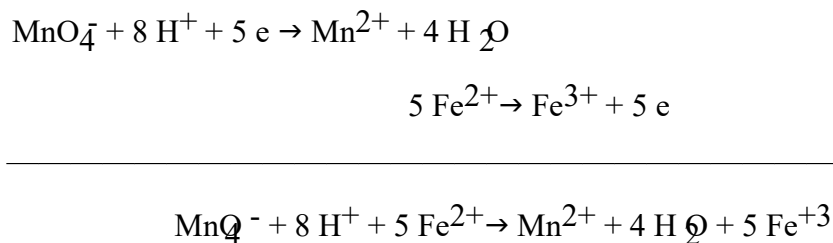
$$\text{Normalitas KMnO}_4 = \frac{\text{mg (H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ atau Na}_2\text{C}_2\text{O}_4\text{)}}{\text{ml KMnO}_4 \times (6,302 \text{ atau } 6,7)}$$

3. Penetapan kadar besi (II) sulfat

Timbang saksama 1 g besi (II) sulfat, larutkan dalam 25 ml air dan 25 ml asam sulfat encer, titrasi dengan KMnO_4 0,1 N hingga warna merah muda mantap.

Satu ml KMnO_4 0,1 N setara dengan 27,80 mg $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ atau 15,19 mg FeSO_4 (Jenkins, 1957)

Reaksi (Jenkins, 1957):



Perhitungan:

$$\text{Kadar} = \frac{\text{ml KMnO}_4 \times \text{N KMnO}_4 \times (27,80 \text{ atau } 15,19)}{\text{mg sampel} \times 0,1} \times 100\%$$

4. Penentuan Oksalat

Timbang saksama 200 mg sampel asam oksalat masukkan dalam labu ukur 250 ml dan tambahkan air sampai tanda batas, aduk sampai homogen. Diambil 10 ml dari larutan awal dan ditambahkan 25 ml H₂SO₄ encer, panaskan hingga suhu 70°C dan titrasi perlahan-lahan dengan larutan KMnO₄ 0,1 N dari buret tertutup kaca, sambil digoyang-goyang, hingga terjadi warna merah jambu pucat yang mantap selama 15 detik. Suhu akhir titrasi tidak boleh kurang dari 60°C. Lakukan pengulangan sebanyak 3 kali.

Perhitungan:

$$\text{Kadar oksalat (\%)} = \frac{\text{ml KMnO}_4 \times \text{N KMnO}_4 \times 4,5}{\text{mg sampel} \times 0,1} \times 100\%$$

IODOMETRI

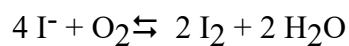
Iodium merupakan oksidator yang relatif lemah. Oksidasi potensial sistem iodium-iodida adalah + 0,535 volt.



Metode titrasi yang berkaitan dengan sistem iodium-iodida ini dibagi 2:

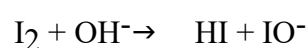
1. Titrasi yang dilakukan dengan baku iodium terhadap zat-zat dengan potensial oksidasi yang lebih rendah dari sistem iodium-iodida (metode titrasi langsung atau iodimetri).
2. Titrasi yang dilakukan terhadap zat-zat dengan potensial oksidasi yang lebih besar. Zat-zat ini mengoksidasi iodida dan membebaskan iodium. Iodium yang dibebaskan dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (metode titrasi tidak langsung atau Iodometri).

Pada penggunaan iodium untuk titrasi ada dua sumber kesalahan yang perlu diperhatikan yaitu hilangnya iodium karena sifatnya yang mudah menguap dan iodida dalam larutan asam sudah dioksidasi oleh udara.



Kesalahan-kesalahan ini dapat diabaikan bila titrasi dilakukan dalam waktu tidak terlalu lama, dalam labu tertutup dan di tempat terhindar dari cahaya matahari langsung. Jika dibiarkan agak lama, larutan harus dibebaskan dari udara sebelum penambahan iodida (Anonim, 1985)

pH larutan harus dijaga. Dalam lingkungan yang alkalis, iodium akan bereaksi dengan OH^- membentuk hipoiodit yang kemudian berlanjut menjadi ion iodat. Ion ini mengoksidasi tiosulfat menjadi sulfat, sehingga reaksi tidak berjalan kuantitatif (Jenkins, 1957; Anonim, 1985)



Larutan iodium sendiri dapat digunakan sebagai indikator dalam menentukan titik akhir titrasi. Satu tetes iodium 0,2 N dalam 100 ml memberikan warna kuning pucat. Namun untuk menaikkan kepekaan titik akhir biasanya dipakai indikator kanji. Iodium bereaksi dengan kanji membentuk warna biru yang dapat dilihat dengan kadar iodium 2×10^{-5} M dan iodida 4×10^{-5} M. Sebagai indikator dapat pula digunakan karbon tetraklorida; iodium dalam lapisan pelarut organik akan berwarna ungu.

1. Pembuatan larutan kanji

- a. Gerus 500 mg pati atau pati larut dengan 5 ml air dan tambahkan sambil terus diaduk air secukupnya hingga 100 ml; didihkan selama beberapa menit, dinginkan dan saring. (dibuat baru) (Anonim, 1979).
- b. Campur 1 g pati larut dengan 10 mg HgI_2 dan air dingin secukupnya hingga menjadi pasta tipis. Tambahkan 200 ml air mendidih, dan didihkan selama 1 menit sambil terus diaduk. Dinginkan dan gunakan hanya bagian larutan yang jernih. (Anonim, 1995).

2. Pembuatan larutan natrium thiosulfat 0,1 N

Larutkan 26 g $Na_2S_2O_3$ dan 200 mg Na_2CO_3 dalam air bebas CO_2 dan didinginkan, hingga 1000 ml (Anonim, 1979; Anonim, 1995)

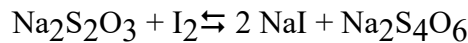
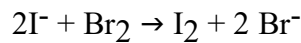
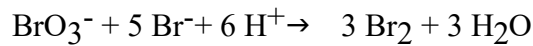
Jika larutan ini akan digunakan selama beberapa hari, tambahkan 0,1 g natrium karbonat atau 3 tetes kloroform untuk tiap 1 liter.

3. Pembakuan larutan natrium thiosulfat 0,1 N

- a. Timbang saksama 210 mg $K_2Cr_2O_7$ yang sebelumnya telah dihaluskan dan dikeringkan pada suhu $120^\circ C$ selama 4 jam dan larutkan dalam 100 ml air dalam labu 500 ml bersumbat kaca. Goyangkan hingga padatan larut, angkat tutup, tambahkan dengan cepat 3 g KI, 2 g $NaHCO_3$ dan 5 ml HCl pekat. Tutup labu, goyangkan hingga tercampur, biarkan di tempat gelap selama 10 menit. Bilas tutup dan dinding labu sebelah dalam dengan air dan titrasi iodium yang dibebaskan dengan $Na_2S_2O_3$ hingga warna hijau kekuningan. Tambahkan 3 ml larutan kanji dan lanjutkan titrasi sampai warna biru tepat hilang.
Satu ml $Na_2S_2O_3$ setara dengan 4,903 mg $K_2Cr_2O_7$ (Anonim, 1979; Anonim, 1995).
- b. Pindahkan 25 ml kalium bromat 0,1 N ke dalam labu bersumbat kaca; encerkan dengan 50 ml air. Tambahkan 2 g KI dan 5 ml HCl; tutup, biarkan selama 5 menit. Encerkan dengan

100 ml air dan titrasi Iodium bebas dengan larutan natrium thiosulfat, menggunakan indikator kanji.

Reaksi:



Perhitungan:

$$\text{Normalitas Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{25 \times \text{N KBrO}_3}{\text{ml Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$$

4. Pembuatan indikator jingga metil

- Larutkan 100 mg jingga metil dalam 100 ml air, saring jika perlu (Anonim, 1995).
- Larutan jingga metil 0,04% b/v dalam etanol 20% (Anonim, 1979).

5. Pembuatan larutan Iodium 0,1 N

- Larutkan 14 g iodium dalam larutan 36 g KI dalam 100 ml air. Tambahkan 3 tetes HCl pekat, encerkan dengan air hingga 1000 ml. (Anonim, 1995).
- Larutkan 12,69 iodium dalam 18 g KI dalam 100 ml air, encerkan dengan air secukupnya hingga 1000 ml. (Anonim, 1979).

Sebelum diencerkan sampai 1000 ml, larutan didiamkan pada suhu kamar.

- Timbang seksama 3,2 g I₂, masukkan dalam beker yang mengandung 7,5 g KI dan 10 ml air. Larutkan I₂ dan masukkan dalam labu-250ml, cukupkan volumenya sampai batas (Beckett, 1968).

Catatan : iodium ditimbang dalam gelas arloji dan dilarutkan sedikit demi sedikit dalam larutan KI pekat. Labu kemudian ditutup dan iodium dikocok sampai larut.

6. Pembakuan larutan Iodium 0,1 N

- Timbang seksama 150 mg As₂O₃, larutkan dalam 20 ml NaOH 1 N, jika perlu dihangatkan. Encerkan dengan 40 ml air, tambahkan 2 tetes jingga metil. Tambahkan HCl 7,3% (2M)

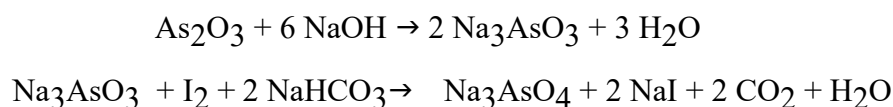
hingga terjadi warna merah jambu. Tambahkan 2 g NaHCO_3 , encerkan dengan 50 ml air.

Titration dengan larutan iodine menggunakan indikator larutan kanji. (Anonim, 1979)

- b. Timbang seksama 150 mg As_2O_3 yang sebelumnya telah dikeringkan pada suhu 105°C selama 1 jam, dan, larutkan dalam 20 ml NaOH 1 N, jika perlu dihangatkan. Encerkan dengan 40 ml air, tambahkan 2 tetes jingga metil, kemudian HCl hingga warna kuning berubah menjadi merah muda. Tambahkan 2 g NaHCO_3 , encerkan dengan 50 ml air dan tambahkan 3 ml larutan kanji. Titration dengan iodine perlahan-lahan hingga terjadi warna biru yang tetap.

Satu ml iodine 0,1 N setara dengan 4,946 mg As_2O_3 (Anonim, 1979).

Reaksi:



Perhitungan:

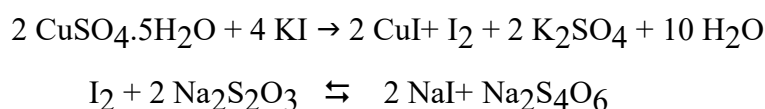
$$\text{Normalitas I}_2 = \frac{\text{mg As}_2\text{O}_3 \times \text{Valensi}}{\text{ml iodine} \times \text{BM As}_2\text{O}_3}$$

8. Penetapan kadar Cu dalam $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (iodometri)

Timbang seksama 250 mg tembaga sulfat, larutkan dalam 50 ml air, tambahkan 4 ml asam asetat dan 750mg KI dan titration iodine yang dibebaskan dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N menggunakan indikator kanji.

Satu ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N setara dengan 6,354 mg Cu (Jenkins,1957)

Reaksi (Jenkins,1957):



Perhitungan:

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

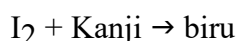
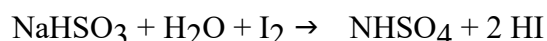
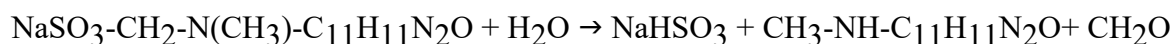
Catatan : Tiosulfat yang digunakan dibakukan dulu dengan larutan baku Iodium.

8. Penetapan kadar Metampiron (Iodimetri)

Timbang saksama 200 mg, larutkan dalam 5 ml air. Tambahkan 5 ml HCl 0,02 N dan segera titrasi dengan iodium 0,1 N menggunakan indikator kanji, dengan sekali-sekali dikocok hingga berwarna biru mantap selama 2 menit.

Satu ml iodium 0,1 N setara dengan 16,67 mg $\text{C}_{13}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{NaO}_4\text{S}$ (Anonim, 1995).

Reaksi:



Perhitungan:

$$\text{Kadar metampiron} = \frac{\text{ml I}_2 \times N \text{ I}_2 \times 16,67}{\text{mg sampel} \times 0,1} \times 100\%$$

9. Penentuan kadar vitamin C secara iodimetri

Timbang 200 gram dan dimasukkan dalam labu ukur 50 ml, dan dilarutkan dalam 40 ml air dan ditambahkan aquades sampai 50 mL, gojog hingga homogen. Masukkan dalam Erlenmeyer dan tambahkan beberapa tetes indikator kanji 1% dan titrasi dengan larutan iodium 0,1 N hingga berwarna biru.

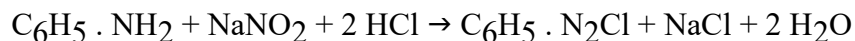
1 ml iodium 0,1 N setara dengan 8,806 mg vitamin C

Perhitungan:

$$\text{Kadar Vit. C} = \frac{\text{ml I}_2 \times N \text{ I}_2 \times 8,806}{\text{mg sampel} \times 0,1} \times 100\%$$

NITRIMETRI

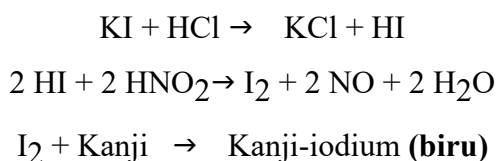
Amina primer aromatik dengan natrium nitrit dalam larutan asam, membentuk garam diazonium.



Dalam kondisi seperti ini, reaksi berjalan secara kuantitatif, dan dapat digunakan untuk menetapkan sebagian besar zat yang mengandung gugus amina primer bebas, misalnya sulfanilamid, sulfadiazin dan golongan sulfa lainnya.

Reaksi diazotasi dapat dipercepat dengan penambahan natrium atau kalium bromida. Titrasi dilakukan dalam keadaan larutan dingin (suhu dibawah 15°C). Bila keadaan ini tidak dipelihara, akan mengganggu pembentukan garam diazonium, dan terbentuk fenol yang mampu bereaksi dengan asam nitrit.

Titik akhir dapat dilakukan dengan cara mendeteksi adanya kelebihan asam nitrit yang terdapat pada larutan. Kelebihan asam nitrit akan mengoksidasi iodida pada indikator menjadi iodium yang akan memberikan warna biru dengan kanji. Kejadian ini dapat didemonstrasikan secara visual dengan menggunakan kertas atau pasta kanji-iodida sebagai indikator eksternal.



Titik akhir dapat juga diamati secara elektrometrikal (potensiometri), menggunakan sepasang elektroda platina atau kalomel-platina (Beckett, 1968; Jenkins, 1957; Bodin, 1961).

Titik akhir dinyatakan tercapai bila terjadi reaksi positif dengan indikator kanji-iodida dapat ditunjukkan kembali sekurang-kurangnya 1 menit setelah penambahan NaNO_2 yang terakhir. Indikator ini sensitif terhadap kelebihan 0,05- 0,10 ml NaNO_2 0,1 M (Bodin, 1961).

Zat dengan gugus amina tidak bebas, misalnya ftalilsulfatiazol dan suksinil-sulfatiazol, dapat diazotasi hanya setelah gugus asil dihidrolisa terlebih dahulu dengan asam atau basa encer selama 30 menit sehingga amina dihasilkan (Jenkins, 1957; Bodin, 1961; Anonim, 1979).

Suksinilsulfatiazol dapat dihidrolisa dengan campuran 33 ml HCl pekat dan 66 ml air selama 1 jam. (Beckett, 1968), dengan larutan NaOH 8% b/v di atas penangas air selama 2 jam, atau dengan

campuran HCl pekat dan air (1:2) selama 1 jam. Ftalilsulfatiazol dapat dihidrolisa dengan HCl encer selama 30 menit atau dengan HCl pekat dan air (2:1) selama 1 jam (Anonim, 1979).

1. Pembuatan kertas kanji-iodida

Gerus 500 mg pati atau pati larut dengan 5 ml air, tambahkan sambil diaduk air secukupnya hingga 100 ml; didihkan beberapa menit, dinginkan dan saring. Encerkan filtrat dengan larutan KI 0,4 % b/v dengan volume yang sama, celupkan kertas yang tidak mengkilap dan biarkan mengering (Anonim, 1979).

2. Pembuatan pasta kanji-iodida

- a. Panaskan 100 ml air dalam gelas piala 250 ml hingga mendidih, tambahkan larutan 750 mg KI dalam 5 ml air, tambahkan larutan 2 g $ZnCl_2$ dalam 10 ml air; pada saat larutan mendidih, tambahkan sambil diaduk, suspensi halus 5 g kanji larut dalam 30 ml air dingin. Lanjutkan hingga mendidih selama 2 menit, kemudian dinginkan (Anonim, 1995).
- b. Larutkan 750 mg KI dalam 5 ml air, tambahkan air sampai 100 ml, didihkan, tambahkan sambil diaduk suspensi 5 mg pati dalam 35 ml air, didihkan selama 2 menit, dinginkan. Hamparkan pada lempeng porselen.

3. Pembuatan larutan $NaNO_2$ 0,1 M

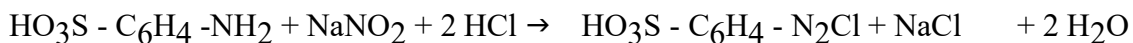
Larutkan 7,5 g $NaNO_2$ dalam air secukupnya hingga 1000 ml (Anonim, 1995).

4. Pembakuan larutan $NaNO_2$ 0,1 M

Timbang saksama 400 mg asam sulfanilat, yang telah dikeringkan pada suhu kamar, kemudian pada suhu $120^{\circ}C$ sampai bobot tetap atau pada suhu $105^{\circ}C$ selama 4 jam, masukkan dalam gelas piala, tambahkan 0,2 g $NaHCO_3$ dan sedikit air, aduk hingga larut. Encerkan dengan 100 ml air, tambahkan 10 ml HCl pekat, dinginkan hingga suhu maksimal $15^{\circ}C$. Titrasi pelan-pelan dengan $NaNO_2$ 0,1 M, hingga setetes larutan segera memberikan warna biru pada kertas kanji-iodida. Titrasi dianggap tercapai jika titik akhir dapat ditunjukkan lagi setelah larutan dibiarkan minimal 2 menit (Bodin, 1961).

Satu ml larutan $NaNO_2$ 0,1 M setara dengan 17,23 mg $NH_2.C_6H_4.SO_3H$

Reaksi:



Perhitungan:

$$\text{Molaritas NaNO}_2 = \frac{\text{mg asam sulfanilat}}{\text{ml NaNO}_2 \times \text{BM asam sulfanilat}}$$

5. Penetapan kadar sulfanilamid

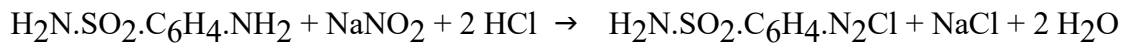
- Timbang saksama 500 mg sulfadiazin, yang telah dikeringkan pada suhu 105°C selama 2 jam, masukkan dalam beker. Tambahkan 5 ml HCl pekat dan 50 ml air, aduk sampai larut, dinginkan hingga suhu 15°C, tambahkan 25 g pecahan es, titrasi perlahan lahan dengan NaNO₂ 0,1 M, sambil digoyang kuat-kuat, hingga timbul warna biru bila pengaduk kaca yang dicelupkan ke dalam larutan yang dititrasi digoreskan pada pasta kanji-iodida. Titrasi selesai dilakukan jika titik akhir dapat ditunjukkan lagi setelah larutan dibiarkan selama 1 menit.

Satu ml NaNO₂ 0.1 M setara dengan 25,027 mg C₁₀H₁₀N₄O₂S (Jenkins, 1957).

- Timbang saksama 500 mg sulfadiazin, larutkan dalam campuran 75 ml air dan 10 ml HCl pekat, dinginkan. Titrasi perlahan dengan NaNO₂ 0,1 M pada suhu maksimal 15°C, hingga satu tetes larutan segera memberikan warna biru pada kertas kanji-iodida. Titrasi dianggap selesai jika titik akhir dapat ditunjukkan lagi setelah larutan dibiarkan selama 1 menit (Anonim, 1979).
- Timbang saksama 500 mg sulfanilamid, yang sebelumnya telah dikeringkan pada suhu 105°C selama 3 jam, masukkan ke dalam gelas piala, tambahkan 50 ml air dan 20 ml HCl pekat, aduk hingga larut. Dinginkan hingga suhu 15°C, tambahkan 25 g pecahan es. Titrasi perlahan-lahan dengan NaNO₂ 0,1 M, sambil digoyang kuat-kuat, hingga timbul warna biru bila pengaduk kaca yang dicelupkan ke dalam larutan yang dititrasi digoreskan pada pasta

kanji-iodida. Titrasi selesai dilakukan jika titik akhir dapat ditunjukkan lagi setelah larutan dibiarkan selama 1 menit diantara penambahan (Anonim, 1995; Jenkins, 1957).

Reaksi (Jenkins, 1957):



Perhitungan:

$$\text{ml NaNO}_2 \times \text{M NaNO}_2 \times 25,027$$

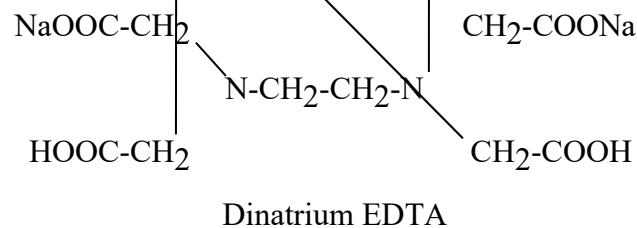
$$\text{Kadar sulfanilamid} = \frac{\text{ml NaNO}_2 \times \text{M NaNO}_2 \times 25,027}{\text{mg sampel} \times 0,1} \times 100\%$$

KOMPLEKSOMETRI

Kompleksometri merupakan salah satu cara penetapan kadar suatu ion logam berdasarkan terbentuknya suatu senyawa kompleks antara ion logam itu dengan senyawa pembentuk kompleks. Ion logam di sini bertindak sebagai akseptor elektron sedangkan senyawa pembentuk kompleks sebagai donor elektron.

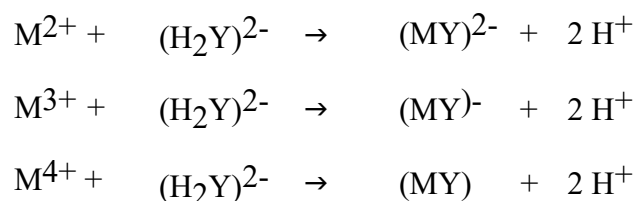
Molekul donor elektron disebut juga liganda. Liganda yang ikatannya pada ion logam hanya pada satu tempat saja disebut liganda unidentat. Dalam penggunaan analisis Kompleksometri, liganda unidentat tidak begitu besar gunanya karena proses pembentukan yang bertingkat, sedangkan untuk analisis kuantitatif diperlukan reaksi yang membentuk kompleks 1 : 1 (Anonim, 1985).

Senyawa yang dengan banyak kation membentuk kompleks dengan perbandingan 1 : 1 adalah dinatrium EDTA. Farmakope Indonesia edisi III dan IV menamakannya dinatrium edetat. Dinatrium EDTA (dinatrium etilendiamina tetraasetat) dalam perdagangan dikenal dengan namakan complexon III, versene atau cheleton III.



Berdasarkan strukturnya, dinatrium EDTA termasuk liganda poli/multidentat, karena sekurang-kurangnya terdapat dua gugus amino dan dua gugus karboksilat yang dapat membentuk kompleks dengan ion logam (Anonim, 1985).

Reaksi dinatrium EDTA dengan banyak kation (dengan berbagai valensi) adalah sebagai berikut.

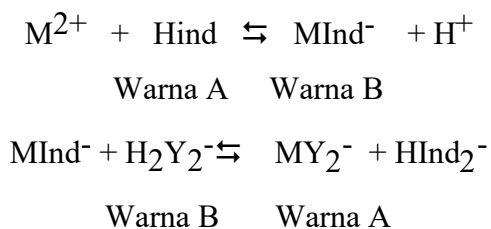


dimana M adalah logam, $(H_2Y)^{2-}$ adalah anion dinatrium EDTA (Beckett, 1968).

Dalam titrasi Kompleksometri pH larutan perlu diperhatikan; logam-logam alkali tanah tidak membentuk kompleks dengan dinatrium EDTA pada pH dibawah 7, sedangkan Cu, Pb dan Ni membentuk kompleks yang stabil di bawah pH 3 dan karenanya dapat dititrasi secara selektif dari alkali tanah. Komplek dari logam trivalen, misalnya Co(III)edetat, stabil dalam larutan asam kuat (HCl). Berdasarkan keadaan ini, biasanya larutan uji ditambah larutan dapar dengan pH pada mana kompleks yang terbentuk bersifat stabil dan perubahan warna indikator terjadi dengan jelas.

Pembentukan kompleks lebih efisien dan lebih stabil dalam larutan alkali. Namun perlu diperhitungkan kemungkinan terbentuknya endapan logam hidroksida jika larutan terlalu alkalis. Sebagian besar kompleks dari metal divalen stabil dalam larutan amoniakal.

Sebagai indikator umumnya digunakan indikator logam. Indikator logam yang mempunyai sifat sebagai liganda membentuk kompleks-logam yang warnanya berbeda dengan warnanya sendiri. Komplek indikator-logam stabilitasnya harus lebih kecil dari kompleks dinatrium EDTA-logam, sehingga pada saat titik akhir tercapai dengan kelebihan sedikit saja dinatrium EDTA akan merubah kompleks zat warna-logam menjadi zat warna bebas; diikuti oleh suatu perubahan warna (Beckett, 1968).



Logam Mg, Cd, Ca, Zn, Mn, Pb, La dan Hg^+ dapat dititrasi langsung dengan dinatrium EDTA menggunakan indikator hitam eriokrom-T. Logam Ba dan Sr lebih baik ditambah larutan dinatrium EDTA berlebih, kemudian dititrasi-kembali dengan magnesium klorida (Beckett, 1968) atau magnesium/zink sulfat (dititrasi tidak langsung) (Anonim, 1985). Untuk Co, Ni, Cu, Al, Ag, Pt dan Ti membentuk kompleks sangat stabil dengan hitam eriokrom-T daripada dengan dinatrium EDTA, karenanya indikator ini tidak dapat digunakan.

Ion Fe^{3+} , Ce^{4+} dan ion vanadat mengoksidasi hitam eriokrom-T, sedangkan ion stano dan titano mereduksi. Ion-ion ini mengganggu dan harus dihilangkan atau di-*masking*.

Hitam eriokrom-T (Mordan black II, Solochrom black T) berwarna biru pada pH 10. dan sebagian besar kompleksnya berwarna kemerahan. Di bawah pH 6,3 dan di atas pH 11,5, warnanya

sendiri kemerahan seperti warna kompleknya. Karena itu titrasi dilakukan menggunakan buffer dengan pH 10 (Beckett, 1968).

Indikator lain yang digunakan pada titrasi Kompleksometri adalah murexid, jingga xilenol, catechol violet (Beckett, 1968), asam kalkon karboksilat campur, jingga xilenol campur, heksamin, hitam erikrom campur, biru hidroksinaftol (Anonim, 1995).

1. Pembuatan dinatrium EDTA 0,05 M

Larutkan 18,6 g dinatrium EDTA dalam air hingga 1000 ml (Anonim, 1995).

2. Pembakuan dinatrium EDTA 0,05 M

- a. Timbang saksama 2 g kawat aluminium, masukkan dalam labu tentukur 1000 ml, tambahkan 50 ml campuran HCl-Air (1:1). Goyang labu dan diamkan hingga seluruh aluminium larut. Encerkan dengan air sampai tanda. Pipet 10 ml larutan ke dalam gelas piala 250 ml, sambil diaduk tambahkan berturut-turut 25 ml titran dinatrium EDTA dan 20 ml dapar asam asetat 2 N-amonium asetat 2 N, didihkan hati-hati selama 5 menit. Dinginkan, tambahkan 50 ml etanol 95% dan 2 ml ditizon 0,025% dalam etanol 95% dan titrasi dengan larutan zink sulfat 0,05 M hingga terjadi warna merah muda cerah. Lakukan penetapan blangko. Hitung molaritas larutan dengan rumus (Anonim, 1995):

$$\text{Molaritas dinatrium EDTA} = \frac{\text{mg aluminium}}{\text{ml dinatrium EDTA} \times \text{BM (aluminium)}}$$

- b. Timbang saksama 100 mg baku CaCO_3 yang sebelumnya telah dikeringkan pada suhu 110°C selama 2 jam dan didinginkan dalam desikator, masukkan dalam gelas piala 400 ml, tambahkan 10 ml air dan goyangkan hingga terbentuk bubuk. Tutup gelas piala dengan kaca arloji dan masukkan 2 ml HCl 10% atau 2 M dengan pipet, yang dimasukkan diantara bibir gelas piala dan tepi kaca arloji. Goyang isi gelas piala untuk melarutkan kalsium karbonat. Cuci dinding gelas piala, permukaan luar pipet dan kaca arloji dengan air, dan encerkan dengan air hingga 100 ml. Sambil diaduk sebaiknya dengan pengaduk magnetik, Tambahkan 5 ml NaOH 4% dan 10 mg gerusan biru hidroksinaftol, lanjutkan titrasi dengan

dinatrium EDTA sampai terjadi warna biru. Hitung molaritas dengan rumus (Anonim, 1995; Anonim, 1979):

$$\text{Molaritas dinatrium EDTA} = \frac{\text{mg CaCO}_3}{100,09 \times \text{ml dinatrium EDTA}}$$

3. Pembuatan asam kalkon karboksilat campur

- Campur 100 mg asam kalkon karboksilat dengan 10 g Na₂SO₄ anhidrat (Anonim, 1979).
- Campur 1 bagian asam kalkon karboksilat dengan 99 bagian NaCl (Anonim, 1995).

4. Pembuatan larutan hitam eriokrom

Larutkan 200 mg hitam eriokrom dan 2 g hidrosilamina hidroklorida dalam metanol secukupnya hingga 50 ml (Anonim, 1979).

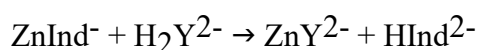
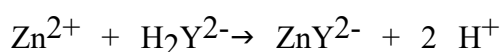
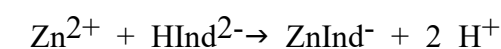
5. Pembuatan larutan zink sulfat 0,05 M

Larutkan 14,4 g ZnSO₄·7H₂O dalam air hingga 1000 ml (Anonim, 1995).

6. Pembakuan larutan zink sulfat 0,05 M

Ukur saksama 10 ml larutan dinatrium EDTA 0,05 M, masukkan ke dalam erlemeyer 125 ml dan tambahkan berturut-turut 10 ml volume sama banyak dapar asam asetat 2 N-amonium asetat 2 N, 50 ml etanol 95% dan 2 ml larutan ditizon 0,025% dalam etanol 95%. Titrasi dengan larutan zink sulfat hingga terjadi warna merah jambu muda terang. Hitung molaritas larutan (Anonim, 1995; Anonim, 1979).

Reaksi :



Perhitungan :

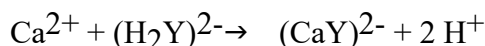
$$25 \times \text{M dinatrium EDTA}$$

$$\text{Molaritas ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{ml ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}}{\text{ml ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}}$$

7. Penetapan kadar kalsium karbonat

- a. Timbang saksama 200 mg CaCO₃ yang telah dikeringkan pada suhu 200°C selama 4 jam. Masukkan ke dalam gelas piala 250 ml, basahkan dengan beberapa ml air, tambahkan tetes demi tetes HCl 3 N secukupnya hingga larut sempurna. Tambahkan 100 ml air, 15 ml NaOH 1 N dan 300 mg biru hidroksinaftol. Titrasi dengan dinatrium EDTA 0,05 M sampai biru. Satu ml dinatrium EDTA 0,05 M setara dengan 5,005 mg CaCO₃ (Anonim, 1995).
- b. Timbang saksama 50 mg CaCO₃, larutkan dalam beberapa tetes HCl 0,01N hingga tidak timbul gas dan larutan menjadi jernih. Tambahkan larutan NaOH sampai pH 8-10, encerkan dengan air hingga 50 ml, tambahkan 2 ml dapar ammonia pH 10, 1 ml magnesium edetat 0,1 M dan 3 tetes hitam eriokrom. Titrasi dengan dinatrium EDTA 0,05 M hingga warna merah anggur berubah menjadi biru.

Reaksi:



Perhitungan:

$$\text{Kadar CaCO}_3 = \frac{\text{ml dinatrium EDTA} \times \text{M dinatrium EDTA} \times 5,005}{\text{mg sampel} \times 0,05} \times 100\%$$

Catatan :

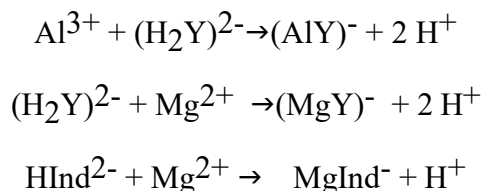
- a. Penetapan kadar Ca pada bahan yang terdapat dalam Farmakope Indonesia III. Timbang saksama sejumlah zat uji seperti yang tertera pada monografi, larutkan dalam beberapa ml air, jika perlu asamkan dengan sedikit HCl 2 M, encerkan dengan air secukupnya hingga 100 ml, Titrasi dengan dinatrium EDTA 0,05 M, dan pada 2 ml sebelum titik akhir titrasi, tambahkan 4 ml NaOH pH 10, dan 100 mg asam kalkon karboksilat campur. Lanjutkan titrasi hingga warna merah jambu berubah jadi biru. Satu ml dinatrium EDTA **0,05 M** setara dengan **2,004 mg Ca** (Anonim, 1979).
- b. Penetapan kadar Ca pada bahan yang terdapat dalam Farmakope Indonesia IV. Encerkan larutan uji dengan air hingga 300 ml, tambahkan 6 ml NaOH 10 N dan 15 mg asam kalkon karboksilat campur dan titrasi dengan dinatrium EDTA 0,1 M hingga warna ungu berubah menjadi biru tua. Satu ml dinatrium EDTA **0,1 M** setara dengan **4,008 mg Ca** (Anonim, 1995).

8. Penetapan kadar aluminium kalium sulfat (tawas)

- Timbang saksama 800 mg, masukkan ke dalam gelas piala 400 ml, basahkan dengan 1 ml asam asetat glasial dan tambahkan 50 ml air, 50 ml EDTA 0,05 M dan 20 ml dapar asam asetat 2 N-amonium asetat 2 N, hangatkan di atas tangas air sampai melarut sempurna, didihkan perlahan selama 5 menit. Dinginkan, tambahkan 50 ml etanol 95% dan 2 ml ditizon 0,025% dalam etanol 95%. Titrasi dengan zink sulfat 0,05 M hingga berwarna merah muda cerah. Lakukan penetapan blangko (Anonim, 1995).
- Timbang saksama 400 mg aluminium kalium sulfat, larutkan dalam 130 ml air, tambahkan 30 ml dinatrium EDTA 0,05 M, panaskan di atas tangas air selama 10 menit, dinginkan, tambahkan 5 g heksamin. Titrasi dengan larutan zink sulfat 0,05 M menggunakan indikator 0,4 ml jingga xilenol.

Satu ml dinatrium EDTA 0,05 M setara dengan 23,72 mg $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.

Reaksi:



Perhitungan:

$$[(30 \times \text{M diNaEDTA}) - (\text{ml MgSO}_4 \times \text{M MgSO}_4)] \times 23,72$$

$$\text{Kadar tawas} = \frac{\text{Perhitungan}}{\text{mg sampel} \times 0,05} \times 100\%$$

Catatan : Penetapan kadar Al pada bahan yang terdapat dalam Farmakope Indonesia IV.

Ke dalam 20 ml larutan uji tambahkan 25 ml dinatrium edetat dan 10 ml campuran volume sama banyak dapar asam asetat 2 N-amonium asetat 2 N. Panaskan hingga mendidih selama 2 menit, dinginkan dan tambahkan 50 ml etanol 95% dan 3 ml ditizon 0,025% dalam etanol 95% yang dibuat segar. Titrasi kelebihan dinatrium EDTA dengan zink sulfat 0,05 M hingga warna biru kehijauan berubah menjadi ungu kemerahan.

Satu ml dinatrium EDTA **0,1 M** setara dengan **2,698 mg Al** (Anonim, 1995)

9. Penentuan Kadar ZnO

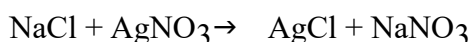
Timbang seksama 50 mg zink oksida dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL dan dilarutkan dengan 50 mL aquades. Tambahkan 10 mL dapar ammonia pH 10 dan ditambahkan indicator EBT dan selanjutnya dititrasi dengan larutan EDTA 0,05 N. catat volumenya dan dilakukan 3 x pengulangan.

Perhitungan:

$$\text{Kadar ZnO} = \frac{\text{ml EDTA} \times \text{N diNaEDTA} \times 3,96}{\text{mg sampel} \times 0,05} \times 100\%$$

ARGENTOMETRI

Suatu reaksi pengendapan dapat dimanfaatkan untuk keperluan penetapan secara volumetrik asalkan dapat dipastikan bahwa reaksi pengendapan tersebut dapat berjalan secara sempurna. Karenanya, larutan perak nitrat dimasukkan ke dalam larutan natrium klorida akan terbentuk endapan perak klorida dan titik akhirnya adalah saat dimana semua klorida diendapkan menjadi perak klorida.



Kendati demikian mengamati sempurnanya terjadi suatu reaksi pengendapan karena penambahan suatu larutan sulit dilakukan, dan biasanya dibuatkan suatu reaksi kimia yang menyebabkan terjadi endapan berwarna atau larutan berwarna pada saat titik akhir tercapai. Untuk keperluan ini dapat dipakai larutan kalium kromat; perak nitrat yang ditambahkan pada klorida akan diendapkan sebagai perak klorida. Selanjutnya, jika semua klorida telah diendapkan, tetesan perak nitrat berikutnya menyebabkan terjadinya reaksi pengendapan kromat berwarna merah yang menandakan titik akhir telah tercapai. (Beckett, 1968).

Lebih lengkap lagi, dinyatakan bahwa titik akhir dapat ditetapkan dengan salah satu cara berikut ini (Jenkins, 1957):

1. Dengan menambahkan larutan baku ke dalam larutan zat yang dianalisa sampai selanjutnya timbul endapan. Metode ini sering dipakai dalam penentuan kandungan klorida dari ion klorida dengan menggunakan larutan perak nitrat.
2. Dengan menambahkan larutan baku ke dalam suatu larutan zat yang jernih yang akan dianalisa sampai suatu endapan mulai terbentuk. Ini seringkali digunakan dalam titrasi alkalisianida dengan larutan baku perak nitrat.
3. Dengan memakai indikator.

Indikator yang umum digunakan adalah :

1. Besi (III) amonium sulfat, dibuat dengan melarutkan 8 g besi (III) amonium sulfat dalam aquades hingga 100 ml. Indikator ini digunakan untuk titrasi langsung maupun titrasi kembali dengan larutan baku amoniumtiosianat, terhadap Ag^+ dan Hg^{2+} . Tiosianat bereaksi dengan besi(III)amonium sulfat membentuk besi(III)tiosianat berwarna merah.
2. Kalium kromat, dibuat dengan melarutkan 10 g kalium kromat dengan aquades secukupnya hingga 100 ml. Indikator ini digunakan untuk mentitrasi larutan klorida dengan larutan baku

larutan perak nitrat. Titik akhir ditunjukkan dengan terbentuknya perak krimat yang berwarna merah intensif.

3. Diiodofluorescein, dibuat dengan melarutkan 0,5 g diiodofluorescein dalam campuran 75 ml alkohol dan 30 ml air. Indikator ini digunakan untuk titrasi

halida secara langsung menggunakan larutan baku perak nitrat.

4. Diklorofluoreceinn, dibuat dengan melarutkan 0,1 g diklorofluorescein dalam 60 ml alkohol, kemudian ditambahkan 2,5 ml NaOH 0,1 N, dicampur dan diencerkan dengan air hingga 100 ml. Diklorofluoreceinn digunakan sebagai indikator adsorpsi untuk titrasi halida secara langsung dengan menggunakan larutan baku perak nitrat. Titik akhir titrasi ditunjukkan jika warna endapan perak halogen berubah nyata karena menyerap indikator. Perubahan warna lebih baik dilihat pada sinar difusi (Jenkins, 1957).

Metode-metode dalam titrasi argentometri :

1. Metode Mohr, hanya dapat digunakan dalam suasana netral untuk menetapkan kadar bromida dan klorida dengan larutan baku perak nitrat menggunakan indikator larutan kalium kromat. Titrasi dilakukan pada pH 6,5-9. Cara yang mudah untuk membuat larutan netral dari larutan asam adalah dengan menambahkan CaCO_3 bebas klorida atau NaHCO_3 . Untuk larutan yang alkalis, diasamkan dahulu dengan asam asetat baru kemudian ditambah sedikit CaCO_3 .
2. Metode Volhard, digunakan untuk menetapkan kadar klorida, bromida dan iodida dalam suasana asam (HNO_3) dengan larutan baku kalium atau amonium tiosianat menggunakan indikator larutan besi (III) nitrat atau besi (III) amoniumsulfat. Titrasi dilakukan dengan cara menambahkan larutan baku perak nitrat berlebihan bersamaan dengan penambahan asam nitrat pekat, kelebihan perak nitrat dititrasi dengan larutan baku tiosianat. Suhu larutan harus dijaga dibawah 25°C karena pada suhu tinggi warna kompleks besi(III)tiosianat menjadi memudar/hilang..

Bromida dan iodida dapat ditentukan dengan metode ini tanpa harus menyaring perak halida yang terbentuk. Lain halnya dengan klorida, dilakukan penambahan nitrobenzene untuk melapisi perak klorida, sehingga tidak bereaksi dengan amoniumtiosianat (1 ml nitobenzen untuk setiap 50 mg klorida) (Beckett, 1968; Anonim, 1985).

3. Metode Fajans, menggunakan indikator adsorpsi. Indikator ini tidak memberikan perubahan warna dari larutan tapi pada permukaan endapan.

4. Liebic, digunakan untuk menetapkan kadar alkali sianida dengan larutan baku perak nitrat, Titik akhir titrasi tidak ditentukan dengan menggunakan indikator tapi ditunjukkan dengan terjadinya kekeruhan (Anonim, 1985).

1. Pembuatan larutan indikator eosin

Larutkan 50 mg eosin dalam 10 ml air (Anonim, 1979; Anonim, 1995).

2. Pembuatan indikator larutan besi (III) amonium sulfat

Larutkan 8 g besi(III)amonium sulfat dalam air hingga 100 ml (Anonim, 1995).

3. Pembuatan larutan AgNO₃ 0,1 N

Larutkan 16,989 g AgNO₃ dalam air secukupnya hingga 1000 ml (Beckett, 1968).

4. Pembakuan larutan AgNO₃ 0,1 N

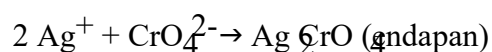
- a. Sejumlah NaCl dikeringkan pada suhu 300°C selama 2 jam.

Pipet 25 ml larutan NaCl 0,1 N, masukkan dalam erlemeyer, tambahkan 1 ml kalium kromat 5% b/v, dan titrasi, sambil dikocok terus menerus, dengan AgNO₃ 0,1 N sampai berwarna coklat-merah.lemah. Tidak boleh ada pengenceran dengan air (misalnya pembilasan ujung buret) selama titrasi (Beckett, 1968).

- b. Sejumlah NaCl dikeringkan pada suhu 100-130°C. Timbang saksama 250 mg, larutkan dalam 50 ml air. Titrasi dengan larutan AgNO₃ menggunakan 1 ml kalium kromat 5% b/v sampai berwarna coklat-merah lemah.

Satu ml AgNO₃ 0,1 N setara dengan 5,844 mg NaCl (Anonim, 1979; Beckett, 1968).

Reaksi:



Perhitungan:

mg NaCl

$$\text{Normalitas AgNO}_3 = \frac{\text{mg NaCl}}{\text{BM NaCl} \times \text{ml AgNO}_3}$$



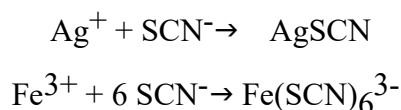
5. Pembuatan larutan amonium tiosianat 0,1 N

Larutkan 8 g amoniumtiosianat dalam air secukupnya hingga 1000 ml (Anonim, 1979).

6. Pembakuan larutan amoniumtiosianat 0,1 N

Masukkan 30 ml AgNO_3 0,1 N ke dalam labu bersumbat kaca. Encerkan dengan 50 ml air, tambahkan 2 ml asam nitrat pekat. **Titrasi dengan larutan amoniumtiosianat menggunakan indikator larutan besi (III) amonium sulfat** hingga tepat mulai terjadi warna coklat merah (Anonim, 1979).

Reaksi:



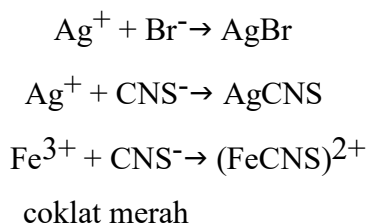
Perhitungan:

$$\text{Normalitas } \text{NH}_4\text{SCN} = \frac{30 \times \text{N } \text{AgNO}_3}{\text{ml } \text{NH}_4\text{SCN}}$$

7. Penetapan kadar natrium bromida (Metode Volhard)

Timbang saksama 400 mg NaBr, larutkan dalam campuran 40 ml air dan 5 ml HNO_3 pekat, tambahkan 50 ml AgNO_3 0,1 N. Titrasi dengan **amonium tiosianat 0,1 N** menggunakan **indikator besi(III)amonium sulfat**, pada waktu mendekati titik akhir, kocok kuat-kuat. Satu ml AgNO_3 0,1 N setara dengan 10,29 mg NaBr.(Anonim, 1979).

Reaksi:




Perhitungan:

$$\text{Kadar NaBr} = \frac{[(\text{ml } \text{AgNO}_3 \times \text{N } \text{AgNO}_3) - (\text{ml } \text{NH}_4\text{CNS} \times \text{N } \text{NH}_4\text{CNS})] 10,29}{\text{mg sampel} \times 0,1} \times 100\%$$

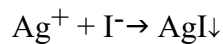
8. Penetapan kadar kalium iodida (metode Fajans)

Timbang saksama 300 mg kalium iodida, larutkan dalam 25 ml air., tambahkan 25 ml asam asetat 6%. **Titration with 0,1 N AgNO₃ solution using 2 drops eosin 0,5% b/v**

hingga endapan yang terbentuk berubah menjadi merah. 

Satu ml AgNO₃ 0,1 N setara dengan 16,60 mg KI.

Reaksi:



Perhitungan:

$$\text{Kadar KI} = \frac{\text{ml AgNO}_3 \times \text{N AgNO}_3 \times 16,60}{\text{mg sampel} \times 0,1} \times 100\%$$

9. Penetapan kadar Vitamin B₁ atau tiamin HBr, yang rumus molokulnya C₁₂H₁₂ON₄SBr.HBr dan bobot molekul 435,2.

Cara titrasi ada dua tahap:

Pertama untuk menetralkan asam HBr, sehingga sebanyak 300 mg vitamin B₁, ditimbang teliti, larutkan dalam air bebas CO₂ sebanyak 30 ml sampai larut sempurna, kemudian tambah 5 tetes larutan indikator biru brom timol, sehingga timbul warna biru kehijauan.

Kedua, kemudian larutan hasil titrasi diasamkan dengan Asam nitrat 1 N sebanyak 5 ml, dan ditambah indikator larutan , tambah larutan ferri amonium sulfat 0,1N 1ml dan 1 ml 0,1N Amonium rodanida, larutan akan akan menjadi warna merah, baru kemudian dititrasi dengan AgNO₃, 0,1N sampai warna tepat hilang (mengapa? Dan terangkan dengan reaksi!!!). Selisih jumlah AgNO₃ dikurangi jumlah NaOH adalah setara dengan Tiamin bromida.

Perhitungan :

$$\text{Kadar} = \frac{\{(\text{ml AgNO}_3 \times \text{N AgNO}_3) - (\text{ml NaOH} \times \text{N NaOH})\} \times 43,52}{\text{mg Vitamin B}_1 \times 0.1} \times 100 \%$$

Cara alternatif. Bila berdasar rumus molekul didapatkan ada 2 Br dalam tiap molekul Vitamin B1 bromida. Sehingga tiap mol AgNO₃, akan setara dengan 0,5 mol vitamin B-1, maka bila dititrasi langsung secara argentometri rumus kadar menjadi:

$$\text{Kadar} = \frac{(\text{ml AgNO}_3 \times \text{N AgNO}_3) \times 0,5 \times 43,52}{\text{mg Vitamin B1} \times 0.1} \times 100 \%$$

Untuk Tiamin HCl (C₁₂H₁₇ClN₄OS.HCl) BM nya adalah 337,27 (Anonim, 1979)

10. Penentuan Kadar Teofilin

250 mg teofilin ditambahkan 100 mL aquades dan 20 mL AgNO₃ 0,1 N, kemudian dihomogenkan. Tambahkan 1 mL indicator merah fenol dan setelah itu dititrasi dengan NaOH 0,1 N.

Satu ml NaOH **0,1 N** setara dengan **18,02** mg C₇H₈N₄O₂ (teofilin)

Perhitungan :

$$\text{Kadar Teofilin (\%)} = \frac{\text{ml NaOH} \times \text{N NaOH} \times 18,02}{\text{mg sampel} \times 0.1} \times 100 \%$$