



**MODUL PEMBELAJARAN
PRAKTIK
Mata Kuliah Praktek Kimia Analisa
Dasar
Semester II**

**Penyusun :
Dharma Yanti, M.Farm**

**PROGRAM STUDI FARMASI
SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN
MEDISTRA INDONESIA
TAHUN 2021/2022**



SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN (STIKes)

MEDISTRA INDONESIA

PROGRAM STUDI PROFES NERS-PROGRAM STUDI ILMU KEPERAWATAN (S1)

PROGRAM STUDI PROFESI BIDAN – PROGRAM STUDI KEBIDANAN (S1)

PROGRAM STUDI FARMASI (S1)-PROGRAM STUDI KEBIDANAN (D3)

Jl.Cut Mutia Raya No. 88A-Kel.Sepanjang Jaya – Bekasi Telp.(021) 82431375-77 Fax (021) 82431374

Web:stikesmedistra-indonesia.ac.id **Email:** stikes_mi@stikesmedistra-indonesia.ac.id

MODUL PRAKTIKUM KIMIA ANALISA DASAR

PROGRAM STUDI FARMASI

STIKES MEDISTRA INDONESIA

Nomor Dokumen	:	FM.030/A.003/WK1/STIKESMI-UPM/2022	Tanggal Pembuatan	:	15 Maret 2022
Revisi	:	0	Tgl efektif	:	22 Maret 2022

VISI MISI PROGRAM STUDI FARMASI

STIKES MEDISTRA INDONESIA

Visi

Menjadi program studi farmasi yang kompetitif, humanistik dan unggul dalam komunikasi dan kewirausahaan.

Misi

1. Mengembangkan dan menjalankan kurikulum sesuai capaian pembelajaran dengan unggulan komunikasi farmasi dan kewirausahaan.\
2. Mengembangkan penelitian inovasi sediaan farmasi dan pelayanan kefarmasian secara mandiri dan kolaboratif yang bermanfaat untuk masyarakat
3. Pengabdian masyarakat melalui edukasi dan pelayanan kefarmasian
4. Menjalin kerjasama dengan institusi kesehatan dan stake holder dalam pencapaian lulusan yang profesional dan berjiwa kewirausahaan

Diketahui,
Kepala Program Studi Farmasi

Apt. Dra. Aluwi Nirwana Sani, M.Farm

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kehadiran Tuhan Yang Kuasa sehingga Modul Ajar Mata Kuliah Praktikum Kimia Analisa Dasar. Ini telah dapat disusun. Harapan dari tersusunnya modul ini ada untuk dapat digunakan oleh mahasiswa selama proses pembelajaran tahap akademik pada mata kuliah Praktikum Kimia Analisa Dasar. Diharapkan para dosen pengajar dapat memanfaatkan modul ini dengan sebaik-baiknya selama pelaksanaan proses belajar mengajar.

Dalam modul pembelajaran ini sudah tersusun materi yang akan tersampaikan dan latihan-latihan soal pada setiap materinya, sehingga mahasiswa dapat banyak membaca dan berlatih untuk meningkatkan kemampuannya.

Semoga modul pembelajaran mata kuliah Praktikum Kimia Analisa Dasar dapat memberikan banyak manfaat bagi mahasiswa dan dosen pengajar. Kami juga mengharapkan masukan dari para pembaca, untuk dapat meningkatkan kualitas dari modul yang sudah kami buat.

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	1
HALAMAN PENGESAHAN.....	2
KATA PENGANTAR	3
DAFTAR ISI.....	4
Tata Tertib Laboratorium.....	6
BAB.I PENDAHULUAN.....	10
BAB.II PRAKTIKUM IDENTIFIKASI KATION ANION.....	20
BAB.III PRAKTIKUM ANALISIS KUALITATIF OBAT	25
BAB.IV PRAKTIKUM ACIDI-ALKALIMETRI.....	31
BAB.V PRAKTIKUM NITRIMETRI.....	45

Penggunaan Modul

Modul ini sebagai penuntun dalam proses pembelajaran, sangat penting untuk dipelajari karena akan sangat berkaitan dengan materi berikutnya dalam mata kuliah Praktikum Kimia Analisa Dasar, untuk dapat memahami uraian materi dalam modul ini dengan baik, maka ikuti penggunaan modul ini, yaitu:

1. Bacalah dengan cermat bagian pendahuluan ini sampai anda memahami betul apa, untuk apa, dan bagaimana mempelajari modul ini.
2. Bacalah modul ini secara teratur dimulai dari kegiatan belajar dengan mengikuti materi-materi yang dibahas dan temukan kata-kata yang dianggap baru. Carilah arti dari kata-kata tersebut dari kamus ataupun media internet.
3. Carilah informasi sebanyak-banyaknya tentang materi modul untuk lebih memahami materi yang dipelajari.
4. Pada akhir kegiatan belajar ada latihan untuk menguji pemahaman anda mengenai materi yang telah dibahas. Apabila pemahaman anda belum maksimal, anda ditugaskan kembali untuk mempelajari materi terkait hingga memahami dan dapat melanjutkan pada kegiatan berikutnya.
5. Apabila evaluasi menyatakan anda mampu menjawab dengan tepat dan sistematis maka anda telah menyelesaikan kegiatan pembelajaran pada modul ini.

TATA TERTIB LABORATORIUM KIMIA ANALISA

STIKES MEDISTRA INDONESIA

TEMPAT DAN WAKTU PRAKTIKUM

1. Praktikum Kimia Analisis dilaksanakan di laboratorium Kimia, STIKES MEDISTRA INDONESIA fakultas Farmasi .
2. Waktu praktikum dilaksanakan sesuai dengan jadwal praktikum yang telah ditentukan.
3. Praktikan harus berada di tempat praktikum selambat-lambatnya 5 menit sebelum praktikum dimulai.
4. Praktikan yang datang terlambat lebih dari 15 menit dari waktu yang telah ditentukan, **tidak diperkenankan** melakukan percobaan.
5. Praktikan hanya boleh melakukan percobaan jika telah melakukan pembicaraan atau responsi.
6. Sebelum pembicaraan dimulai praktikan harus menyiapkan jurnal praktikum

ALAT-ALAT DAN PEREAKSI

1. Sebelum dan sesudah praktikum, semua praktikan harus mengecek dan mengembalikan alat-alat inventarisnya.
2. Alat-alat yang hilang atau pecah harus diganti dengan alat-alat yang sama atau diganti dengan uang yang besarnya ditentukan oleh laboratorium.
3. Botol-botol pereaksi harus ditempatkan pada tempat yang telah ditentukan dan pengambilan pereaksi harus dilakukan dengan pipet yang khusus untuk tiap pereaksi.
4. Botol-botol pereaksi yang kosong harus cepat diberitahukan kepada asisten atau laboran untuk diisi kembali.

KEBERSIHAN LABORATORIUM

1. Semua praktikan diwajibkan memakai jas laboratorium untuk menjaga kerusakan akibat zat-zat kimia.
2. Tidak diperkenankan membuang sampah atau kertas saring pada bak pencuci, buanglah sampah tersebut pada tempat yang telah disediakan.
3. Jika ada zat-zat kimia yang tumpah, harus cepat dibersihkan dengan air, karena zat-zat tersebut dapat merusak meja praktikum jika tidak segera dibersihkan. Jika terjadi kecelakaan cepat diberitahukan kepada asisten yang bertugas.

4. Selama praktikum, semua praktikan tidak diperbolehkan merokok dalam ruangan laboratorium dan tidak diperkenankan memakai sandal.
5. Berbicaralah seperlunya selama praktikum dan tidak diperkenankan mengganggu ketenangan pekerja-an orang lain.

JURNAL, LAPORAN DAN PENILAIAN PRAKTIKUM

1. Jurnal dibuat pada buku tulis biasa bersampul plastik
2. Jurnal diisi dengan format : judul percobaan, Tujuan, Prinsip, Prosedur yang dibuat dalam bentuk diagram alir, Pengamatan dan Perhitungan.
3. Laporan dibuat pada kertas A4 ditulis tangan.
4. Laporan dibuat sesuai dengan format dan harus berisi: Tujuan Percobaan, Prinsip Percobaan, Teori, Hasil Pengamatan, Kesimpulan dan Daftar Pustaka yang digunakan.
5. Laporan lengkap harus diserahkan kepada asisten yang bertugas sekurang-kurangnya satu minggu setelah percobaan dilakukan, dan harus meminta paraf dari asisten yang menerima laporan tersebut. Jika dalam dua minggu belum memberikan laporan percobaan, maka praktikan yang bersangkutan tidak diperkenankan mengikuti praktikum selanjutnya sampai laporan diserahkan.
6. Penilaian praktikum ditentukan oleh hasil-hasil berikut:

a. Quiz/pembicaraan	15%
b. Kondite kerja	20%
c. Laporan praktikum	25%
d. Ujian Akhir Semester	40%
7. Praktikan yang mendapat nilai D diperkenankan untuk mengikuti ujian lagi bersama rombongan baru, tanpa harus mengikuti kembali praktikum.

LAIN-LAIN

1. Praktikan wajib mengikuti semua kegiatan praktikum.
2. Praktikan yang tidak masuk karena sakit atau ada musibah/halangan harus memberi surat keterangan dari orang tua/wali atau surat keterangan dokter.
3. Modul yang belum dikerjakan, diselesaikan pada waktu yang ditentukan atau mengikuti kelompok lain dengan persetujuan koordinator laboratorium.
4. Setiap praktikum yang telah 2x berturut-turut tidak masuk praktikum, kegiatannya dihentikan dan harus mengulang lagi bersama-sama rombongan baru.
5. Hal-hal lain yang belum diatur dalam tata tertib ini akan ditentukan kemudian.

PERINGATAN KESELAMATAN DI LABORATORIUM

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

BAB I PENDAHULUAN

Kation adalah ion yang bermuatan positif, sedangkan anion adalah ion yang bermuatan negatif. Ion satu dengan lainnya dapat dibedakan karena tiap ion mempunyai reaksi kimia spesifik. Kation dan anion merupakan penyusun suatu senyawa, sehingga untuk menentukan jenis zat atau senyawa tunggal secara sederhana dapat dilakukan dengan menganalisis jenis kation dan anion yang dikandungnya.

Reagensia golongan yang dipakai untuk klasifikasi kation yang paling umum adalah asam klorida, hidrogen sulfida, ammonium sulfida, dan ammonium karbonat. Klasifikasi ini didasarkan atas apakah suatu kation bereaksi dengan reagensia-reagensia ini dengan membentuk endapan atau tidak. Jadi boleh dikatakan, bahwa klasifikasi kation yang paling umum didasarkan atas perbedaan kelarutan dari klorida, sulfida, dan karbonat dari kation tersebut.

Kelima golongan kation dan ciri khas golongan-golongan ini adalah sebagai berikut:

Golongan I : kation golongan ini membentuk endapan dengan asam klorida encer.

Golongan II : kation golongan ini tidak bereaksi dengan asam klorida, tetapi membentuk endapan dengan hidrogen sulfida dalam suasana asam mineral encer.

Golongan III : kation golongan ini tak bereaksi dengan asam klorida encer, ataupun dengan hidrogen sulfida dalam suasana asam mineral encer. Namun, kation ini membentuk endapan dengan ammonium sulfida dalam suasana netral atau amoniak.

Golongan IV : kation golongan ini tak bereaksi dengan reagensia golongan I, II, III. Kation-kation ini membentuk endapan dengan amonium karbonat dengan adanya amonium klorida, dalam suasana netral atau sedikit asam.

Golongan V : kation-kation yang umum, yang tidak bereaksi dengan reagensia-reagensia golongan sebelumnya, merupakan golongan kation yang terakhir.

Pemisahan anion-anion yang memungkinkan adalah menggolongkannya dalam golongan-golongan utama, berdasarkan pada kelarutan garam peraknya, garam kalsium atau bariumnya dan garam zinknya.

Uji pendahuluan yang dilakukan terhadap sampel yang dianalisis dapat memberikan petunjuk yang sangat penting dan akan memudahkan analisis lebih lanjut. Untuk beberapa ion tertentu uji pendahuluan sudah memberikan kepastian. Beberapa uji pendahuluan yang akan kita kerjakan dalam praktikum kali ini adalah:

1. Uji pendahuluan secara organoleptis
2. Uji pendahuluan untuk kation
3. Uji pendahuluan untuk anion

1. Uji pendahuluan secara organoleptis

Bentuk : Perhatikan bentuk dari sampel apakah berupa padatan atau larutan. Bila sampel berupa padatan atau kristal perhatikan bentuknya secara mikroskopis.

Warna : perhatikan warna padatan atau larutan

Padatan:

Merah	: Pb_3O_4 , HgO , HgI_2 , HgS , Sb_2S_3 , CrO_3 , $\text{K}_3(\text{Fe}(\text{CN})_6)$
Merah jingga	: $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
Merah keunguan	: CdS , As_2S_3 , PbI_2 , $\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6)$, K_2CrO_4 , FeCl_3 , $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$
Hijau	: Cr_2O_3 , Hg_2I_2 , $\text{Cr}(\text{OH})_3$, garam-garam fero (Fe^{2+}), garam-garam nikel (Ni^{2+}), CuCO_3 , $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Biru	: Garam-garam kobalt (CO^{2+}) anhidrat, garam-garam tembaga (Cu^{2+}) terhidrat.
Coklat	: PbO_2 , CdO , Fe_3O_4 , Fe_2O_3 , $\text{Fe}(\text{OH})_3$
Hitam	: PbS , CuS , CuO , HgS , FeS , MnO_2 , CoS , NiS dan C (karbon)

Larutan:

Merah muda	: Co^{2+} , Mn^{2+}
Merah jingga	: $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$
Kuning	: CrO_4^{2-} , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$, Fe^{3+}
Hijau	: Ni^{2+} , Fe^{2+} , Cr^{3+}
Biru	: Cu^{2+} (dari garam-garam terhidrat)
Ungu	: MnO_4^-

Sifat : Perhatikan apakah sampel itu bersifat higroskopis atau tidak.

Zat-zat yang bersifat higroskopis antara lain CaCl_2 , MgCl_2 , NaOH . Periksa reaksinya terhadap lakmus merah atau lakmus biru, apakah bersifat netral atau basa.

Bau : cium baunya (hati-hati bau menusuk). Zat-zat yang berbau khas, misalnya H_2S , CH_3COOH , NH_4OH , dan Cl_2 .

Rasa : sebaiknya cara ini tidak dilakukan karena pada umumnya zat-zat kimia berbahaya.

2. Uji pendahuluan untuk kation

A. Uji nyala

Uji nyala adalah pemeriksaan sampel dengan membakarnya pada nyala oksidasi atau reduksi pembakar Bunsen. Tiap-tiap uap senyawa logam akan memberikan warna nyala yang khas (lihat tabel 1.1)

Tabel 1.1 Warna Nyala Beberapa Unsur Logam

Unsur	Warna nyala tanpa kaca kobalt	Warna nyala dengan kaca kobalt
Natrium	Kuning	Tidak berwarna
Kalium	Ungu	Merah padam
Kalsium	Merah bata	Hijau muda
Stronsium	Merah padam	Ungu
Barium	Hijau kekuningan	Hijau kebiruan
Litium	Merah karmin	Tidak berwarna
Tembaga	Hijau kebiruan	Tidak berwarna
As, Sb, Bi, Pb	Biru keabuan	Tidak berwarna

Langkah kerja:

- Letakkan 3-4 mg zat di atas kaca arloji, basahi dengan sedikit HCl pekat.
- Kawat platina atau Ni-Cr yang melingkari batang gelas dibersihkan dengan menclupkan ke dalam larutan HCl pekat, lalu bakar pada nyala oksidasi. Lakukan beberapa kali sampai nyala api tidak berwarna.
- Kawat yang telah bersih diclupkan ke dalam sampel, lalu bakar pada nyala api tak bercahaya.
- Amati warna yang muncul.

Perhatian:

Warna nyala natrium menutupi nyala logam-logam lain, sehingga bila dalam sampel terdapat natrium maka warna nyala logam lainnya dapat diamati dengan memandang nyala melalui lapisan kaca kobalt yang akan menyerap warna natrium dan warna-warna lainnya.

B. Identifikasi kation secara langsung

Untuk kation yang ada adalah : Fe^{+3} , Cu^{+2} , Ca^{+2} , Mg^{+2} , Al^{+3}

a) Kation Fe^{+3}

No	Nama Sampel Uji	Nama Pereaksi	Hasil pengamatan	Reaksi
1	FeCl_3	NaOH/ NaOH Berlebih		
2	FeCl_3	$\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{OH}$ berlebih		
3	FeCl_3	KSCN		
4	FeCl_3	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 / \text{Na C}_2\text{O}_4$		
5	FeCl_3	H_3PO_4		
6	FeCl_3	Asam Asetat encer, lalu dipanaskan		



$\text{Fe}(\text{OH})_3\downarrow$ berupa endapan merah coklat yang tidak larut dalam NaOH berlebih



$[\text{Fe}(\text{SCN})]\text{Cl}_2$ adalah senyawa kompleks berwarna merah darah

4. $\text{FeCl}_3 + \text{H}_3\text{PO}_4 \rightarrow \text{FePO}_4 \downarrow + \text{HCl}$
5. $\text{FeCl}_3 + \text{CH}_3\text{COOH} \rightarrow \text{Fe}(\text{CH}_3\text{COOH})_3 + \text{HCl}$
6. $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COOH})_3$ adalah larutan merah coklat yang jika dipanaskan akan membentuk endapan $\text{Fe}(\text{OH})_2(\text{CH}_3\text{COOH})$ coklat

b) Kation Cu^{+2}

No	Nama Sampel Uji	Nama Pereaksi	Hasil pengamatan	Reaksi
1	CuSO_4	NaOH/ NaOH Berlebih		
2	CuSO_4	$\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{OH}$ berlebih		
3	CuSO_4	Na_2CO_3		
4	CuSO_4	KSCN		
5	CuSO_4	KI		
6	CuSO_4	Asam Pospat (H_3PO_4)		

1. $\text{CuSO}_4 + \text{NaOH} \rightarrow \text{Cu}(\text{OH})_{2(s)} \downarrow + \text{Na}_2\text{SO}_4$
 $\text{Cu}(\text{OH})_{2(s)} \downarrow$ endapan biru yang tak larut dalam NaOH berlebih, jika dipanaskan akan timbul endapan hitam CuO.
2. $\text{CuSO}_4 + \text{NH}_4\text{OH} \rightarrow \text{Cu}(\text{OH})_{2(s)} \downarrow + (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4$
 Endapan $\text{Cu}(\text{OH})_{2(s)} \downarrow$ larut dalam NH_4^+ berlebih membentuk senyawa kompleks
 $\text{Cu}(\text{OH})_{2(s)} \downarrow + (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 + \text{NH}_4\text{OH} \rightarrow [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$
3. $\text{CuSO}_4 + \text{KSCN} \rightarrow \text{Cu}(\text{SCN})_2 + \text{K}_2\text{SO}_4$
 endapan hitam $\text{Cu}(\text{SCN})_2$
4. $\text{CuSO}_4 + \text{KI} \rightarrow \text{CuI}_2 + \text{K}_2\text{SO}_4$
 endapan CuI_2 langsung terurai menjadi $\text{CuI} + \text{I}_2$, dimana CuI endapan berwarna Putih

c) Kation Al^{+3}

No	Nama Sampel Uji	Nama Pereaksi	Hasil pengamatan	Reaksi
1	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	NaOH/ NaOH Berlebih		
2	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	$\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{OH}$ berlebih		
3	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	Na_2CO_3		
4	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 / \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$		
5	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	Asam Asetat, lalu dipanaskan		
6	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	Asam Pospat (H_3PO_4), sebagian di reaksikan dengan		

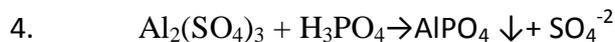
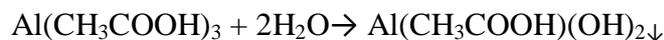
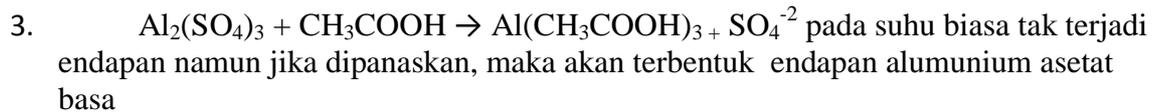
		KOH, Sebagian direaksikan dengan HCl		
--	--	--------------------------------------------	--	--



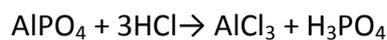
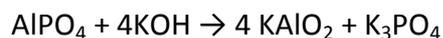
$Al(OH)_3$ berupa endapan putih yang dapat larut lagi dalam NaOH berlebih



$Al(OH)_3$ endapan putih yang tidak larut dalam NH_4OH berlebih

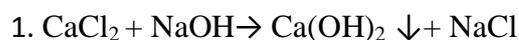


$AlPO_4 \downarrow$ endapan aluminium pospat dapat larut dalam Basa kuat atau asam kuat

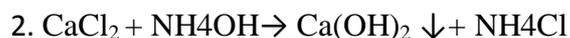


d) Kation Ca^{+2}

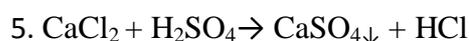
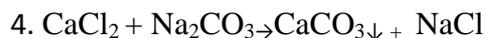
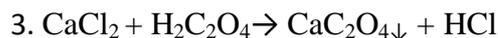
No	Nama Sampel Uji	Nama Pereaksi	Hasil pengamatan	Reaksi
1	$CaCl_2$	NaOH/ NaOH Berlebih		
2	$CaCl_2$	NH_4OH/NH_4OH berlebih		
2	$CaCl_2$	Na_2CO_3		
3	$CaCl_2$	$H_2C_2O_4 / Na_2C_2O_4$		
4	$CaCl_2$	H_2SO_4		
5	$CaCl_2$	H_3PO_4		



$Ca(OH)_2 \downarrow$ endapan ini tidak larut dalam NaOH berlebih



$Ca(OH)_2 \downarrow$ endapan ini tidak larut dalam NH_4OH berlebih



e) Kation Mg^{+2}

No	Nama Sampel Uji	Nama Pereaksi	Hasil pengamatan	Reaksi
1	$MgSO_4$	NaOH/ NaOH berlebih		
2	$MgSO_4$	NH_4OH/NH_4OH berlebih		
2	$MgSO_4$	Na_2CO_3		
3	$MgSO_4$	$H_3PO_4 + NH_4Cl$		

- Larutan Uji Mg^{+2} ($MgSO_4$) di tambah larutan NaOH
 \rightarrow ppt (endapan putih) $Mg(OH)_2$, endapan tersebut sukar larut dalam NaOH berlebih
 $MgSO_4 + NaOH \rightarrow Mg(OH)_{2(s)} + Na_2SO_4$
- Larutan Uji Mg^{+2} ($MgSO_4$) di tambah larutan Na_2CO_3
 \rightarrow ppt (endapan putih) $MgCO_3$,
 $MgSO_4 + Na_2CO_3 \rightarrow MgCO_{3(s)} + Na_2SO_4$
- Larutan Uji Mg^{+2} ($MgSO_4$) di tambah larutan NH_4Cl dan Asam pospat (H_3PO_4) \rightarrow ppt (endapan putih) $MgNH_4PO_4$,
 $MgSO_4 + H_3PO_4 + NH_4Cl \rightarrow MgNH_4PO_{4(s)} + H_2O$

3. Uji pendahuluan untuk anion

A. Pengujian anion dengan H_2SO_4 encer

Zat	Warna gas	Bau gas	Gas yang Terjadi	Reaksi untuk gas yang terjadi
CO_3^{2-}, HCO_3^-	Tidak Berwarna	-	CO_2	Mengeruhkan air barit ($Ba(OH)_2$)
SO_3^{2-}	Tidak berwarna	Menusuk	SO_2	Menghijaukan kertas saring yang dibasahi $K_2Cr_2O_7$ + asam
$S_2O_3^{2-}$	Tidak	Menusuk	$SO_2 + S$	Menghijaukan kertas
S^{2-}	Tidak Berwarna	Telur Busuk	H_2S	Menghitamkan kertas Pbasetat. Terjadi endapan S.
CH_3COOH	Tidak Berwarna	Cuka	CH_3COOH	-

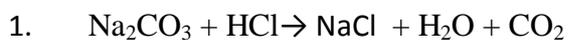
H ₂ O ₂ , CO ₂ , Na ₂ O ₂	Tidak Berwarna	-	O ₂	Menyalakan bara api
NO ₂	Coklat kemerah merahan	Menusuk	NO ₂	Dengan kertas KI atau kanji membentuk warna hitam kebiru-biruan
NaOCl CaOCl ₂ (kaporit)	Hijau Kekuningan	Menusuk	Cl ₂	Kertas lakmus biru berubah menjadi merah kemudian luntur. Dengan kertas KI/kanji membentuk warna biru
SO ₂ dari tiosianat	Tidak berwarna	Menusuk	SO ₂	Didihkan, membentuk larutan berwarna kuning (menghilangkan warna fuksin)

B. Identifikasi anion secara langsung

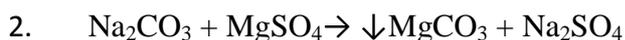
Anion golongan (I⁻, Br⁻, CO₃²⁻, MnO₄⁻, C₂O₄²⁻, S₂O₃²⁻, CH₃COO⁻)

a) Anion CO₃²⁻

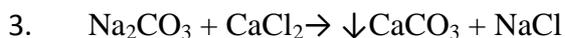
No	Nama Sampel Uji	Nama Pereaksi	Hasil pengamatan	Reaksi
1	Na ₂ CO ₃	HCl		
2	Na ₂ CO ₃	MgSO ₄		
3	Na ₂ CO ₃	CaCl ₂		



Terdapat gelembung gas CO₂



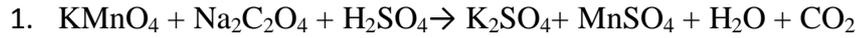
Terdapat endapan putih



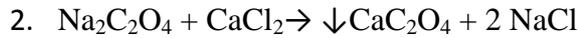
Terdapat endapan putih

b) Anion C₂O₄²⁻

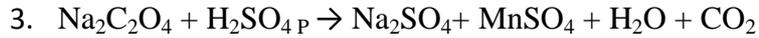
No	Nama Sampel Uji	Nama Pereaksi	Hasil pengamatan	Reaksi
1	Na ₂ C ₂ O ₄	+ H ₂ SO ₄ + KMnO ₄ dipanaskan		
2	Na ₂ C ₂ O ₄	+ CaCl ₂		
3	Na ₂ C ₂ O ₄	+ H ₂ SO ₄ p		



Warna violet dari KMnO_4 luntur dan terbentuk gas karbondioksida



$\downarrow \text{CaC}_2\text{O}_4$ endapan kalsium oksalat ini mudah larut dalam asam kuat encer tapi tidak larut dalam asam asetat encer



Natrium oksalat dengan asam sulfat pekat akan menimbulkan gas CO_2 tapi tidak dengan asam sulfat encer

c) Anion I

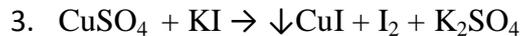
No	Nama Sampel Uji	Nama Pereaksi	Hasil pengamatan	Reaksi
1	KI	+ H_2SO_4 p		
		+ KMnO_4		
		+ CHCl_3 (jika ada)		
2	KI	+ HCl encer + FeCl_3		
3	KI	+ CuSO_4		
4	KI	+ H_2SO_4 p + indicator amylum		



Warna Iod akan terlihat dalam Chloroform, atau memberikan warna biru dengan indikator kanji



FeCl_3 dalam lingkungan asam dan adanya iodida membebaskan I_2 . Berbeda dengan klorida dan bromida



Endapan $\downarrow \text{CuI}$ berwarna putih



Asam sulfat pekat dengan KI melepaskan Iod . Iod dapat dikenal dengan amylum membentuk kompleks biru.

d) Anion Br⁻

No	Nama Sampel Uji	Nama Pereaksi	Hasil pengamatan	Reaksi
1	KBr	+ H ₂ SO ₄ p		
		+ KMnO ₄		
		+ CHCl ₃ (jika ada)		
2	KBr	+ H ₂ SO ₄ p + indikator amylum		



Warna Bromin akan terlihat dalam Chloroform sebagai uap merah coklat

Uap bromin dengan kertas amylum berwarna merah-jingga.

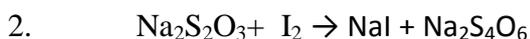


e) Anion S₂O₃²⁻

No	Nama Sampel Uji	Nama Pereaksi	Hasil pengamatan	Reaksi
1	Na ₂ S ₂ O ₃	+ H ₂ SO ₄ atau + HCl lalu dipanaskan		
2	Na ₂ S ₂ O ₃	+ I ₂ /Br ₂ /Cl ₂		
3	Na ₂ S ₂ O ₃	+ CuSO ₄		
4	Na ₂ S ₂ O ₃	+ FeCl ₃		



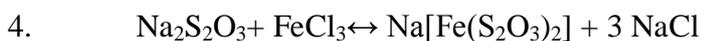
Na₂S₂O₃ jika di tambah asam pekat dan dipanaskan maka akan menghasilkan endapan kuning S↓, dan gas ↗SO₂



Melunturkan warna I₂/Br₂/Cl₂



Cu(II) yang berwarna biru di reduksi menjadi Cu(I)



Memberi warna violet yang kemudian hilang tak berwarna, warna violet diduga berasal dari Na[Fe(S₂O₃)₂]

BAB II

PRAKTIKUM IDENTIFIKASI KATION-ANION

Tujuan

Mahasiswa dapat mengidentifikasi dengan tepat kation yang terdapat dalam larutan sampel

Petunjuk

Setelah melalui praktikum pendahuluan tentang kation dan anion, dan mempelajari reaksi-reaksi kimia yang dapat terjadi pada setiap kation dan anion. Pada praktikum modul ini, mahasiswa diharapkan dapat mengidentifikasi anion dan kation dalam sampel.

Pada praktikum ini mahasiswa akan diberikan sampel dan kemudian melakukan analisis untuk mengetahui komponen kation apa saja yang terkandung dalam sampel tersebut, dalam sampel, kemungkinan akan terdapat dua atau lebih kation. Mahasiswa dapat mengidentifikasi sampel dengan mereaksikan sampel dengan larutan pereaksi seperti pada praktikum pendahuluan atau dengan uji nyala. Hasil reaksi dapat berupa terbentuknya endapan (putih atau berwarna), gas (berbau/tidak), atau warna nyala. Mahasiswa harus dapat membedakan antara kation satu dengan yang lain dan dapat menunjukkan reaksi yang spesifik untuk setiap kation yang terdapat dalam sampel.

Alat dan bahan

Alat:

1. Kawat platina
2. Tabung reaksi
3. Bunsen
4. Pipet tetes

Bahan:

1. Larutan sampel
2. Larutan pereaksi kation

FORMAT LAPORAN JURNAL

I. TUJUAN

II. PRINSIP

III. PROSEDUR

IV. DATA PENGAMATAN

No	Lar pereaksi	Hasil reaksi	Prediksi sampel	Preaksi spesifik	kesimpulan

PRAKTIKUM IDENTIFIKASI ANION

Tujuan

Mahasiswa dapat mengidentifikasi dengan tepat anion yang terdapat dalam larutan sampel

Petunjuk

Setelah melalui praktikum pendahuluan tentang kation dan anion, dan mempelajari reaksi-reaksi kimia yang dapat terjadi pada setiap kation dan anion. Pada praktikum modul ini, mahasiswa diharapkan dapat mengidentifikasi anion dan kation dalam sampel.

Pada praktikum ini mahasiswa akan diberikan sampel dan kemudian melakukan analisis untuk mengetahui komponen anion apa saja yang terkandung dalam sampel tersebut, dalam sampel, kemungkinan akan terdapat dua atau lebih anion. Mahasiswa dapat mengidentifikasi sampel dengan mereaksikan sampel dengan larutan pereaksi seperti pada praktikum pendahuluan atau mereaksikannya dengan H_2SO_4 encer. Hasil reaksi dapat berupa terbentuknya endapan (putih atau berwarna), gas (berbau/tidak), atau warna gas. Mahasiswa harus dapat membedakan antara anion satu dengan yang lain dan dapat menunjukkan reaksi yang spesifik untuk setiap anion yang terdapat dalam sampel.

Alat dan bahan

Alat:

1. Kawat platina
2. Tabung reaksi
3. Bunsen
4. Pipet tetes

Bahan:

1. Larutan sampel
2. Larutan pereaksi kation

FORMAT LAPORAN JURNAL

I. TUJUAN

II. PRINSIP

III. PROSEDUR

IV. DATA PENGAMATAN

No	Lar pereaksi	Hasil reaksi	Prediksi sampel	Preaksi spesifik	kesimpulan

BAB III
ANALISIS KUALITATIF SENYAWA OBAT

A. Tujuan

Memberikan keterampilan bagi mahasiswa dalam melakukan analisis kualitatif dalam identifikasi dan pemisahan obat.

B. Bahan Kimia

1. Larutan pereaksi
2. Pelarut dan bahan kimia yang lain

C. Alat-alat

1. Tabung reaksi 5 ml
2. Tabung reaksi 10 ml
3. Pipet tetes
4. Tang tabung (kayu/logam)
5. Serbet bersih
6. Tempat akuades
7. Tempat pencuci pipet
8. Beaker gelas
9. Gelas pengaduk
10. Lempeng penetes (drupple plat)
11. Objek gelas
12. Lampu spritus
13. Korek api

D. Sistematika Kerja

1. Organoleptis

Caranya dilihat, diraba kehalusannya dengan ujung jari, dibau, dan dirasakan. Sampel yang digunakan hanya sedikit saja. Jika perlu amati dibawah mikroskop apakah terdiri dari kristal atau amorf.

2. Kelarutan

Sampel dilarutkan dalam berbagai macam pelarut yaitu :

Pelarut anorganik : akuades, asam bebas, basa bebas. Coba kelarutannya mula-mula dalam keadaan dingin lalu dengan keadaan panas.

Pelarut organik : alkohol, aseton. pH larutan ditentukan dengan kertas pH. Perhatikan :

- Senyawa yang larut dalam asam biasanya basa, dan sebaliknya yang larut dalam basa biasanya asam.
- Senyawa yang larut dalam pelarut anorganik biasanya senyawa anorganik, senyawa organik yang dalam bentuk garam.
- Senyawa yang larut dalam pelarut organik biasanya senyawa organik.

3. Flouresensi di bawah lampu ultraviolet

Serbuk dala larutan dilihat di bawah sinar ultraviolet, misalnya serbuk asam salisilat berflouresensi ungu.

4. Pengarangan dan pemijaran

Zat yang akan diamati dipanaskan dan kemudian dipijarkan (di dalam lemari asam) di atas cawan porselin setiap kali ditetesi dengan HNO_3 pekat sampai didapatkan sisa pijar. Perlu diamati warna mula-mula, pada waktu meleleh, terjadi asap atau uap dan warna dari sisa pijar.

5. Analisis elemen : untuk mengetahui unsur-unsur penyusun senyawa tersebut

seperti : C, H, N, O, S, P, halogen (Cl, Br).

6. Analisis gugus : identifikasi ada tidaknya inti benzen, fenol, alkohol polivalen, amina, dan lain-lain.

7. Analisis pendahuluan : tujuannya untuk mengetahui senyawa yang diselidiki termasuk golongan apa.

a. Golongan fenol/salisilat

- Senyawa uji dalam tabung reaksi ditambah sedikit akuades lalu ditambah dengan larutan FeCl_3 . Bila terjadi warna ungu-biru maka kemungkinan ada

fenol dan salisilat. Bila ditambah etanol warna tetap, maka kemungkinan salisilat. Bila warna ungu-biru setelah ditambah 2 bagian volume etanol berubah menjadi kuning maka kemungkinan fenol.

- Senyawa ditambah metanol, asam sulfat pekat kemudian dipanaskan. Bila

timbul bau gondopuro (metil salisilat) maka kemungkinan salisilat positif.

b. Golongan anilin

- Reaksi isonitril : zat ditambah NaOH dan etanol, dipanaskan adanya bau nitril (bau busuk) berarti anilin (turunan amina aromatis) positif.
- Reaksi indofenol : zat ditambah ammonia dan natrium hipoklorit, ditambah fenol kemudian dipanaskan terjadi warna hijau-biru. Pada pemanasan selanjutnya menjadi merah.

c. Golongn pirazolon

- Zat dalam tabung reaksi dilarutkan dalam akuades ditambah pereaksi Meyer tidak terjadi endapan. Setelah ditambah HCl terjadi endapan.
- Senyawa ditambah FeCl_3 bila terjadi warna biru (novalgin), ungu (piramidin), merah (antipirin).
- Zat dilarutkan dalam akuades ditambah HCl dan natrium nitrit, terjadi warna hijau (antipirin), ungu (pirimidin), hijau-kuning (salisilat).

d. Golongan alkaloid

- Reaksi Meyer : larutan senyawa dalam tabung ditambah Meyer + HCl terjadi endapan
- Reaksi asam pikrat : larutan senyawa ditambah asam pikrat terjadi endapan (lihat dengan mikroskop).
- Larutan senyawa dengan larutan sublimat (HgCl_2) terjadi endapan (lihat dengan mikroskop).

8. Identifikasi senyawa obat :

A. Asetosal

1. Tambahkan 1-2 tetes FeCl_3 pada asetosal dalam tabung reaksi, panaskan, maka akan memberikan warna violet
2. Tambahkan etanol dan asam sulfat pekat, didihkan perlahan. Setelah dingin tambahkan air ke dalam tabung reaksi sampai penuh, akan berbau etil asetat (menunjukkan adanya asetat).
3. Tambahkan metanol dan asam sulfat pekat, didihkan, akan memberikan bau metil salisilat (bau akan mudah tercium jika tabung reaksi terisi penuh air).

B. Paracetamol

1. 10 mg zat dilarutkan dalam 10 mL air dan ditambah 1 tetes FeCl_3 akan berwarna biru violet.
2. 10 mg zat ditambah 1 ml NaOH 3 N dipanaskan dan setelah dingin tambah 1 ml larutan asam sulfanilat dan beberapa tetes natrium nitrit, akan terjadi warna merah.
3. Didihkan ± 100 mg paracetamol dalam 1 ml HCl P, tambahkan 1 tetes kalium bikromat, akan timbul warna violet yang tak berubah menjadi merah.
4. Di atas drupple plat tambahkan serbuk paracetamol dengan HNO_3 encer, amati warna yang terjadi hati-hati.

C. Kafein

1. Larutan yang jenuh ditambah larutan iodium; tidak terjadi endapan coklat
2. Sedikit zat pada obyek gelas ditambah 2 tetes HCl ditambah pereaksi Dragendorf jika perlu dipanaskan, lihat kristalnya.
3. Pada larutan jenuh dingin dalam air tambahkan larutan tannin LP, terbentuk endapan putih yang dengan penambahan tannin LP berlebih akan melarut kembali.

4. Pada larutan jenuh dingin dalam air tambah iodium LP, tidak terbentuk endapan. Tambahkan asam klorida encer terbentuk endapan coklat yang dengan penambahan sedikit NaOH LP sedikit berlebihan larut kembali.

D. Metampiron

1. 3 ml larutan 10% dalam air tambahkan 1 ml HCl encer dan 1 ml FeCl_3 , akan terbentuk warna biru yang bila dibiarkan menjadi merah dan kemudian menjadi tak berwarna.
2. 1 ml larutan 4% dalam tabung reaksi ditambah 1 mL larutan perak nitrat, terbentuk warna ungu dengan endapan perak metalik (lihat dengan mikroskop dalam medan gelap).
3. Panaskan 2 ml larutan zat 10% dalam air yang telah diasamkan dengan HCl encer maka terbentuk gas belerang oksida
HCl encer = 20 gr atau 17 ml HCl pekat + 100 ml air

E. Asam mefenamat

1. 5 mg zat dilarutkan dalam etanol, ditambah 2 tetes FeCl_3 maka terbentuk warna ungu.
2. Ditambahkan dengan asam sulfat, panaskan sebentar, dilihat dibawah lampu UV berflouresensi warna putih-biru, didinginkan ditambah 1 tetes $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,1N terbentuk warna kuat yang cepat menjadi hijau-biru.

G. Vitamin B6 (piridoksin)

1. Sedikit zat ditambah FeCl_3 berwarna merah.
2. Larutkan ± 5 mg zat dalam air dan dibagi menjadi dua bagian. Bagian pertama ditambah 1 ml larutan diklorokinon kloroimida dalam etanol ditambah 1 tetes ammonia, terbentuk warna biru yang lama kelamaan menjadi merah. Pada tabung reaksi kedua tambah 1 ml asam borat jenuh, ditambah diklorokinon kloroimida dalam etanol, ditambah 1 tetes ammonia tidak terjadi warna biru.
3. Reaksi Kristal dengan pereaksi Dragendorf amati di bawah mikroskop

4. Ke dalam 2 tabung reaksi tambahkan masing-masing 1 ml larutan zat 0,01% b/v dan 2 ml larutan natrium asetat P 20% b/v. pada tabung pertama tambahkan 1 ml larutan asam borat 4% b/v. Dinginkan kedua tabung hingga suhu $\pm 20^{\circ}$ C. pada masing-masing tabung tambahkan dengan cepat 1 ml larutan diklorokinon kloroimida P 0,5% b/v dalam etanol 95% P. dalam tabung pertama akan berwarna biru yang segera memucat dan sesudah beberapa menit akan berubah menjadi merah. Dalam tabung kedua tidak terjadi warna biru.
5. Pada 2 ml larutan zat 0,5% b/v tambahkan 0,5 ml asam fosfowolframat LP akan terbentuk endapan putih.

BAB IV
PRAKTIKUM TITRASI ASAM BASA

Tujuan

Menentukan kadar suatu senyawa asam atau basa yang terdapat dalam suatu sampel

Teori

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

Asidimetri dan alkalimetri termasuk reaksi netralisasi yakni reaksi antara ion hidrogen yang berasal dari asam dengan ion hidroksida yang berasal dari basa untuk menghasilkan air yang bersifat netral. Netralisasi dapat juga dikatakan sebagai reaksi antara pemberi proton (asam) dengan penerima proton (basa).

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

Perubahan pH larutan yang menyebabkan terjadinya perubahan warna indikator disebut daerah interval (kisaran) pH, sedangkan perubahan warna pada pH tersebut dinamakan daerah interval (kisaran) perubahan warna.

Tabel 1. Daerah Interval (kisaran) pH pada beberapa jenis Indikator

No.	Nama Indikator	Kisaran pH	Warna dalam larutan	
1.	Metil orange	3,1 – 4,4	Merah	Orange
2.	Metil merah	4,2 – 6,2	Merah	Kuning
3.	p-nitrofenol Bromothymol	5,6 – 7,6	Tak berwarna	Kuning
4.	biru	6,0 – 7,6	Kuning	Biru
5.	Fenol merah	6,8 – 8,4	Kuning	Merah
6.	Fenol talein Thymolphtale	8,3 – 10,5	Tak berwarna	Merah
7.	in	9,3 – 10,5	Tak berwarna	Biru
8.	Alizarin kuning	10,1 – 12,0	Kuning	Orange

Jadi dalam suatu titrasi asam-basa, ketelitiannya tergantung pada pemilihan daerah kisaran pH dari indikator terhadap pH titik ekuivalen.

**METODA ALKALIMETRI**
PENETAPAN KADAR CUKA DI PASARAN

Bahan : Asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), NaOH, Asam cuka di pasaran, Aquadest. Indikator phenolphtalein

Alat : Buret dan statif, corong, labu takar 100 ml, 250 ml, bulp, pipet volum 10 ml, 25 ml

Cara Percobaan

a. Pembuatan larutan NaOH 0,1N

1. Timbang 0,4 gram NaOH dengan wadah botol timbang. Sebelumnya hitung dulu 0,4 gram NaOH yang diperlukan untuk membuat larutan NaOH 0,1 N sebanyak 100 ml, dengan melihat berat molekul NaOH yang tercantum pada tabel botol NaOH.
2. Larutkan NaOH dengan 50 ml aquadest di dalam gelas beaker 100 ml.
3. Masukkan larutan NaOH tersebut ke dalam labu takar 100 ml.
4. Tambahkan aquadest ke dalam labu takar sampai tanda garis batas, kemudian tutup dan kocok sampai larutan homogen.

b. Pembuatan larutan standar primer (asam oksalat) 0,1 N.

1. Timbang asam oksalat dengan tepat 0,63 gram untuk $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ atau 0,45 gram $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$
2. Larutkan asam oksalat dengan 50 ml aquadest di dalam gelas beaker 100 ml
3. Larutkan asam oksalat tersebut ke dalam labu takar 100ml.
4. Tambahkan aquadest ke dalam labu takar sampai tanda batas, kemudian tutup dan kocok sampai homogen.

c. Standarisasi larutan NaOH dengan asam oksalat

1. Ambil 25 ml larutan asam oksalat dengan pipet volume 25 ml dan masukkan ke dalam erlenmeyer.
2. Beri 2 – 3 tetes indikator phenolphtalein (PP)

3. Isi buret dengan larutan NaOH yang akan distandarisasi (gunakan corong) dan catat batas volumenya.
 4. Titrasi larutan asam oksalat di dalam erlenmeyer dengan larutan NaOH.
 5. Titrasi diakhiri jika telah terjadi perubahan warna larutan.
 6. Catat volume larutan NaOH yang digunakan.
 7. Lakukan butir 1 – 6 sebanyak 3 kali dan hitung volume rata-rata larutan NaOH yang digunakan.
- d. Penentuan kadar CH₃COOH dalam asam cuka di pasaran.
1. Ambil 5 ml asam cuka pasaran dengan pipet volume, masukkan ke dalam labu takar 100 ml.
 2. Tambahkan aquadest ke dalam labu takar sampai tanda garis batas, kemudian tutup dan kocok sampai larutan homogen.
 3. Ambil larutan asam cuka tadi sebanyak 10 ml dengan pipet volume, masukkan ke dalam erlenmeyer.
 4. Beri 2 –3 tetes indikator phenolphthalein (PP).
 5. Isi buret dengan larutan NaOH 0,1 N.
 6. Titrasi larutan asam cuka di dalam erlenmeyer dengan larutan NaOH 0,1 N.
 7. Titrasi diakhiri jika telah terjadi perubahan warna larutan.
 8. Catat volume larutan NaOH 0,1 N yang digunakan.
 9. Lakukan butir 3 – 8 sebanyak 3 kali dan hitung volume rata-rata larutan NaOH 0,1 N yang digunakan.

Hasil Pengamatan

LAPORAN SEMENTARA
PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS KUANTITATIF

Percobaan : ALKALIMETRI

Kelompok :

Nama Praktikan (NIM) : 1.

2.

Hari, tanggal :

Nama Asisten :

DATA PERCOBAAN

a. Standarisasi larutan NaOH

No.	Volume as. oksalat (ml)	Vol. NaOH titran (ml)
1.	25	
2.	25	
3.	25	
	Rata-rata ml

b. Penetapan kadar CH_3COOH dalam asam cuka

No.	Volume asam cuka (ml)	Vol. NaOH titran (ml)
1.	25	
2.	25	
3.	25	
	Rata-rata ml

Asisten

ttd
(nama terang)

METODA ALKALIMETRI
PENETAPAN KADAR ASAM SALISILAT

Larutan – larutan

1. Larutan baku primer : $\text{H}_2\text{CO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N
2. Larutan baku sekunder : NaOH 0,1 N
3. Larutan baku sampel : asam klorida; asam salisilat

Langkah Kerja

a. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan larutan baku primer $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N

Timbang dengan teliti $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan, kemudian masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, larutkan dengan aquades sampai tepat tanda batas, tutup labu ukur dan kocok sampai homogen.

2. Pembuatan larutan baku sekunder NaOH 0,1 N

Larutkan kurang lebih 25 gram NaOH ke dalam 25 mL aquades dalam botol tertutup gabus dilapisi plastik, jika perlu dekantasi. Sementara itu panaskan 1 L aquades didihkan 5-10 menit (sejak mendidih). Kemudian dinginkan dan masukkan ke dalam botol yang tertutup plastic. Dengan menggunakan pipet ukur ambil 6,5 mL larutan NaOH tersebut (bagian yang jernih) masukkan ke dalam botol yang berisi aquades yang telah didihkan tadi. Beri etiket setelah botol dikocok. Bakukan NaOH ini dengan larutan asam.

3. Pembuatan indikator Phenolphthalein

1g phenolphthalein dilarutkan dalam 100 mL etanol 70%.

b. Pembakuan

Pembakuan larutan NaOH dengan $\text{H}_2\text{CO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

1. Masukkan larutan NaOH ke dalam buret, sebelumnya dibilas dulu dengan larutan NaOH tersebut.

2. Pipet 10 mL asam oksalat dengan volume pipet dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, kemudian tambahkan 1-2 tetes phenolphthalein.
 3. Titrasi larutan asam oksalat dengan NaOH sampai terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi rose muda. Catat volume NaOH yang dikeluarkan.
 4. Lakukan titrasi minimal duplo (dua kali)
- c. Penetapan Sampel
1. Penetapan Kadar HCl
 - a. Sample yang mengandung HCl, masukkan ke dalam Erlenmeyer, tambahkan 1-2 tetes indikator phenolphthalein
 - b. Titrasi larutan tersebut dengan NaOH, sampai terjadi perubahan warna menjadi rose muda dan catat volume NaOH yang dikeluarkan.
 - c. Lakukan titrasi minimal duplo.
 - d. Hitunglah kadar HCl dari sampel.
 2. Penetapan kadar asam salisilat
Lebih kurang 100 mg sampel yang ditimbang seksama, larutkan dalam 15 mL etanol 95% netral. Tambahkan 20 mL air. Titrasi dengan NaOH 0,1 N menggunakan indikator pp, hingga larutan berubah menjadi merah muda.

Note :

Pembuatan etanol netral :

Ke dalam 15 mL etanol 95% tambahkan 1 tetes merah fenol kemudian tambahkan bertetes-tetes NaOH 0,1 N hingga larutan berwarna merah.

METODA ALKALIMETRI
PENETAPAN KADAR ASAM SITRAT

Larutan – larutan

4. Larutan baku primer : $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N
5. Larutan baku sekunder : NaOH 0,1 N
6. Larutan baku sampel : asam sitrat

Langkah Kerja

a. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan larutan baku primer $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N

Timbang dengan teliti $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan, kemudian masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, larutkan dengan aquades sampai tepat tanda batas, tutup labu ukur dan kocok sampai homogen.

2. Pembuatan larutan baku sekunder NaOH 0,1 N

Larutkan kurang lebih 25 gram NaOH ke dalam 25 mL aquades dalam botol tertutup gabus dilapisi plastik, jika perlu dekantasi. Sementara itu panaskan 1 L aquades didihkan 5-10 menit (sejak mendidih). Kemudian dinginkan dan masukkan ke dalam botol yang tertutup plastic. Dengan menggunakan pipet ukur ambil 6,5 mL larutan NaOH tersebut (bagian yang jernih) masukkan ke dalam botol yang berisi aquades yang telah didihkan tadi. Beri etiket setelah botol dikocok. Bakukan NaOH ini dengan larutan asam.

3. Pembuatan indikator Phenolphthalein

1g phenolphthalein dilarutkan dalam 100 mL etanol 70%.

b. Pembakuan

Pembakuan larutan NaOH dengan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

1. Masukkan larutan NaOH ke dalam buret, sebelumnya dibilas dulu dengan larutan NaOH tersebut.
2. Pipet 10 mL asam oksalat dengan volume pipet dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, kemudian tambahkan 1-2 tetes phenolphthalein.
3. Titrasi larutan asam oksalat dengan NaOH sampai terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi rose muda. Catat volume NaOH yang dikeluarkan.
4. Lakukan titrasi minimal duplo (dua kali)

5. Penetapan kadar asam sitrat

Lebih kurang 100 mg sampel yang ditimbang seksama, larutkan dalam 15 mL etanol 95% netral. Tambahkan 20 mL air. Titrasi dengan NaOH 0,1 N menggunakan indikator pp, hingga larutan berubah menjadi merah muda.

Note :

Pembuatan etanol netral :

Ke dalam 15 mL etanol 95% tambahkan 1 tetes merah fenol kemudian tambahkan bertetes-tetes NaOH 0,1 N hingga larutan berwarna merah.

METODA ACIDIMETRI

PENETAPAN NATRIUM KARBONAT

Larutan – larutan

1. Larutan baku primer : $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$
2. Larutan baku sekunder : HCl
3. Larutan baku sampel : Na_2CO_3

Bahan : $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, HCl , Na_2CO_3 , Aquadest. Indikator metil jingga

Alat : Buret dan statif, corong, labu takar 100 ml, 250 ml, bulp, pipet volum 10 ml, 25 ml

Cara Percobaan

a. Pembuatan larutan HCl 1,0 N

1. Ambil V ml larutan HCl pekat dengan pipet ukur dan masukkan ke dalam labu takar 100 ml. Sebelumnya hitung terlebih dahulu V ml larutan HCl pekat yang akan diambil untuk membuat larutan HCl 1,0 N sebanyak 100 ml dengan melihat kerapatan dan kadar HCl pekat pada botol HCl pekat.
2. Tambahkan aquadest ke dalam labu takar sampai tanda garis batas, kemudian tutup dan kocok sampai larutan homogen.

b. Pembuatan larutan standar primer (borax)

1. Timbang borax 3,8 gram dengan tepat.
2. Larutkan borax dengan 50 ml aquadest di dalam gelas beaker berukuran 250 ml.
3. Masukkan larutan borax ke dalam labu takar 100 ml.
4. Tambahkan aquadest ke dalam labu takar sampai tanda garis batas, kemudian tutup dan kocok sampai larutan homogen.

c. Standarisasi larutan HCl dengan Borax $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$

1. Ambil 25 ml larutan borax dengan pipet volume 25 ml dan masukkan ke dalam erlenmeyer.
2. Beri 2 – 3 tetes indikator metil orange (mo).

3. Isi buret dengan larutan HCl yang akan distandarisasi (gunakan corong) dan catat batas volumenya.
 4. Titrasi larutan borax di dalam erlenmeyer dengan larutan HCl.
 5. Titrasi diakhiri jika telah terjadi perubahan warna indikator.
 6. Catat volume larutan HCl yang digunakan.
 7. Lakukan butir 1 – 6 sebanyak 3 kali dan hitung volume rata-rata larutan HCl yang digunakan.
- d. Pembuatan larutan HCl 0,1 N melalui pengenceran larutan HCl 1 N.
1. Ambil 10 ml larutan HCl 1 N dengan pipet volume 10 ml dan masukkan ke dalam labu takar 100 ml.
 2. Tambahkan aquadest ke dalam labu takar sampai tanda garis batas, kemudian tutup dan kocok sampai larutan homogen.
- e. Penetapan Kadar Na₂CO₃ dalam soda.
1. Timbang 0,9 gram soda.
 2. Larutkan soda dengan 50 ml aquadest di dalam gelas beker 100 ml.
 3. Masukkan larutan soda tersebut ke dalam labu takar 250 ml.
 4. Tambahkan aquadest ke dalam labu takar 250 ml sampai tanda garis batas, kemudian tutup dan kocok sampai homogen.
 5. Ambil 10 ml larutan soda dengan pipet volume 10 ml dan masukkan ke dalam erlenmeyer. Beri 2 – 3 tetes indikator metil orange (mo).
 6. Isi buret dengan larutan HCl 0,1 N.
 7. Titrasi larutan soda di dalam erlenmeyer dengan larutan HCl 0,1 N.
 8. Titrasi diakhiri jika telah terjadi perubahan warna pada larutan.
 9. Catat volume larutan HCl 0,1 N yang digunakan.
 10. Lakukan butir 5 – 9 sebanyak 3 kali dan hitung volume rata – rata larutan HCl 0,1 N yang digunakan.

F. Lembar Pengamatan

LAPORAN SEMENTARA
PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS KUANTITATIF

Percobaan : ACIDIMETRI

Kelompok :

Nama Praktikan (NIM) : 1.
2.

Hari, tanggal :

Nama Asisten :

DATA PERCOBAAN

a. Standarisasi larutan HCl

No.	Volume borax (mL)	Vol. HCl titran (mL)
1.	25	
2.	25	
3.	25	
	Rata-rata mL

b. Penetapan kadar Na₂CO₃ dalam soda

No.	Volume soda (mL)	Vol. HCl titran (mL)
1.	10	
2.	10	
3.	10	
	Rata-rata mL

Asisten

ttd

(nama terang)

Praktikan 1, Tanda tangan

Praktikan 2, Tanda tangan

Dosen Pembimbing,

ttd

(nama terang)

FORMAT LAPORAN UNTUK PRAKTIKUM VOLUMETRI

1. TUJUAN

Tuliskan tujuan praktikum yang akan dikerjakan secara jelas dan singkat (sebutkan senyawa yang akan diuji)

2. PRINSIP

Tuliskan prinsip dasar dari proses yang akan dikerjakan

3. REAKSI

Tuliskan reaksi yang akan terjadi pada praktikum (tuliskan semua kemungkinan yang mungkin terjadi bila ada banyak sampel)

4. PROSEDUR

Tuliskan dalam bentuk diagram alir

5. HASIL PENGAMATAN DAN PERHITUNGAN

Pengamatan :

a. Pembuatan larutan baku primer

Penimbangan baku primer (*tuliskan senyawanya*)

Dilartukan sampai mL

b. Pembuatan larutan baku sekunder

Penimbangan baku sekunder

Dilartukan sampai..... mL

c. Pembakuan

Titrasi ke	Volume baku sekunder (ml)
1	
2	
3	
Rata-rata	

d. Penetapan kadar sampel

Titrasike	Volume baku sekunder (ml)
1	
2	
3	
Rata-rata	

Perhitungan :

a. Penentuan Kadar Baku Primer

Massa baku Primer (*tuliskan senyawanya*) yang ditimbang g

Mr baku primer :

Tuliskan rumus dan lakukan perhitungan

∴ Kadar Baku primer (*tuliskan senyawanya*) adalah M

b. Pembakuan

Kadar baku primer (*tuliskan senyawanya*) :....M

Volume titran sebesarml

$$V_1N_1 = V_2N_2$$

Tuliskan perhitungan

∴ Kadar Baku sekunder (*tuliskan senyawanya*) adalah M

c. Perhitungan Kadar sample

Kadar baku sekunder (*tuliskan senyawanya*) :....M

Volume titran sebesarml

$$V_1N_1 = V_2N_2$$

Tuliskan perhitungan

∴ Kadar sampel (*tuliskan senyawanya*) adalah M

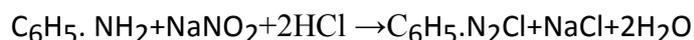
BAB V

NITRIMETRI

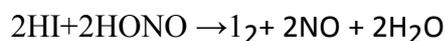
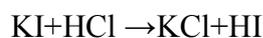
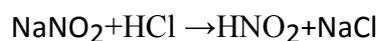
PENETAPAN KADAR SULFANILAMIDE DENGAN NITRIMETRI

A. Pendahuluan

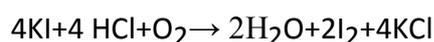
Metode nitrimetri disebut juga dengan metode titrasi diazotasi, adalah penetapan kadar secara kuantitatif dengan menggunakan larutan baku natrium nitrit. Metode ini didasarkan pada reaksi diazotasi yaitu reaksi antara amina aromatik primer dengan asam nitrit dalam suasana asam membentuk garam diazonium. Titrasi dilakukan dalam keadaan larutan dingin (suhu dibawah 15⁰ C) karena akan mengganggu pembentukan garam diazonium dan terbentuk fenol yang mampu bereaksi dengan asam nitrit.



Indikator luar yang digunakan adalah pasta kanji iodida atau kertas kanji iodida. Ketika larutan digoreskan pada pasta atau kertas kanji, adanya kelebihan asam nitrit akan mengoksidasi iodida menjadi iodium dan dengan adanya kanji atau amilum akan menghasilkan warna biru segera. Indikator kanji-iodida ini peka terhadap kelebihan 0,05 – 0,10 ml natrium nitrit dalam 200 ml larutan. Reaksi yang terjadi:



Titik akhir titrasi tercapai apabila pada penggoresan larutan yang dititrasi pada pasta kanji iodida atau kertas kanji-iodida akan terbentuk warna biru segera sebab warna biru juga terbentuk beberapa saat setelah dibiarkan di udara. Hal ini disebabkan karena oksidasi iodida oleh udara (O₂). Indikator lain yang digunakan adalah tropeolin OO dan metilen biru (Ganjdar dan Rohman, 2010). Reaksi yang terjadi :



$I_2 + \text{kanji} \rightarrow \text{kanji iod (biru)}$

PROSEDUR KERJA

1. Pembuatan kertas kanji-iodida I

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

Pembuatan pasta kanji-iodida II

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

2. Pembuatan larutan baku natrium nitrit 0,1 M

Larutkan 6,900 gr $NaNO_2$ yang telah ditimbang seksama dalam air hingga volume 1000 ml.

3. Pembakuan larutan natrium nitrit 0,1 M

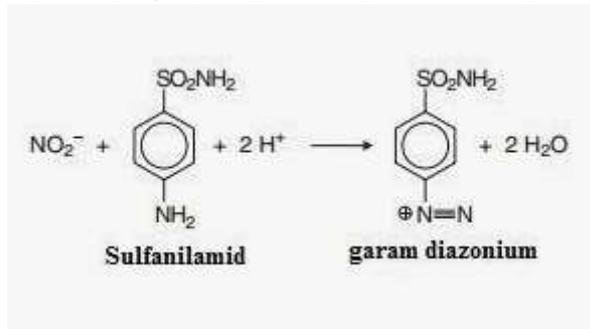
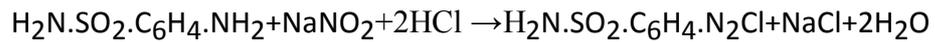
Timbang seksama lebih kurang 200 mg asam sulfanilat yang sebelumnya dikeringkan pada suhu $120^{\circ}C$ sampai bobot tetap, masukkan ke dalam gelas piala, tambahkan 0,2 g natrium bikarbonat dan sedikit air, aduk hingga larut. Encerkan dengan 100 ml air, tambahkan 5 ml asam klorida P, dinginkan hingga suhu tidak lebih dari $150^{\circ}C$. Titrasi pelan-pelan dengan larutan natrium nitrit 0,1 N hingga setetes larutan segera memberikan warna biru pada kertas kanji iodida. Titrasi dianggap selesai jika titik akhir dapat ditunjukkan lagi setelah larutan dibiarkan selama 2 menit (Bodin, 1961).

4. Penetapan kadar sulfanilamid

Timbang seksama lebih kurang 500 mg sampel, larutkan dalam 75 ml air dan 5 ml asam klorida P, dinginkan, titrasi dengan larutan baku $NaNO_2$ 0,1 M

secara berlahan-lahan pada suhu tidak lebih dari 15⁰ C, hingga 1 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). Tiap 1 ml NaNO₂ 0,1 M setara dengan 17,22 mg C₆H₈N₂O₂S.

Reaksi :



Perhitungan :

$$\text{Kadar Sulfanilamida} = \frac{V_{\text{NaNO}_2} \times N_{\text{NaNO}_2} \times \text{BE sulfanilamid} \times \text{Mr Sulfanilamide}}{\text{berat sampel (mg)}} \times 100\%$$

DAFTAR PUSTAKA

1. Anonim, 1995, *Farmakope Indonesia*, Edisi IV, Depkes RI, Jakarta
2. Anonim, 1979, *Farmakope Indonesia*, Edisi III, Depkes RI, Jakarta
3. Bodin, J. I. et al., 1961, *Pharmaceutical Analysis*, Interscience Publisher, New York.
4. David G. Watson, 2005, *Analisis Farmasi*, Jakarta: EGC
5. Gandjar, I.G. dan Rohman, A., 2010. *Kimia Farmasi Analisis*. PUSTAKA PELAJAR, Yogyakarta.
6. G. Svehla, 1985, *Vogel Analisis Anorganik Kualitatif*, Edisi ke lima Bagian I, Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka
7. G. Svehla, 1985, *Vogel Analisis Anorganik Kualitatif*, Edisi ke lima Bagian II, Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka
8. Jenkins., G. L., et. al., 1957, *Quantitative Pharmaceutical Chemistry*, Fifth edition, Mc-Graw-Hill Book Company, Inc, New York.

