

## **.PEMERIKSAAN PENDAHULUAN**

Pemeriksaan pendahuluan meliputi tes organoleptis, tes pirolisis/pemijaran, tes pengisi, bentuk sediaan dan isolasi zat aktif dari suatu contoh zat/obat. Pemeriksaan ini merupakan informasi penting yang akan menunjang dalam langkah identifikasi selanjutnya.

### **A. Tes organoleptis merupakan pemeriksaan keadaan fisik suatu contoh zat/obat, meliputi:**

#### Bentuk

- Padat (serbuk, Kristal, tablet)
- Cair (larutan, sirup, injeksi)
- Setengah padat (salep, krem, dan lain-lain)

Bentuk dan penampilan sediaan padat seperti pada tablet dapat dijadikan pegangan dalam langkah indentifikasi. Beberapa industri sering mencetakkan namanya pada tablet, hal ini juga dapat dipakai jadi pegangan. Bentuk dan penampilan sediaan dapat dilihat pada buku lain: ISO, IIMS, PDR (Physician Desk Reference) atau buklet dari industry farmasi.

#### Warna

Pada umumnya obat tidak berwarna atau putih, akan tetapi ada beberapa obat yang berwarna. Obat juga dapat berubah warna jika terjadi oksidasi oleh udara. Pada sediaan jadi warna zat dapat merupakan warna artifisial artinya warna itu bukanlah ciri khasnya tapi dari penambahan zat warna untuk memberikan ciri lain pada sediaan.

Warna asli dari obat:

- Kuning Jingga : Asam folat, Atebrin, Etakridin, Dermatol, Menadion, Niklosamid, Nitrofurantion, Riboflavin, Superol, Tetrasiklin (dan derivate), Yodoform, Vioform
- Coklat : Besi (III) Organik, Kiniofon, Krisorobin, Protargol, Rutosid, Tanin
- Merah : Pelidol, Rifampisin, Sianokobalamin
- Ungu : Permanganat

## Bau

Pemeriksaan dilakukan dengan cara membaui langsung, setelah digosok dengan dua jari, digerus dalam mortir, dikocok sebentar jika cairan atau setelah dilakukan pembakaran.

Umumnya bau pada obat :

- a. Aromatik : Fenol, Pelarut organic, minyak atsiri, vanillin
- b. Menusuk/merangsang : Asam organic atau anorganik, formaldehida, kloralhidrat, mentol piridin
- c. Setelah dibakar :
  - Bau caramel : gula, amilum, asam tartrat
  - Bau merkaptan : sulfatiazol
  - Bau bawang, ikan asin : penisilin, arsen
  - Bau amoniak : Barbiturat, Nikotinamid, Meproamat, Salisilamida, Ureida

## Rasa

Pemeriksaan dilakukan dengan jumlah sedikit mungkin zat.

Manis : Gula-gula, gliserin, kloroform, natrium silamat, sakarin Na, timbal asetat

Asam : Asetosal, Asam sitrat, Asam tartrat, Asam oksalat, Vitamin C

Pahit : Alkaloid (Emetin, Efedrin, Etil morfin, Dihidrokinin, Kinin, Kodein, Morfin, Pilocarpin, Striknin), Barbiturat, Antazolin, Isoniazida, Kafein, Klorampenikol, Neostigmin, Nitrofurantoin.

Anestetik : Benzokain, Lidokain, Kokain, Pantokain, Prokain, Tetrakain

Asin : Garam anorganik, garam organic, uretan, asam salisilat, PAS Na

## Kelarutan

Kelarutan Air dan Eter : 10mg zat dilarutkan dalam 0,5 ml air dan atau eter.

- Larut dalam air dan eter : Asam karboksilat, Aminophenazon, Kolesterin, Metiprilon, Pentetrazol
- Larut dalam air, tidak larut dalam eter : Garam alkali asam organic, Garam senyawa basa (alkaloid, antihistamin), Garam barbiturate, Asam amino, turunan piridin (Nikotinamid, Isoniazid), Tiamin, Neostigin, Vitamin C
- Larut dalam eter, tidak larut dalam air : Alkaloid basa, Barbiturate, Phenacetin, ureida, Phenilbutazon, Dietil stilbestrol
- Tidak larut dalam air ataupun eter : Sulfonamida, Oxazepam, Thiazide, Reserpin, Metiltiourasil, Riboflavin, Hidrokortison, Rutosid, Morfin, Striknin, Nitrofurantoin, Teobromin
- Kelarutan dalam NaOH 2N
  - Larut : Asam Karboksilat, Barbiturat, Fenol, Metiltiourasil, Nitrofurantoin, Oxazepam, Riboflavin, Rutosid, Sulfanamid (kecuali Sulfaguanidin), Teobromin
  - Larutan merah (dingin) : Antrakinson, Fenolftalein, Fisostigmin, Nitrofurantion, Santonin
  - Larutan kuning (dingin) : Tiamin, Niklosamid, Nitrozepam
  - Larutan kuning (pemanasan) : Kloramfenikol
  - Coklat : Amilum, Fruktosa, Glukosa, Laktosa, Rutosid
- Kelarutan dalam asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N
  - Larut : Senyawa basa (alkaloid, antihistamin)
  - Larut dan berfluoresensi biru : Kina, Kinidin

**B. Tes pirolisis/pemijaran dilakukan untuk mengetahui apakah contoh tersebut berisi zat organic atau zat anorganik.**

Cara : contoh dalam kurs dipijar dengan api langsung sampai terjadi pengarang, pemijaran diteruskan hingga dinding kurs bersih dari noda bekas pengarang.

Hasil : sisa pijar putih atau coklat → zat anorganik

Tidak ada sisa pijar → zat organic

**C. Tes pengisi dilakukan untuk mengetahui pengisi apa yang diberikan dalam suatu contoh zat/obat, sehingga dapat mempermudah indentifikasi selanjutnya bila sudah diketahui contoh tersebut obat dalam atau obat luar.**

1. Adeps Lanae

→ Warna : Coklat

→ Bau : Khas

→ (+) asam-asam pekat : Berwarna

2. Air (OD/OL)

→ (+)  $\text{CuSO}_4$  anh : Biru

3. Amilum/pati (OD/OL)

→ (+) air iod : Biru hitam

→ (+) NaOH : Seperti Kanji

→ Sisa pijar : Hitam atau mengarang

4. Gom arab (OD)

→ Warna : Putih

→ Dipijar : Bau Karamel

→ Dikocok dalam air : Berbusa

→ (+) air iod : Coklat

→ Mikroskopis dalam air : Seperti sel batu

5. Saccharum laktis, SL (OD)

→ Warna : Putih

→ Rasa : Manis

→ Kelarutan : Mudah larut dalam air

→ Dipijar : Bau caramel

→ Mikroskopis dalam air : Seperti sel batu



6. Talkum (OL)
  - ➡ Warna : Putih
  - ➡ Dalam tabung rekasi yang berisi air : Mendaki dinding tabung
  - ➡ Mikroskopis dalam air : Mengambang
7. Tragakan (OD)
  - ➡ Warna : Kecoklat-coklatan
  - ➡ Dikocok dalam air : Berbuih
  - ➡ (+) Air iod : Coklat
  - ➡ Dalam air : menggumpal
  - ➡ Mikroskopis dalam air : Khas
8. Vaselin Album (OL)
  - ➡ Warna : Putih
  - ➡ Bau : Tidak berbau
  - ➡ Berflouresensi biru lemah
9. Vaselin Flavum (OL)
  - ➡ Warna : Kuning
  - ➡ Bau : Khas
  - ➡ Tidak berflouresensi

#### **D. Bentuk sediaan dan isolasi zat aktif**

##### 1. Emulsi (OD)

- Pengisi : Air dan minyak
- Kocok dengan methanol + Pb asetat, fasa methanol dikistakan ➡ diperoleh serbuk

##### 2. Salep (OL)

- Dalam gelas kimia : contoh salep + cera alba + air, panaskan  
Fasa air diuapkan/dikistakan ➡ diperoleh serbuk  
Fasa lemak dicuci dengan PAE + air, fasa PAE dibuang, fasa air kistakan ➡ diperoleh serbuk
- Dalam tabung reaksi : contoh salep + PAE + methanol + air, kocok kuat

Fasa PAE buang karena mengandung lemak

Fasa air dikisatkan → diperoleh serbuk

Fasa methanol dikisatkan → diperoleh serbuk

3. Serbuk (OD/OL)

Disekat dengan pelarut-pelarut organic, seperti  $\text{CHCl}_3$ , aseton, alcohol 98%, eter, dsb

Fasa pelarut organic tersebut dikisatkan → diperoleh serbuk

4. Suspensi (OD/OL)

Sama dengan potio

5. Potio (OD)

- Langsung dikisatkan → diperoleh serbuk
- Selain air juga pengisinya mengandung amilum, saccharum lactis, gom arab, tragakan, dsb. Disekat dengan alcohol 98%, eter,  $\text{CHCl}_3$ , dsb, kemudian dikisatkan → diperoleh serbuk

## PEMERIKSAAN GOLONGAN

### A. Golongan Asam

#### Reaksi pendahuluan

- Rasa : Asam
- Bau : Khas
- Sisa pijar : +
- Reaksi nyala : +
- Kertas lakmus : Biru → merah

#### Reaksi warna

- $\text{FeCl}_3$ 
  - Ungu langsung : Derivat salisilat, asetosal dipanaskan
  - Ungu coklat merah : PAS Na
  - Kuning coklat : Glutamat
  - Kuning jingga lama : Ca-Glukonat
  - Merah coklat : Pb asetat
  - Coklat : Mg-Asetat
- p-DAB HCL
  - Kuning jingga : Sulfanilat
  - Jingga : PABA
  - Coklat muda kotor : Ca-Glukonat
  - Hijau biru lemah : Na-Benzoat
- KI
  - Kuning : Pb-Asetat
  - Merah jingga : Derivat Hg, Hg-Benzoat
- $\text{H}_2\text{SO}_4$ 
  - Kuning coklat : PABA
  - Coklat kotor : Ca-Glukonat
  - Jingga lemah : Mg-Stearat
- Chen & Kao-ungu  
Garam Ca kecuali Ca-Glukonat



- $\text{AgNO}_3$ 
  - Abu-abu hitam : Vitamin C
  - Endapan putih : Asam Oksalat, asam sitrat, K Na tartrat
  - Hitam : Asam Formiat
- Marquis
  - Ungu rasa : Derivat salisilat
- Parri
  - Ungu : Charnpora, Asam Ptalat
- Roux
  - Coklat ungu : Asam sulfanilat
- Luff
  - Mereduksi dingin : Vitamin C, Asam Formiat, Asam Folat
- Nessler
  - K c abu hitam : Vitamin C
- Carletti
  - Ungu : Asam oksalat
- Esterifikasi
  - Bau pisang ambon : Asam benzoate
  - Bau gandapura : Asam salisilat

### Reaksi Kristal

- Sublimasi
- Aseton air
- Fe-Kompleks

## **B. Golongan anorganik**

### Reaksi pendahuluan

- Pirolisis : Ada sisa pijar (putih atau coklat)
- Bau : Khas

### Reaksi warna

- Nessler - merah cokelat : Garam-garam ammonium
- Metanol  
+ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (bakar) - nyala hijau : Asam Borat
- AgNO<sub>3</sub> - endapan putih : Halogen
- NaOH - hitam : Calomel

### Reaksi Kristal

- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p
- Fe-Kompleks
- Zn uranil asetat
- Tripel nitrit

## **C. Golongan Alkohol dan Fenol**

### Reaksi pendahuluan

- Reaksi King (Diazo A + Diazo B + NaOH) : (+) Merah anggur
  - Reaksi King (+) berwarna merah anggur tanpa pemanasan kecuali nipagin, nipasol, salol
  - Tertarik oleh amylalkohol : Fenol  
Tidak tertarik oleh amylalkohol : alcohol
- Untuk alcohol biasanya dipanaskan dahulu, sedangkan untuk fenol tanpa pemanasan.

### Reaksi warna untuk fenol

- FeCl<sub>3</sub>
  - Hijau kotor : Dermatol
  - Hijau biru : Asam galat, Superol
  - Biru : Thiocol
  - Ungu : Salol, Derivat salisilat
  - Biru hitam : Derivat tannin

- $\text{FeCl}_3$  + Spirtus-ungu coklat : Nipagin
- NaOH
  - Rasa : Resorsinol
  - Rasa Muda : Dermatol
  - Merah : Tanin
  - Merah Coklat : Hidroquinon
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  p
  - Kuning rasa : Tanin
  - K r coklat :  $\alpha$ -naftol
  - K h hitam :  $\beta$ -naftol
- $\text{HNO}_3$  p
  - Kuning : Nipagin, Nipasol
  - K c hitam :  $\alpha$ -naftol
- $\text{AgNO}_3$ 
  - Segera kelabu : Resorsinol
- p-DAB HCL
  - Rasa lam : Resorsinol
  - Hijau cepat : Tanin
- Mollish
  - Kuning hijau : Nipagin
- Millon
  - Merah : Nipasol

Reaksi warna untuk alcohol

- Vanilin +  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p
  - Ungu : Menthol
- $\text{CuSO}_4$  + NaOH
  - Biru : Gliserin
- Esterifikasi
  - Bau ester : Etanol

- Luff
  - Mereduksi dingin : Propilenglikol
- Furfural + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p
  - Cincin m ungu : Isobutanol, isoamilakohol

#### Reaksi Kristal

- Sublimasi
- Aseton-air : Nipagin, Nipasol,  $\alpha$ -naftol, Thiocol, Vopform, Hidroquinon
- Fe-kompleks : Nipagin, Asam Galat, Meditren, Thiocol

#### **D. Golongan Alkaloid**

##### Reaksi pendahuluan

Sample + CHCl<sub>3</sub> + NH<sub>4</sub>OH, dikocok

Lapisan CHCl<sub>3</sub> diuapkan, + HCl 0,5N + reagen:

- Dragendorff : endapan coklat merah
- Bouchardat : endapan coklat merah
- Mayer : endapan kuning putih

Kecuali alkaloid sintesis

##### Reaksi warna

- FeCl<sub>3</sub>
  - Coklat : Der. Kina, INH, Aminophylin, Nicotinamid
  - Merah coklat : Antipirin, Vit. B6
  - Ungu : Derivat Salisilat
  - Biru hijau : Morphin
  - Coklat biru hijau : Paracetamol
- p-DAB HCl

- Kuning jingga : INH, Anestesisin
- Merah rasa : Antipirin
- Kuning kersen : Aminophylin, Antalgin
- Kuning : Derivat kina
- Diazo B + HCl
  - Biru ungu (hilang) : Antalgin
  - Ungu (hilang) : Piramidon
- AgNO<sub>3</sub>
  - Endapan putih : Alkaloid yang mengandung halogen
  - Ungu rasa : Piramidon
- Nessler
  - K a hitam : INH
  - K h a hitam : Vit B1, Vit B6
  - Endapan putih : Nicotinamid
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p
  - Rasa muda : Resorsin, Atropin sulfat
  - Rasa : Antalgin
  - Ungu : papaverin HCl
  - Gas : INH, Aminophylin, Kodein phospat
- HNO<sub>3</sub> p
  - Coklat gas : Parasetamol
  - Kuning : INH
  - Kuning hijau biru : Antalgin
- Roux
  - Hijau : Aminophylin, Theophylin
  - Merah Coklat : INH
- Chen & Kao
  - Ungu : Efedrin HCl, Aminophylin
- Parri
  - Ungu : Theophyllin
- Marquis

- Ungu : Golongan opium
- Merah rasa : Antipirin

#### Reaksi Kristal

- Fe- kompleks Resorsin : INH, Atropin Sulfat, Vitamin, Parasetamol, Hexamin,
- Dragendorf : Gol Xanthin
- Sublimat : Opium, Kina, Xanthin, Efedrin HCl
- Aseton air Phenacetin : Anestesis, Vit. B1, Aminophylin, Kofein, Salamid,
- Sublimasi : Kofein, Parasetamol, efedrin HCl, Acetanilid
- p-DAB : INH, Aminophylin

### **E. Golongan Antibiotik dan Antihistamin**

#### Reaksi pendahuluan

Sample + asam-asam pekat : terbentuk warna

→ Bila ditambah air warna hilang : antibiotic

→ Warna stabil dalam air : antihistamin

Kecuali : derivat kloramfenikol, CTM, derivat penicillin

#### Reaksi warna

- $H_2SO_4$  p
  - Kuning : Ampisilin, Incidal
  - Coklat : Tetrasiklin HCl
  - Kuning → biru hijau : Streptomisin sulfat
  - Kuning → Coklat : Difenhidramin
  - Merah ros : Klorpromazin HCl
- $HNO_3$  p
  - Merah darah : Antistin
  - Kuning : Tetrasiklin HCl

- $\text{FeCl}_3$ 
  - Ungu coklat : Tetrasiklin HCl
  - Merah coklat : Antimo
  - Ros coklat : Klorpromazin HCl
- $\text{AgNO}_3$ 
  - Lama-lama ungu : Benadryl, Difenhidramin
  - Endapan putih : CTM, Derivat kloramfenikol
- Nessler
  - Kuning rasa : CTM
  - Abu-abu hitam : Streptomisin Sulfat
- Piridin tes
  - Merah anggur : Derivat Kloramfenikol
  - Kuning coklat : Incidal, CTM, Antistin

#### Reaksi Kristal

- Aseton air
- Fe-Kompleks
- Sublimat

### **F. Golongan Sulfanamida**

#### Reaksi pendahuluan

Sample + aseton, kocok

Lapisan Aseton diuapkan + p-DAB HCl : (+) Kuning jingga merah

#### Reaksi warna

- Roux
  - Ungu biru hijau : Sulfadiazin
  - Hijau jamrud : Abucid
  - Ungu biru : Sulfamerazin

- U c hitam : Elkosin
- Indofenol
  - Merah rasa : Sulfadiazin
  - Kuning coklat : Sulfaguanidin
  - Rasa : Sulfamerazin
  - Merah : Sulfametazin
- $\text{KBrO}_3$ 
  - Ungu : Thiazol
  - U m coklat : Sulfanilamid
  - Kuning coklat : Elkosin
- p-DAB
  - Jingga merah : Albucid
  - Kuning jingga : Sulfadiazin, Sulfanilamide, Thalazol
- Parri
  - Hijau ungu lemah : Albucid
  - Ungu lemah : Sulfadiazin, Sulfamerazin
  - Ungu : Nadisan, Sulfamezatin, Thiazol
- $\text{CuSO}_4$ 
  - Ungu hijau : Sulfadiazin
  - Biru : Sulfanilamid
  - Jingga coklat : Sulfamerazin
- Korek api
  - Merah jingga : Elkosin
  - Jingga tua : Sulfanilamid
  - Kuning jingga : Sulfadiazin, Thidicur

#### Reaksi Kristal

- Fe-Kompleks
- Aseton air
- Dragendorf
- p-DAB HCl



- Asam pikrat

Semua golongan sulfa berflouresensi dalam p-DAB HCl kecuali Artosin, Diamox

## G. Golongan Barbital

### Reaksi pendahuluan

- $H_2SO_4$  p +  $\alpha$ -naftol
  - Ungu biru : Luminal
  - Ungu rasa : Alonal, Bromevalum
  - Kuning ungu : Veramon
  - Kuning hijau (gas) : Dilantin, NaOH
  - Kuning hijau rasa : Veronal, Adalin
- $AgNO_3$ 
  - Ungu : Bromevalum, Cibalgin
- $FeCl_3$ 
  - Ungu rasa : Alonal
  - Coklat (gas) : Dilantin Na
- Parri
  - Ungu : Luminal, Isopral, Veronal, Dilantin Na (harus bebas air)
  - Ungu langsung : Luminal Na

### Reaksi Kristal

- Fe-kompleks
- Aseton air
- Dragendorf
- Sublimasi

## H. Golongan Hormon

### Reaksi pendahuluan

- Sample + asam-asam pekat : lambat laun terbentuk warna
- Sample +  $\text{CHCl}_3$  atau aseton, dikocok, lapisan  $\text{CHCl}_3$  atau aseton diuapkan + asam-asam pekat : terbentuk warna-warna

### Reaksi warna

- $\text{H}_2\text{SO}_4$  p
  - Coklat ungu rasa : Prednison
  - Kuning coklat : Ovestin
  - R hijau muda c u : Dexamethason
  - Rasa : Linoral
  - K j hijau  $\rightarrow$  coklat : Hidrokortison
- $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 
  - K c b h (gas) : Prednison
  - K c r b h ungu : Prednison
  - K c u b hijau : Progesteron
  - K c j b hijau : Linoral
- $\text{HNO}_3$  p
  - Warna zat hilang : Dexamethason
  - Rasa : Anabolin
  - Kuning : Prednison, Linoral
  - Kuning muda : Celeton

Dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dapat berflouresensi (+) kuning hijau : Hidrokortison asetat dan linoral

### Reaksi Kristal

- Aseton air

## I. Golongan karbohidrat

### Reaksi pendahuluan

Sample +  $\alpha$ -naftol : terbentuk warna warna

### Reaksi warna

- $H_2SO_4$  p +  $\alpha$ -naftol
  - Ungu hitam : Laktosa
  - Ungu ros : Sakarin
  - m  $\longrightarrow$  hitam : CMC
  - Hitam coklat : Agar-agar, Arabinosa
  - Ungu coklat : Dekstrin
  - Coklat  $\longrightarrow$  hitam : Tragakan
  - U c  $\longrightarrow$  hitam : Galaktosa

## J. Golongan sisa

### Reaksi warna

- $H_2SO_4$  p
  - Kuning jingga : Diazepam
  - Kuning hitam : DDT
  - Gas : Dektrometorpan HBr
  - Kuning lemah : Fenilbutazon
  - Kuning  $\longrightarrow$  coklat : HCT
  - Coklat susu : Vitamin A
- Nessler
  - Hitam : Dektrometorphan HBr
- Marquis
  - Kuning : DDT, Vitamin K
- $HNO_3$  p
  - Merah jingga : Vitamin A
  - Biru hitam : Difenilamin
  - Coklat : Ektrak beladon

## PEMERIKSAAN ION DAN GUGUS FUNGSI

### A. Pemeriksaan Ion

#### Pemeriksaan anion anorganik

Pemeriksaan dapat dilakukan langsung pada larutan zat atau pada larutan ekstrak soda. Ekstrak soda dibuat dengan cara mencampur zat yang akan diperiksa dengan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (1:1) digerus lalu ditambah air dan dipanaskan. Setelah pendidihan, campuran tersebut disaring filtrate yang diperoleh dinamakan ekstrak soda, digunakan untuk pemeriksaan anion. Endapan dapat digunakan untuk pemeriksaan kation, dimana sebelumnya dilarutkan dahulu dalam HCl 2N.

#### Arsenat ( $\text{AsO}_4^{3-}$ )

- Tambahkan HCl pekat pada larutan arsenat, lalu tambahkan larutan KI terbentuk gas  $\text{I}_2$  yang berwarna coklat.
- Tambahkan  $\text{HNO}_3$  pekat pada larutan arsenat, lalu tambahkan larutan ammonium molibdat, terbentuk endapan kuning.
- Tambahkan pada larutan arsenat amoniak dan serbuk Mg asetat terbentuk endapan putih.

#### Borat dan Tetraborat ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ , $\text{B}_4\text{O}_7^{-2}$ )

- Campurkan borat atau tetraborat dengan methanol dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, lalu bakar terjadi nyala warna hijau.
- Asamkan larutan borat dengan HCl, terjadi merah kecoklatan pada kertas, jika dikeringkan warna menjadi lebih intensif dan jika ditambahkan setetes amoniak encer warna menjadi hitam kehijauan.

### Bromida ( $\text{Br}^-$ )

- Pada larutan bromide, tambahkan larutan asam nitrat encer dan perak nitrat, terbentuk endapan kekuningan yang larut dalam ammonia pekat, sukar larut dalam ammonia encer, praktis tidak larut dalam  $\text{HNO}_3$  encer.
- Larutan bromide jika dipanaskan dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan larutan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  terjadi brom yang dapat memberikan warna merah jambu pada kertas saring yang dibasahi larutan fenoresein (0,2% dalam etanol 95%)

### Karbonat, bikarbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ dan $\text{HCO}_3^-$ )

- Pada larutan bikarbonat atau karbonat tambahkan asam encer, terjadi gas  $\text{CO}_2$  yang jika dialirkan ke dalam larutan Kalsium Hidroksida (air kapur), terbentuk endapan putih.
- Pada larutan bikarbonat atau karbonat, tambahkan larutan magnesium sulfat, panaskan terbentuk endapan putih.
- Pada larutan, tambahkan setetes larutan fenolftalen, larutan karbonat memberikan warna merah, sedangkan bikarbonat tidak merubah warna atau warna kemerahan.

### Klorida ( $\text{Cl}^-$ )

- Pada larutan klorida, ditambahkan larutan asam nitrat encer dan perak nitrat, terbentuk endapan putih yang larut dalam ammonia encer yang jika ditambahkan  $\text{HNO}_3$  terjadi endapan lagi
- Panaskan larutan klorida dengan asam sulfat pekat dan larutan  $\text{KMnO}_4$  terjadi gas  $\text{Cl}_2$  yang dapat memberi warna biru kertas kanji iodida atau memutihkan kertas lakmus basah.

### Iodida ( $\text{I}^-$ )

- Pada larutan iodide tambahkan asam nitrat encer dan perak nitrat, terbentuk endapan kuning yang tidak larut dalam ammonia encer dan asam nitrat pekat.
- Pada larutan iodide, tambahkan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  dan asam asetat encer, terbentuk iodium yang larut dalam kloroform dan memberikan warna violet, jika ditambahkan larutan kanji, terbentuk warna biru.

### Permanganat ( $\text{MnO}^{4-}$ )

- Pada larutan permanganat, tambahkan asam sulfat dan asam oksalat dan panaskan, warna ungu akan hilang.
- Pada larutan permanganat, tambahkan asam sulfat dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  warna hilang dalam keadaan dingin.

### Nitrat ( $\text{NO}^{3-}$ )

- Pada larutan nitrat, tambahkan larutan besi (II) sulfat, tidak terjadi warna coklat. Jika ditambahkan asam sulfat pekat dengan hati-hati lewat dinding tabung, terbentuk cincin coklat.
- Pada larutan nitrat, tambahkan serbuk difenilamin dan asam sulfat pekat, terjadi warna bim segera.
- Larutan nitrat jika dicampur dengan asam sulfat pekat dan Kristal brusin terjadi warna merah.

### Nitrit ( $\text{NO}^{2-}$ )

- Larutan nitrit jika dipanaskan dengan asam sulfat pekat terjadi uap coklat dari  $\text{NO}_2$ . Jika ditambahkan larutan KI maka terbentuk uap violet dari  $\text{I}_2$ .
- Pada larutan nitrit ditambahkan larutan besi (II) sulfat dan asam sulfat, terbentuk warna coklat segera.
- Pada larutan nitrit tambahkan antipirin dan asam sulfat encer terbentuk warna hijau.

### Fosfat ( $\text{PO}^{4-}$ )

- Netralkan larutan fosfat hingga pH lebih kurang 7, tambahkan larutan peraknitrat terbentuk endapan kuning muda yang larut dalam ammonia encer dan asam nitrat encer.
- Pada larutan fosfat tambahkan asam nitrat encer dan larutan ammonium molibdat, panaskan terbentuk endapan kuning kenari terang.
- Pada larutan fosfat tambahkan magnesium sulfat dan ammonia, terbentuk endapan putih.

### Sulfat ( $\text{SO}_4^{4-}$ )

- Pada larutan sulfat tambahkan larutan asam klorida encer dan barium klorida, terbentuk endapan putih yang tidak larut dalam asam klorida pekat.
- Tambahkan larutan timbal (II) asetat, terbentuk endapan putih yang larut dalam larutan natrium hidroksida.

### Sulfit ( $\text{SO}_3^{3-}$ )

- Pada larutan sulfit tambahkan asam sulfat pekat, terbentuk gas  $\text{SO}_2$  yang dapat menghitamkan kertas saring yang dibasahi dengan larutan raksa (I) nitrat.
- Netralkan larutan sulfit, lalu tambahkan setetes larutan Fuchsin, warna menjadi hilang.

### Sulfida ( $\text{S}^{2-}$ )

- Pada larutan sulfida, tambahkan asam sulfat dan larutan timbal (II) asetat, terbentuk endapan hitam.
- Tambahkan larutan nitropusid dan ammonia encer, terbentuk warna merah violet.

### Tiosulfat ( $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ )

- Pada larutan tiosulfat, tambahkan asam klorida, terbentuk endapan kuning dan gas  $\text{SO}_2$  yang dapat menghitamkan kertas saring yang dibasahi dengan larutan raksa (I) nitrat.
- Pada larutan tiosulfat tambahkan larutan iodium, terjadi perubahan warna.
- Pada larutan tiosulfat tambahkan larutan besi (II) Klorida, terjadi warna ungu yang segera hilang.

### Tiosianat ( $\text{SCN}^-$ )

Pada larutan tiosianat, tambahkan asam klorida encer dan larutan besi (III) klorida, terbentuk warna merah.

### **Pemeriksaan anion organik**

### Asetat

- a. Jika dipanaskan dengan asam oksalat terjadi bau khas asam asetat (FI edisi III).
- b. Jika dipanaskan dengan asam sulfat pekat dan etanol, terbentuk bau yang khas dari etil asetat (FI edisi III).
- c. Pada larutan asetat ditambahkan larutan besi (III) klorida terbentuk endapan merah yang larut dalam asam mineral (USP XIX).
- d. Jika digerus dengan  $\text{KHSO}_4$  dan dibasahi akan tercium bau asam asetat.

### Benzoat

- a. Jika dipanaskan dengan asam sulfat pekat terjadi sublimat putih pada dinding tabung.
- b. Pada larutan benzoate netral, tambahkan larutan besi (III) klorida, terbentuk endapan merah daging, lalu tambahkan asam klorida pekat, terbentuk hablur asam benzoate (FI edisi III, Ph..Eur.I).
- c. Tambahkan asam klorida, terbentuk hablur putih, cuci hablur dengan air sampai bebas klorida.
- d. Suhu lebur endapan lebih kurang  $122^\circ\text{C}$  ( $120^\circ\text{-}124^\circ\text{C}$ ) (FI edisi III, Ph. Eur. I).

### Fumarat

Campurkan zat dengan resorsinol (1:2), lalu dalam krus tambahkan asam sulfat pekat dan panaskan perlahan-lahan terbentuk masa setengah padat berwarna merah tua. Tambahkan masa tersebut pada air bervolume besar, terjadi larutan kuning jingga, tidak berfluoresensi.

### Glukonat

- a. Pada larutan ditambahkan larutan besi (III) klorida, terjadi warna kuning hijau.
- b. Pada 5ml larutan tambahkan 1ml asam asetat glasial dan 1 ml fenilhidrazin, panaskan diatas penangas air selama 1 jam gores dengan batang pengaduk kaca, terbentuk hablur suhu lebur  $202^\circ\text{C}$  disertai peruraian.

### Laktat



- a. Asamkan larutan laktat dengan asam sulfat pekat, lalu tambahkan larutan  $\text{KMnO}_4$  panaskan, terbentuk asetaldehid yang dikenal baunya. (FI edisi III, Ph. Eur. I, USP XIX).
- b. Tambahkan larutan iodium (Wagner) dan larutan  $\text{NaOH}$  panaskan terbentuk endapan iodofom yang dikenal baunya dan mempunyai suhu leleh  $118-124^\circ\text{C}$
- c. Pada larutan laktat tambahkan asam sulfat pekat dan larutan guaikol, panaskan, terbentuk warna merah (Ph.Eur.I).

#### Oksalat

- a. Pada larutan oksalat tambahkan larutan kalsium klorida, terbentuk endapan putih yang larut dalam asam klorida encer.
- b. Pada larutan oksalat teteskan larutan  $\text{KMnO}_4$  warna ungu hilang pada pemanasan.

#### Salisilat

- a. Larutan salisilat dengan larutan brom membentuk endapan putih kuning gading.
- b. Pada larutan salisilat netral, tambahkan larutan besi (III) klorida, terjadi warna violet kemerahan intensif yang mantap dengan penambahan sedikit asam asetat.
- c. Pada larutan salisilat tambahkan asam klorida encer, terbentuk hablur yang setelah dicuci mempunyai suhu leleh lebih kurang  $159^\circ\text{C}$ . ( $156^\circ-161^\circ\text{C}$ ), Ph. Eur.I)

#### Sitrat

- a. Didihkan larutan sitrat netral dengan larutan kalsium klorida terbentuk endapan putih yang dapat larut dalam asam asetat. Pada keadaan dingin pengendapan tidak akan terjadi.
- b. Pada larutan sitrat tambahkan larutan raksa (II) sulfat, didihkan, saring kalau perlu. Tambahkan beberapa tetes larutan kalium permanganat, warna hilang dan terbentuk endapan putih.

#### Tartat

- a. Didihkan larutan tartat dengan larutan besi (II) sulfat dan beberapa tetes larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$ , larutan berwarna kuning. Tambahkan larutan NaOH berlebih, terjadi warna ungu violet (Reaksi Fenton).
- b. Didihkan larutan tartat dengan campuran Resorcin, larutan KBr dan asam sulfat pekat, terjadi warna biru intensif. Jika didinginkan dan ditambahkan air, terbentuk warna merah.
- c. Pada larutan tartat netral, tambahkan larutan perak nitrat berlebih, terbentuk endapan putih yang larut dalam asam nitrat dan dalam ammonia encer. Jika dipanaskan terjadi cenin perak yang menempel pada dinding tabung.

### **Pemeriksaan Kation**

#### **Ion Logam Alkali**

##### **Litium ( $\text{Li}^+$ )**

- a. Basahilah senyawa litium dengan asam klorida, bakar pada sebatang kawat NiCr dalam nyala, nyala merah kamin (USP XIX).
- b. Pada larutan litium dalam asam klorida, tambahkan larutan NaOH dan larutan dinatrium hidrofosfat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) terbentuk endapan putih (B.P. 1973).

##### **Natrum ( $\text{Na}^+$ )**

- a. Basahilah senyawa natrium dengan asam klorida pekat, bakar pada sebatang kawat NiCr dalam nyala, nyala kuning.
- b. Asamkan larutan dengan asam asetat saring jika perlu, tambahkan larutan seng uranil asetat berlebih, terbentuk endapan hablur kuning.
- c. Pada larutan garam natrium, tambahkan larutan kalium heksahidroksantimonat (IV), terbentuk endapan putih.

##### **Kalium ( $\text{K}^+$ )**

- a. Basahilah senyawa kalium dengan asam klorida pekat, bakar terbentuk nyala violet.
- b. Campurkan 2ml larutan kalium jenuh dengan 10 tetes larutan asam tartrat jenuh, terbentuk endapan putih.

- c. Larutkan garam kalium dalam asam asetat dan tambahkan larutan natrium hexanitrokobaltat (III), terbentuk endapan kuning jingga.

Ion ammonia ( $\text{NH}_4^+$ )

- a. Panaskan garam ammonium dengan larutan natrium hidroksida, terjadi bau amoniak yang membirukan kertas lakmus merah.
- b. Pada larutan ammonium, tambahkan larutan NaOH dan pereaksi Nessler terbentuk warna coklat jingga.

## **Ion Alkali Tanah**

### Barium (Ba)

- a. Tambahkan asam klorida pekat pada larutan barium, bakar pada sebatang kawat NiCr, terbentuk nyala kuning yang berubah menjadi biru jika dilihat dengan kaca hijau (USP XIX, FI III).
- b. Larutan garam barium dengan asam sulfat encer membentuk endapan putih yang praktis tidak larut dalam asam klorida dan atau asam nitrat (USP XIX, FI III).
- c. Netralkan larutan garam barium dengan larutan asam asetat dan natrium asetat, tambahkan kalium kronat, terbentuk endapan kuning yang larut dalam asam.

### Kalsium (Ca)

- a. Tambahkan asam klorida pekat pada senyawa kalsium, bakar pada sebatang kawat dalam nyala, terbentuk nyala merah muda.
- b. Pada larutan garam kalsium tambahkan larutan ammonium karbonat terbentuk endapan putih yang sukar larut dalam larutan ammonium klorida.
- c. Pada larutan garam kalsium, tambahkan larutan ammonium oxalat, terbentuk endapan putih yang larut dalam asam klorida, tetapi agak sukar larut dalam asam asetat.

### Magnesium (Mg)

- a. Pada larutan garam magnesium, tambahkan larutan dinatrium hydrogen fosfat, larutan ammonium klorida dan ammonia encer, terbentuk endapan hablur putih.
- b. Pada larutan magnesium tambahkan larutan titan kuning dan larutan natrium hidroksida, terbentuk warna merah dan endapan merah.
- c. Pada larutan magnesium tambahkan larutan ammonium karbonat didihkan, terbentuk endapan putih yang larut dalam larutan ammonium klorida.

### Strontium (Sr)

- a. Tambahkan asam klorida pekat senyawa strontium, bakar terbentuk nyala merah intensif.
- b. Pada larutan strontium tambahkan larutan kalsium sulfat, terbentuk endapan putih.

## **Ion Logam Ringan**

### Alumunium (Al)

- a. Pada larutan alumunium tambahkan larutan ammonium klorida dan ammonia encer, terbentuk endapan gel putih yang larut dalam asam klorida, asam asetat atau larut dalam larutan natrium hidroksida tetapi hampir tidak larut dalam larutan ammonia encer.
- b. Pada larutan alumunium tambahkan 5 tetes larutan ammonium asetat dan 5 tetes larutan biru mordan 0,1%, terjadi warna ungu intensif.
- c. Pada larutan yang netral, tambahkan larutan morin, terbentuk flouresensi hijau.

## **Ion Logam Berat**

### Kobalt (Co)

- a. Pada larutan kobalt tambahkan larutan natrium hidroksida terbentuk endapan biru yang berubah menjadi hijau lumut. Jika didihkan segera endapan menjadi muda. (USP XIX, FI edisi III).
- b. Pada larutan kobalt tambahkan larutan kalium klorida, kalium nitrit dan asam asetat, terbentuk endapan kuning. (USP XIX, FI edisi III)

### Besi (Fe)

- a. Larutan besi (II) dan besi (III) dengan larutan ammonium sulfida membentuk endapan hitam yang larut dalam asam klorida encer sambil membebaskan gas  $H_2S$ .
- b. Larutan besi (II) dengan larutan kalium heksasianoferrat (III), terbentuk endapan biru gelap yang tidak larut dalam klorida tetapi terurai oleh larutan natrium hidroksida. Dengan larutan kalium heksasianoferrat (II) memberntuk endapan putih yang berubah cepat menjadi biru dan tidak larut dalam asam klorida (Ph. Eur. I, FI III).
- c. Asamkan larutan besi (III) dengan asam klorida encer, tambahkan larutan ammonium tiosianat terjadi warna darah yang dapat tertarik oleh eter atau amil alcohol (FI III, Ph. Eur. I).

- d. Pada larutan besi (III) tambahkan larutan kalium heksasianoferrat (II), terbentuk endapan biru intensif yang tidak larut dalam asam klorida encer (Ph. Eur. I, FI III).

#### Mangan (Mn)

- a. Pada larutan mangan, ditambahkan larutan ammonium sulfida terbentuk endapan, yang larut dalam asam asetat (USP XIX).
- b. Panaskan larutan mangan bersama-sama larutan natrium hidroksida dan  $H_2O_2$  terbentuk endapan coklat.
- c. Asamkan larutan mangan asam nitrat encer, tambahkan larutan natrium metaperjodat, terbentuk warna violet.

#### Krom (Cr)

- a. Pada larutan garam, krom (III) tambahkan larutan natrium hidroksida dan  $H_2O_2$ , terbentuk warna kuning.
- b. Pada larutan kromat tambahkan larutan asam asetat encer, dan timbal asetat terbentuk endapan kuning.

#### Seng (Zn)

- a. Pada larutan garam seng, tambahkan larutan kalium heksasianoferrat (II), terjadi endapan putih yang praktis tidak larut dalam HCl encer.
- b. Pada larutan garam seng tambahkan larutan ammonium sulfida terbentuk endapan putih.

#### Timbal (Pb)

- a. Asamkan larutan timbal dengan asam asetat encer, tambahkan larutan kalium kromat terbentuk endapan kuning yang larut dalam natrium hidroksida.
- b. Larutan garam timbal dengan asam sulfat encer membentuk endapan putih yang tidak larut dalam asam klorida encer, tetapi larut dalam larutan ammonium asetat.
- c. Pada larutan timbal, tambahkan larutan kalium iodide, terbentuk endapan jingga kuning (Ph.Eur.I).

#### Bismuth (Bi)

- a. Pada larutan bismuth tambahkan asam klorida lalu tambahkan air berlebih, terbentuk endapan putih (Ph. Eur.I).
- b. Pada larutan bismuth tambahkan pereaksi sinkonin nitrat dan larutan kalium iodide terbentuk endapan jingga.
- c. Pada larutan garam bismuth tambahkan asam nitrat encer dan kalium iodide terbentuk endapan hitam, jika penambahan kalium iodide berlebih endapan larut menghasilkan larutan jingga.

#### Tembaga (Cu)

- a. Pada larutan tembaga tambahkan amoniak terbentuk endapan biru yang berubah menjadi larutan biru tua pada penambahan amoniak berlebihan (USP XIX).
- b. Pada larutan tembaga, tambahkan larutan kalium heksasionferat (II), terbentuk endapan merah coklat (USP XIX).

#### Kadmium (Cd)

- a. Pada larutan cadmium, tambahkan larutan natrium sulfida terbentuk endapan kuning yang pada penambahan asam mineral membebaskan bau  $H_2S$ .
- b. Panaskan larutan cadmium dengan larutan alkali hidroksida, terbentuk endapan putih

#### Arsen (As)

- a. Pada larutan zat, tambahkan bubuk seng dan asam klorida terbentuk gas yang bereaksi dengan kertas raksa (II) klorida membentuk noda kuning coklat (Reaksi Gutzeit, Ph.Eur.I).
- b. Pada larutan arsen, tambahkan  $H_2O_2$  panaskan, tambahkan asam nitrat encer dan larutan ammonium klorida, terbentuk endapan putih.

#### Antimon (Sb)

Larutan senyawa antimon yang agak asam dengan larutan natrium sulfida membentuk endapan jingga yang larut dalam natrium hidroksida atau asam klorida sambil membebaskan gas  $H_2S$ .





## **Ion Logam Setengah Mulia**

### Perak (Ag)

- a. Larutkan garam perak dengan asam klorida membentuk endapan putih yang larut dalam ammonia encer, dan tidak larut dalam asam nitrat encer.
- b. Larutan garam perak dengan penambahan ammonia encer dan sedikit larutan formaldehid lalu dipanaskan, membentuk cermin perak pada dinding (USP XIX, FI III).

### Raksa (Hg)

- a. Larutkan garam raksa (I) dengan natrium hidroksida membentuk endapan hitam.
- b. Pada larutan raksa (I) tambahkan asam klorida terbentuk endapan putih yang pada penambahan ammonia membentuk noda hitam atau abu-abu (Reaksi kalomel).
- c. Larutan garam raksa (II) dengan natrium hidroksida membentuk endapan kuning.
- d. Pada larutan raksa (II) tambahkan kalium iodide terbentuk endapan merah yang larut pada penambahan pereaksi berlebih.

## **Pemeriksaan kation dari senyawa logam organik**

Beberapa senyawa logam organik sering digunakan dalam bidang farmasi seperti besi (III) fumarat, besi (III) sakhara, besi (III) glukonat, kalsium glukonat, kalsium pantotenat, tiokol dermatol dan lain-lain.

Untuk pemeriksaan kualitatif, senyawa logam organik diubah dahulu menjadi senyawa anorganik dengan pemijaran, sisa pijar ditentukan kation-kationnya. Senyawa organik akan terurai menjadi  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  pada pemijaran dan logam akan berubah menjadi logam oksida. Logam oksida inilah yang akan kita tentukan ion-ionnya. Tidak semua kation dapat diperiksa lewat sisa pijar karena ada beberapa oksida logam yang menguap seperti  $\text{HgO}$  dan  $\text{As}_2\text{O}_3$ .

Mula-mula pemijaran dilakukan di atas api kecil, kemudian api diperbesar sampai terbentuk sisa pijar yang stabil. Berdasarkan sifat kelarutan sisa pijar yang diperoleh, dapat diklasifikasikan sebagai berikut:

1. Larut dalam air :Na, K.
2. Larut dalam asam asetat encer : Ca, Ba, Sr, Mg, Zn, dan Cu.
3. Larut dalam asam nitrat encer ; Ag, Al, Bi, Fe, Su, Mn, Ni, Cd, dan Pb.
4. Larut dalam asam klorida panas : Sb.
5. Tidak larut dalam asam : SiO<sub>2</sub>.

Warna sisa pijar dapat digunakan dalam orientasi kerja.

1. Kuning (panas), putih (dingin) : ZnO.
2. Jingga : Bi dan Sb.
3. Coklat : Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.
4. Hitam : CuO, PbO.
5. Putih : Oksida alkali dan alkali tanah

Untuk mendapatkan sisa pijar yang stabil, biasanya digunakan asam nitrat pekat yang ditambahkan (setelah pemijaran dengan api kecil lalu pemijaran kembali dengan api besar (hati-hati uap NO<sub>2</sub>)).

Pemeriksaan selanjutnya dilakukan pada kation-kation.

## **B. Pemeriksaan Gugus Fungsi**

### **Senyawa Nitrogen**

#### Nitro aromatic

Larutkan 50mg zat dalam 3ml etanol tambahkan pula 3ml asam klorida, dan 200mg bubuk seng panaskan diatas penangas air selama 15menit. Pada filtrat tambahkan pereaksi Diazo A dan Diazo B : terbentuk warna endapan merah sampai kuning.

Positive : Niklosamid, Nitrozepam, Kloramfenikol.

#### Amin primer aromatic

- a. Larutkan 100mg zat dalam 2ml asam klorida encer dinginkan tambahkan 4ml larutan natrium nitrit (Diazo A) dan 2ml larutan alfa naftol (Diazo B) : terbentuk endapan merah sampai kuning jingga (FI III, Ph. Eur. 1).

- b. Pada larutan zat tambahkan p-DAB HCl: terbentuk endapan kuning sampai jingga (Ph.Eur.I).

Positive : Sulfanilamida, Benzokain, Prokain.

Reaksi positive diberikan oleh senyawa yang telah dipanaskan bersama asam klorida encer selama 15menit : Fenacetin, Furosemida, Ftalil Sulfatiazol, Hidrokortison, Klordiazepam, Nitrazepam, Oxazepam.

#### Amin alfatik primer

Pada larutan zat dalam etanol tambahkan CS<sub>2</sub> dan panaskan sampai volumenya berkurang. Tambahkan larutan raksa (II) klorida : terbentuk bau khas (bau mustard oil).

#### Amin primer (alpatik atau aromatic)

Pada larutan zat dalam etanol tambahkan kloroform dan larutan natrium hidroksida, panaskan : tercium bau isoni tril (awas beracun!).

#### Amin sekunder

Pada zat tambahkan 2ml asam klorida encer, 2ml larutan natrium nitrit, sesudah lima menit tambahkan 5ml air dan 10ml eter, kocok. Kumpulkan fasa eter dan uapkan. Pada residu, tambahkan 50mg fenol panaskan, tambahkan 1ml asam sulfat pekat : terbentuk warna biru, tuangkan dalam sejumlah air, warna menjadi merah dan jika dibasakan warna menjadi biru kembali.

#### Asam amino

- a. Asam amino dimasak bersama dengan larutan tembaga (II) sulfat : terbentuk warna biru tua.
- b. Pada larutan zat tambahkan larutan ninhidrin, panaskan sampai mendidih : terbentuk warna ungu sampai biru.

Reaksi positive diberikan oleh : Efedrin basa (merah), isoniazid (kuning merah), Antazolin (violet), Simpatol (merah coklat-violet).

### Amida

10mg zat dilebur sampai terbentuk gas amoniak, residu dilarutkan dalam air dan tambahkan beberapa tetes natrium hidroksida serta 1 tetes tembaga sulfat : terjadi warna merah ungu (Uji Biuret).

### Guanidine

Pada 1mg zat tambahkan 5ml air, 1ml larutan natrium hidroksida, 1ml larutan naftol dan 3 tetes natrium hipobromida : terjadi warna ungu (Uji Sakaguchi).

(Natrium Hipobromida : 2 gr NaOH, 0,5ml air brom dan air sampai 10ml).

### Derivate piridin

- a. 100mg zat dilebur dengan 100mg natrium karbonat : tercium bau piridin.
- b. 5mg zat digerus dengan 10mg dinitroklorbenzol dilebur, dinginkan dan tambahkan 2ml larutan KOH-etanol : terbentuk warna merah tua.

### Alkaloid

- a. Pada beberapa mg alkaloid tambahkan 1 tetes asam klorida encer dan 1 tetes pereaksi Dragendroff : terbentuk endapan jingga atau jingga merah.
- b. Pada beberapa mg zat, tambahkan 1 tetes asam klorida encer dan 1 tetes pereaksi kalium tetraodohodrargirat (II) (pereaksi mayer) : terbentuk endapan putih sampai kuning jingga.

### Gugusan alcohol

- a. Esterifikasi : pada zat, tambahkan asam asetat atau salisilat dan beberapa tetes asam sulfat pekat, panaskan : bau ester.
- b. Oksidasi menjadi aldehida : pada zat tambahkan larutan kalium permanganate dan beberapa tetes asam sulfat encer : tercium aldehida atau diuji dengan pereaksi Schiff : terbentuk warna merah.\
- c. Encerkan 0,5ml pereaksi seri (IV) nitrat dengan 3ml air di dalam tabung reaksi, tambahkan padanya 5 tetes larutan zat, kocok : terjadi perubahan warna kuning menjadi merah.

Positive untuk senyawa fenol : endapan coklat atau hijau, yang dalam dioksan menjadi merah atau coklat.

Amin aromatic, amin hidro klorida, dan senyawa yang mudah teroksidasi menjadi gugus kromofor memberikan warna atau endapan dengan pereaksi ini. Begitu pula senyawa lain seperti turunan tiopen atau yang mudah teroksidasi akan bereaksi dengan pereaksi seri (IV) nitrat ini.

(Pereaksi seri (IV) nitrat : 200gram seri ammonium nitrat dilarutkan dalam 500ml asam nitrat 2N, kalau perlu dipanaskan).

### Gugusan fenol

- a. Reaksi Millon, pada zat tambahkan pereaksi Millon : terbentuk warna merah.
- b. Pada larutan zat atau beberapa mg zat, teteskan larutan besi (III) klorida : terbentuk warna-warna. Beberapa turunan Pirazolon, enol, asam hidroksi, tetrasiklin, fenotiazin memberikan warna dengan pereaksi ini.
- c. Pada larutan zat, tambahkan pereaksi air brom : terjadi endapan (reaksi substitusi).
- d. Reaksi diazosulfanilat ; pada 10mg zat atau larutannya, tambahkan 1ml larutan natrium hidroksida encer, 4ml larutan asam sulfanilat dan 4ml larutan natrium nitrit : terbentuk warna merah.

Tetrasiklina : merah tua

Piridoksin : kuning jingga (kalau ditambah asam asetat : merah)

Histidin dan parasetamol : merah

Kodein, morfin, heroin, dionin, dilaudid, eukadol : merah

### Asam karboksilat

- a. Esterifikasi : Pada larutan zat, tambahkan etanol atau methanol dan beberapa asam sulfat pekat, panaskan : bau ester yang khas.
- b. Pada 100mg zat tambahkan 6 tetes tionliklorida dan panaskan sampai kering. Tambahkan 1ml larutan hidroksilamin, timolftalein dan larutan KOH etanol,

dinginkan dan tambahkan larutan asam klorida sampai warna biru hilang, tambahkan beberapa tetes larutan besi (III) klorida : warna merah.

### Ester

Pada 30mg zat tambahkan 0,5ml larutan hidrosilamin 7% dalam methanol, 0,5ml larutan KOH 10% dalam etanol dan beberapa tetes asam klorida, tambahkan larutan besi (III) klorida : warna merah. (Ph. Eur. I). 37.

### Gugusan Karbonil (aldehidas dan keton)

- a. Larutkan zat aldehida dalam air, tambahkan beberapa tetes asam klorida 3N sampai pH 3, tambahkan pereaksi SCHIFF : terbentuk warna merah violet.
- b. Reaksi Legal-Rothera : pada zat tambahkan larutan natrium nitropusid dan beberapa tetes aminak : terbentuk warna ungu merah (untuk keton).

### Gufusan metilen aktif (-CH<sub>2</sub>CO<sup>-</sup>).

- a. Pada zat tambahkan etanol, Kristal 1,3 dinitrobenzol dan beberapa tetes KOH 15% : warna merah.
- b. Pada 50mg zat tambahkan 0,5ml salisilaldehida, 4ml air dan 2ml asam sulfat pekat, kocok dan panaskan : warna merah.

Positive untuk senyawa : diazepam, Hidromorfon, Aseton.

## PEREAKSI KHUSUS

### Reaksi Iodorform

Pada 10mg zat, tambahkan 2ml larutan NaOH 3N dan beberapa tetes air iod (pereaksi wagner), panaskan: bau iodoform.

### Reaksi Molisch

Pada 5mg zat tambahkan 2ml air, 5 tetes larutan nafto dan 2ml asam sulfat pekat : cincin merah ungu.

Positive untuk senyawa gula pereduksi (fruktosa, glukosa, dan lain-lain).

### Reaksi Murexide

Pada 10mg zat, tambahkan 1,5ml larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan 5 tetes asam klorida pekat, panaskan diatas penangas air sampai kering : residu berwarna kuning merah. Pada residu tersebut, tambahkan 1 tetes amoniak pekat : terbentuk warna merah violet.

Reaksi positive diberikan oleh senyawa turunan xantin atau yang berinti purin seperti : Aminofilil, Etofilin, Kofeina, Teofilina, Teobromin.

### Reaksi Zwikker

Pada 10mg zat, tambahkan 10 tetes larutan kobalt (II) nitrat dalam methanol, 2 tetes amoniak pekat atau 30mg serbuk natrium tetraborat : terjadi warna biru violet.

Reaksi positive diberikan oleh senyawa terutama turunan barbiturate glutetimida, fenitoin, beberapa sulfonamide (sulfatiourea, sulfatiazol, sulfanilamide, ftalilsulfatiazol, sulfamoxol), turunan purin (kofeina, teofilin, teobromin) dan turunan piridin.

Beberapa senyawa memberikan gejala berbeda yaitu terbentuk senyawa berwarna biru atau violet dengan perekasi ini seperti : furosemide, mefrusida, hidrokloriazida, nipagin, persedon dan sakarin natrium yang memberikan warna biru hanya dengan kobalt (II) nitrat.



## **Aqua Brom**

Zat dilarutkan dalam air atau HCl 0,5 N + pereaksi

## **Reaksi Beilstein**

Kawat Cu dibersihkan kemudian dibakar. Lalu kawat dicelupkan ke dalam larutan zat kemudian dibakar. Akan memberikan warna nyala. Untuk Halogen (Cl, Br, I) akan memberikan warna nyala hijau.

## **Reaksi Carletti**

Zat (dalam keadaan bebas air) tambahkan asam oksalat, resorsin dan asam sulfat pekat : terbentuk warna ungu.

## **Reaksi Vitali-Morin**

Pada 5mg zat dalam cawan porselen, tambahkan 0,5ml asam nitrat pekat, panaskan di atas penangas air sampai kering. Dinginkan dan larutkan dalam 5ml aseton. Pada larutan aseton tambahkan 1ml larutan KOH-etanol : terjadi warna.

Reaksi ini asalnya untuk menunjukkan senyawa berinti tropat seperti atropine, tapi ternyata beberapa senyawa lain memberikan warna yang khas.

<u>warna</u>	<u>senyawa</u>
Biru violet	Atropin, Buskopian, Meklosina
Merah violet	Tetrakain, Striknin
Merah ungu, endapan coklat	Nitrofurantoin
Merah darah	Bamipin, imipramin
Merah	Nikosamida
Merah coklat	Antazolin, Trimetropim, Fenazon
Merah rasa	Tolbutamid
Merah jingga	Fisostigmina

Merah jingga endapan	Asam salisilat
Jingga	Prometazin, Klorpromazin
Jingga coklat (endapan)	Fenoksimetil, penisilina
Hijau	Lidokaina

### **Reaksi Chen dan Kao**

Pada 1ml larutan zat dalam asam asetat, tambahkan 2 tetes larutan tembaga (II) sulfat dan 2 tetes NaOH : terjadi warna ungu (violet) yang tertarik oleh isoamilakohol.

Violet : Efedrin, metanefrin, metilefedrin, orsiprenalin (berubah menjadi hijau), fenilefrina, fenilpropanolamina, pseudoefedrin.

Hijau : Adrenalina (berubah menjadi coklat), adrenolon (menjadi jingga), isoprenalin (menjadi coklat), noradrenalin (menjadi coklat).

### **Reaksi Cuprifil**

Zat ditambah cupri sulfat 1%, kemudian tambahkan natrium hidroksida berlebih, kocok : terbentuk warna biru tua atau muda.

### **Reaksi Esterifikasi**

Zat ditambahkan etanol dan asam sulfat pekat, panaskan diatas penangas air. Kemudian encerkan dengan air : terbentuk bau ester yang khas.

### **Reaksi Thallequin**

Tempatkan 1 tetes larutan zat di atas plat tetes, tambahkan 1 tetes larutan brom sampai larutan berwarna kuning.

Hembuskan uap ammonia pada campuran : hijau.

Reaksi positive diberikan oleh : hidrokinaida, hidrokina, kinidina, kinina.

Sinkonin dan sinkonidin memberikan reaksi negative dengan pereaksi ini.

### **Reaksi Fujiwara**

Tambahkan beberapa mg atau tetes larutan zat pada campuran 1 ml piridina dan 2ml larutan NaOH. Panaskan di atas penangas air : terjadi warna merah pada lapisan piridina.

Reaksi ini positive untuk senyawa trikloro seperti : Kloramfenikol, Kloral hidrat, Klorbutanol, Kloroform.

### **Reaksi FPN**

Pada 1 ml larutan zat, tambahkan 1ml pereaksi FPN : terbentuk bermacam warna, merah, jingga, violet, biru yang menyala.

Reaksi ini positive tiazina seperti : prometazina.

Diberikan oleh senyawa turunan fenoklorpromazina, levomepromazina.

### **Reaksi Fehling**

Pada 5mg zat, tambahkan pereaksi fehling A & B (1:1), kemudian panaskan : terbentuk warna kuning sampai merah bata.

### **Reaksi Indophenol**

Pada 5mg zat, tambahkan 2ml air, panaskan. Kemudian tambahkan 2 tetes natrium hidroksida, 2ml larutan kaporit, 1 tetes fenol liq : terbentuk warna-warna.

### **Reaksi King**

Pada 5mg zat, ditambah Diazo A & Diazo B (1:4) dan natrium hidroksida hingga alkalis : terbentuk warna merah.

### **Reaksi Forrest**

Pada 1ml larutan zat, tambahkan 1ml pereaksi Forrest : terbentuk warna hijau.

Reaksi ini menunjukkan adanya : Imipramina, Desipramina, trimipramina.

Pereaksi Forrest : Campuran kalium bikromat, asam sulfat pekat, asam perklorat dan asam nitrat pekat.

### **Rekasi Salkowski**

Pada 5mg zat, tambahkan 2ml kloroform dan 3ml asam sulfat pekat : lapisan kloroform berwarna merah.

Rekasi positive diberikan oleh : Hormon steroid dan kolesterin.

### **Reaksi Liebermann-Burchard**

Pada 5mg zat, tambahkan 2ml kloroform, 10 tetes asam asetat anhidrida dan 2 tetes asam sulfat pekat : terbentuk warna biru sampai hijau.

Reaksi positive diberikan oleh : Hormon steroida, kolesterin.

### **Reaksi Kromatropat**

Pada 10mg zat, tambahkan 2ml asam sulfat pekat dan 5mg natrium kromatropat, panaskan pada suhu 105<sup>0</sup>C; amati warna yang terjadi.

#### Warna setelah dua menit

#### Senyawa

Biru violet

Formaldehida

Violet

Hidroklortiazida, Ampisilina

Merah violet

Indometazina

Merah

Etakridin laktat

Kuning coklat

Benzilpenisilina

Kuning hijau

Propisilina

Hijau kuning

Fenetisilina

Hijau coklat

Metisilina

Hijau violet

Kloksasilina

Biru

Fenoksimetilpenisilina

### **Rekasi Batang Korek Api**

Di atas plat tetes, tambahkan 2 tetes asam klorida encer pada zat, lalu masukkanlah batang korek api : terjadi warna jingga pada batang korek api.

Rekasi positive diberikan oleh semua Sulfonamida, kecuali gugus amin aromatic primernya tertutup seperti Ftalisulfatiazol dan sulfonamide yang tidak mempunyai gugus amin primer.

Uji ini positive untuk senyawa lain yang mempunyai gugus a,min aromatic primer. Untuk senyawa seperti ftalilsulfatiazol, hidrolisa dalam suasana asam akan menyebabkan reaksi menjadi positive.

### **Reaksi Kalomel Reduksi**

Sedikit zat kering digerus dengan raksa (1) klorida lalu tambahkan sedikit alcohol encer : warna abu-abu.

Reaksi positive untuk senyawa : prokain HCl, Kokaina HCl, pilokarpina HCl.

### **Rekasi dengan Besi (III) klorida**

Pada 5mg zat, tambahkan 1ml air dan 1 tetes larutan besi (III) klorida : terjadi bermacam warna.

#### Warna yang terjadi

#### Senyawa

Merah : antipirin, piridoksin, emodin benzoate (endapan merah).

Hijau : vioform, superol, parasetamol (hijau biru), adrenalin, isoprnalin

Biru violet : dilaudid, morfina, tiokol, antalgin, piramidon

Violet : salisilat, PAS-Na, kodein, santonin, aspirin (setelah dimasak), streptomisina, sakarina

## Reaksi Marquis

Pada 5mg zat, tambahkan 2 tetes formaid'ehidadan 1 ml asam sulfat pekat: terbentuk warna. Warna yang terjadi merah muda, merah, merah violet, kuning, hijau, biru violet, violet, jingga coklat.

Senyawa duotal, dietazin, heroin, metadon, mepiramin, nalorpin, parasetamol, amfetamin, brusin, luminal, petidin, pirogalol, pseudo morfin, tobain, guaiakol, morfin, promaetazin, dikodid, demetilklortetrasiklin, difenhidramin, klortetrasiklin, veronal, emetin, metiltestosteron, plasmokin, optokin, striknin, dilaudid, dionin, narkotin, resepin, fenilbutazon,tiokol, etinilestradiol, primakuin, meskalin, antazolin, dimenhidrinat.

## Rekasi Frohde

Pada 5mg zat, tambahkan 5 tetes larutan ammonium molibdat dan 5 tetes asam sulfat pekat : terbentuk warna.

<u>Warna yang terjadi</u>	<u>Senyawa</u>
Merah muda	Mepiramin, prometazin
Merah	Brusina, Heroin
Kuning dilaudid	Fisostigmina, kolhisina, teforin, veratrin,

## Reaksi Mandelin

Pada 5mg zat, tambahkan 1 tetes larutan ammonium vanadate dan 1 tetes asam sulfat pekat : terbentuk warna.

<u>Warna yang terjadi</u>	<u>Senyawa</u>
Merah mepiramina, morfina novokain, prometazin.	anestesis, antazolin, brusin dietazin,
Kuning	antipirin, petidin, veratrin
Hijau kodein	apomorfin, dionin, fisostigmin kolhisina,

Biru papaverin	dimenhidramin, kliradon, metadon,
Violet	heroin, normetadon, yohimbin
Jingga	piramidon, pantokain

### Reaksi Wasicky

Pada 5mg zat atau 3 tetes larutan zat, tambahkan 3 tetes larutan p-dimetilaminobenzaldehida (p-DAB Hel) : terbentuk warna.

Kadang-kadang pengujian dilakukan sebagai berikut : pada 5 mg zat, tambahkan 2 tetes larutan p-DAB dalam etanol lalu teteskan 1 tetes asam sulfat pekat : terbentuk warna.

<u>Warna yang terjadi</u>	<u>Senyawa</u>
Merah muda psilopsibin), klordia, zepoksida	Alkalid ergot (lisergida, dimetil triptamin,
Kuning jingga aminosalisilat, prokain, sulfonamide, karbromal, karbromat, fenasetin, fensemida.	senyawa amin primer aromatic : asam
Jingga	parasetamol, antalgin (larutan).

### Reaksi dengan Asam Sulfat pekat

Pada 5mg zat atau 1 tetes larutan zat di atas plat tetes, tambahkan 1 tetes asam sulfat pekat : terbentuk warna.

<u>Warna yang terjadi</u>	<u>Senyawa</u>
Biru tioridazina.	Demetiklortetrasiklin, klortetrasiklin,
Kuning karbohidrat (glukosa, sakarosa).	metilpentinol, sediaan mengandung
Jingga kortison.	amitriptilina, etiniloestradiol, hidrokortison,

Kuning	difenhidramin, griseofulvina, prednisolone
Merah	hexamine, prednisolone, turunan fenotiazina
Violet	oksitetrasiklina, tetrasiklina

### **Rekasi dengan Asam Nitrat Pekat**

Pada 5mg zat atau larutan zat, tambahkan 1 tetes asam nitrat pekat : terbentuk warna.

#### Warna yang terjadi

#### Senyawa

Merah klortetrasiklin, tetrasiklin	Brusina, apomorfina, antazolin, demetil
Jingga parasetamol	Oksitetrasiklin, morfina, kodein, papaverin
Kuning feniramin, dikodid, heroin, narkotin striknina, pantokain, fisostigmina.	Fenasetin, klortetrasilina, CTM, ampicilina,
Merah muda fenotiazina	Prometazin, dietazin, difenhidramin, turunan
Violet	kolhisina, spiramisina



## PENENTUAN TITIK DAN JARAK LEBUR

### Pendahuluan

Titik lebur suatu zat adalah suhu pada saat zat tersebut telah melebur seluruhnya yang ditunjukkan pada saat fasa padat tepat hilang berubah menjadi fasa cair. Dalam beberapa hal, kejadian ini disertai dengan pengujian. Untuk zat murni harga titik lebur selalu tetap dan satu. Karena ketidakmurnian maka harganya tidak merupakan satu angka melainkan dua angka sebagai jarak suhu yang dikenal dengan istilah jarak lebur.

Jarak lebur diartikan sebagai jarak antara suhu permulaan dan suhu akhir pelelehan. Suhu permulaan dicatat pada saat zat mulai meleleh dan suhu akhir dicatat pada saat zat seluruhnya selesai mencair.

Titik atau jarak lebur suatu zat selalu tetap dan khas. Oleh karena itu tetapan ini dapat digunakan dalam identifikasi. Jika harga yang diperoleh tidak sesuai atau terlalu jauh berbeda, maka harus dilakukan rekristalisasi dahulu dengan pelarut yang cocok, baru kemudian titik atau jarak leburnya ditentukan.

Pada umumnya zat masih dapat dikatakan murni, jika memiliki titik leburnya tidak kurang atau melebihi 2 derajat celsius, dari yang tertera dalam literature.

Di samping tetapan yang khas, penentuan titik atau jarak lebur, mempunyai keunggulan lain dalam hal kesederhanaan alat atau kecepatan penetapan.

Prosedur penetapan banyak sekali sesuai dengan tipe peralatan yang digunakan serta titik atau jarak lebur zat yang dicari. Alat yang sering digunakan adalah: "microscopic hot bench", "melting block", alat thiele, dan lain-lain. Sedangkan metode yang sering digunakan adalah metode kapiler. Beberapa Farmakope termasuk Farmakope Indonesia Ed. III menganjurkan metode kapiler yang digunakan identifikasi ini.

### Peralatan

- a. Pipa kapiler yang terbuat dari bahan kaca borosilikat yang salah satu ujungnya tertutup, mempunyai tebal dinding lebih kurang 0,1 sampai 0,15 mm, diameter dalam 0,9 mm sampai 1,1 mm dengan panjang kapiler disesuaikan dengan alat yang dipakai.
- b. Termometer, berskala  $10^{\circ}$  sampai  $360^{\circ}$ , panjang tiap derajat skala kira-kira 0,8 mm.

- c. Penangas yang terbuat dari kaca yang diisi dengan cairan penangas yang cocok. Dalam hal ini, digunakan alat thiele dan paraffin sebagai cairan penangas. Silicon cair adalah yang terbaik.
- d. Kaca pembesar dan alat-alat lainnya (kaca arloji, mortar, stamper).

### **Cara penetapan**

Gerus 50mg zat sampai halus dengan mortar. Keringkan hasil gerusan di dalam hampa udara di atas silicagel atau fosforpentoksida selama 24 jam. Masukkan zat ke dalam pipa kapiler kering dengan cara mengetuk-ngetuk sehingga diperoleh kolom zat setinggi kira-kira 3mm.

Ikatkan pipa kapiler pada thermometer sedemikian hingga ujung yang tertutup berada pada bagian tengah pencadangan air raksa thermometer. Masukkan thermometer tadi ke dalam cairan penangas yang berada di dalam alat thiele, yang telah dipanaskan 100 dibawah suhu awal lebur zat. Atur pemanasan hingga kenaikan suhu penangas 10 per menit. Bacalah suhu thermometer pada saat melebur dan catat pula suhu kamar pada saat percobaan dilakukan.

Suhu lebur dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$T_r = T + 0,00015 N (T-t)$$

Dimana  $T_r$  adalah suhu lebur yang telah dikoreksi,  $T$  adalah suhu yang dibaca pada thermometer,  $N$  adalah jumlah derajat skala thermometer antara permukaan cairan penangas dan skala.

Suhu lebur yang terbaca dan  $t$  dihitung dari :  $T-t$  kamar

2

Jarak atau titik lebur yang ditetapkan dengan cara di atas harus berada di antara kedua jarak suhu jarak lebur yang tertera dalam monografi.

### **Kalibrasi alat dan thermometer**

Alat yang digunakan harus dikalibrasi terhadap zat yang telah diketahui titik lelehnya yang terhadap baku pembanding untuk titik lebur. Baku pembanding dapat dilihat dalam farmakope Indonesia ed. III halaman 768. Penetapan dilakukan dengan menggunakan pipa

kapiler 1 mm, jika suhu lebur zat baku pembandingan yang diobservasi terpaut  $\pm 2^{\circ}\text{C}$  dari yang tertera dalam farmakope, maka alat dan thermometer tersebut dapat dikatakan baik (satisfactory).

**DAFTAR ZAT DAN TITIK/JARAK LEBURNYA**

Adrenalina	212 (p)	Indometasin	153-154
Adrenalin bitartrat	150	Isoniazid	170-174
Amfetamin Sulfat	204	Levomepromazin	124-127
Alprenolol HCl	108	Lidokain	66-69
Aminofenazona	107-109	Lidokain HCl	76-79
Amitriptilina	197	Karbromal	116-118
Amobarbital	156	Kinin	116-118
Amodiakina	160	Kiniri Sulfat	210-219
Antazolina HCl	183 (p)	Kinidin	174-175
Atropine sulfat	191-195 (p)	Kloramfenikol	149-153
Ampisilina	202	Klordiazepoksid	236-239
Asam asetilsalisilat	141-144	Klordiazepoksid HCl	218
Asamaminokaproat	204-206	Kloro,kina difosfat	87
Asam askorbat	190	Klorpromazin	194-198
Asam benzoate	121-124	Kohisterin	147-150
Asam nikotinat	234-237	Kodein	154-157
Asam salisilat	159-161	Kodein Fosfat	225-227
Barmipin HCl	115	Kofein	235-239
Barbital	188-192	Kortison asetat	240 p
Benzokain / Anestesi	89-92	Mafenid HCl	256
Bisakodil	131-135	Mwklozin HCl	217-224
Bromural	150-155	Mefrusid	149-153
Buscopan	139-141	Menadion	105-108
Dantron (Isitizina)	188-194	Meproamat	103-107
Diazepam	125-126	Metakualon	113-117
Dikumarol	287-293	Metionin	270
Dietilstilbestrol	169-173	Metiltiourasil	300
Dihidrokodein	112-113	Metiprilon	74-77
Dihidrokodein HCl	256	Morfin	230
Emetin HCl	235-255	Morfin HCl 3H <sub>2</sub> O	285-310
Efedrin HCl	217-220	Narkotin (Noskapin)	174-176
Etakridin laktat	235-241	Neostigmin bromide	167
Etofilina	161-166	Niklosamid	225-230
Furosemida	205-208	Nikotinamid	128-132
Fenfluramin HCl	168-172	Nipagin	125-127
Fluokorton heksanoat	244	Nitrazepam	225-227
Griseofulvin	218-224	Nitrofurantoin	252
Glimidin	147-149	Novalgin	
Glutetimid	84-86	Oksazepam	203-204

<b>Heksobarbital</b>	<b>143-146</b>	<b>Papaverin</b>	<b>144-147</b>
<b>Heksaklorofen</b>	<b>164</b>	<b>Papaverin-HCl</b>	<b>225-226</b>
<b>Hidrokortison</b>	<b>217-220</b>	<b>Parasetamol</b>	<b>168-169</b>
<b>Hidrokortison asetat</b>	<b>220 (p)</b>	<b>Pentretazol</b>	<b>58-60</b>
<b>Hilosina HBr</b>	<b>197-200</b>	<b>Persedon</b>	<b>89-90</b>
<b>Hidroklortiazid</b>	<b>273-275</b>	<b>Phenasetin</b>	<b>134-137</b>
<b>Homatropin HBr</b>	<b>214-219</b>	<b>Phenazon (Antipirin)</b>	<b>110-113</b>
<b>Imipramin HCl</b>	<b>170-174</b>	<b>Phenpbarbital</b>	<b>174-178</b>
<b>Feno ksimetil penicillin</b>	<b>116-120</b>	<b>Sulfametoksazol</b>	<b>169-172</b>
<b>Fenprokumon</b>	<b>177-181</b>	<b>Sulfametoksidiazm</b>	<b>207-211</b>
<b>Fenilbutason</b>	<b>105-108</b>	<b>Sulfoxol</b>	<b>193</b>
<b>Fenitoin</b>	<b>295-299</b>	<b>Sulfanilamid</b>	<b>163-167</b>
<b>Ftalilsulfatiazol</b>	<b>271-275</b>	<b>Sulfatiazol</b>	<b>198-201</b>
<b>Fisostigmin</b>	<b>104-106</b>	<b>Sulfatiourea</b>	<b>175-178</b>
<b>Fisostigmin sulfat</b>	<b>144-146</b>	<b>Sulfisomidin</b>	<b>239-242</b>
<b>Pilokarpin HCl Pilokarpin</b>	<b>199-204</b>	<b>Simpatol basa</b>	<b>184-185</b>
<b>Nitrat</b>	<b>174-178</b>	<b>Simpatol tartrat</b>	<b>190</b>
<b>Prokain HCl Prometazin</b>	<b>154-157</b>	<b>Tetrakain</b>	<b>40-42</b>
<b>HCl</b>	<b>218-221</b>	<b>Tetrakain HCl</b>	<b>146-149</b>
<b>Propanolol (Dociton)</b>	<b>94-96</b>	<b>Tetrasiklin</b>	<b>170-175</b>
<b>Propanolol HCl</b>	<b>163-164</b>	<b>Tetrasiklin HCl</b>	<b>219-222</b>
<b>Propifenazon</b>	<b>101-103</b>	<b>Teobromin</b>	<b>350</b>
<b>Piridoksin HCl</b>	<b>210 (p)</b>	<b>Teofilin</b>	<b>270-274</b>
<b>Reserpin</b>	<b>261-265</b>	<b>Tiarnin HCl</b>	<b>248</b>
<b>Riboflavin</b>	<b>280-285</b>	<b>Tiamin Nitrat</b>	<b>200</b>
<b>Rutosid</b>	<b>185</b>	<b>Tolbutarnid</b>	<b>128-130</b>
<b>Sakarin Na</b>	<b>226-230</b>	<b>Trimetropim</b>	<b>200</b>
<b>Salisilamid</b>	<b>140</b>	<b>Dapson</b>	<b>176-181</b>
<b>Streptornisina sulfat</b>		<b>Desoksikorton asetat</b>	<b>155-160</b>
<b>Striknin</b>	<b>265</b>	<b>Deksametason</b>	<b>225</b>
<b>Striknin nitrat</b>	<b>80-310</b>	<b>Dekstrometorpfan</b>	<b>125</b>
<b>Sulfadimetoksin</b>	<b>200-203</b>	<b>Dipenhidramin HCl</b>	<b>167-172</b>
<b>Sulfaguanidin</b>	<b>188-192</b>	<b>Dipenhidramin teoklat</b>	<b>102-107</b>

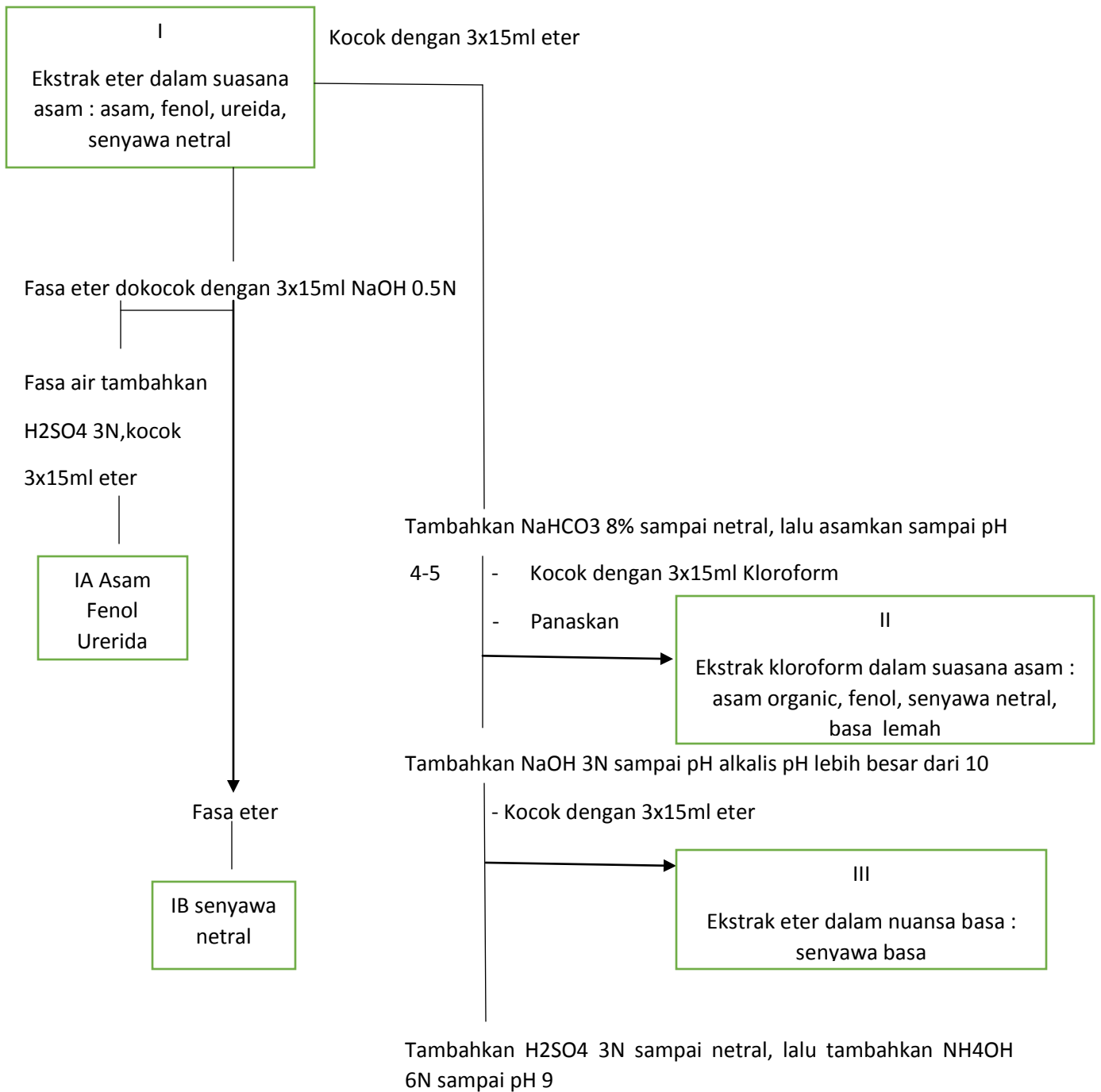
+ ) Disari dari Auerhoff, H., Kovar, K.A., Identifizierung von Arzneistoffen, 3. Auflage, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft MBH, Stuttgart, 1977. Farmakope Indonesia Edisi III tahun 1979.

## **PEMISAHAN MENURUT STAS-OTTO-GANG**

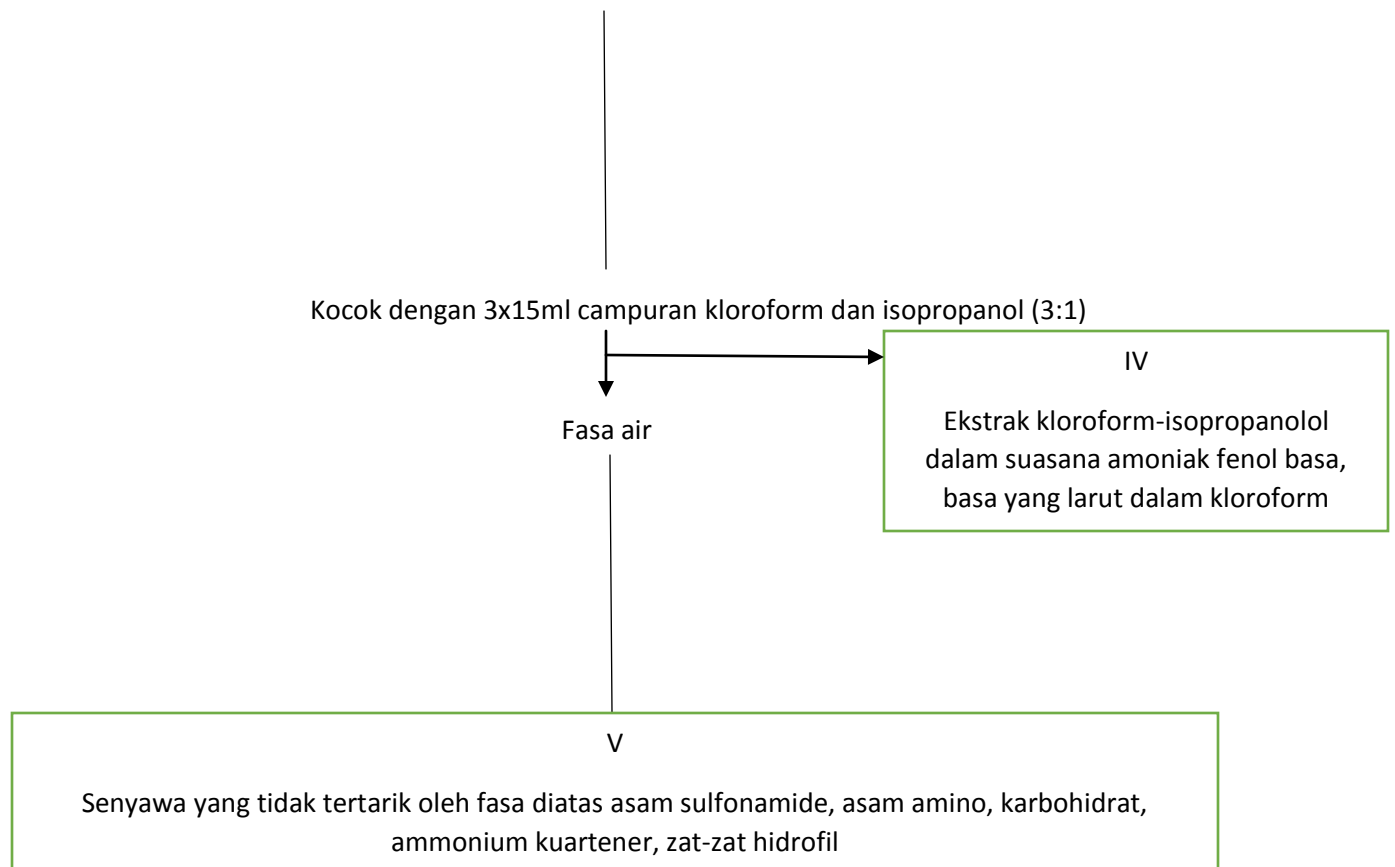
Pada 100-3—mg zat yang akan dianalisis, tambahkan 3ml air dan netralisasikan dengan penambahan larutan  $\text{NaHCO}_3$  8%, genapkan dengan air sampai 10ml. tambahkan 2ml asam sulfat 3 N sampai  $\text{pH} = 1$

## PEMISAHAN MENURUT STAS-OTTO-GANG

Pada 100-300mg zat yang akan dianalisis, tambahkan 3ml air dan netralisasikan dengan penambahan larutan  $\text{NaHCO}_3$  8%, genapkan dengan air sampai 10ml. tambahkan 2ml asam sulfat 3N sampai pH = 1







## FRAKSI I

### I.A. Asam-asam,

#### Fenol dan Ureida

- |                            |                       |                          |
|----------------------------|-----------------------|--------------------------|
| 1. p-Aminosalisilat        | 13. Furosemda         | 25. Nipagin              |
| 2. Asam benzoate           | 14. Fenolftalein      | 26. Noktal               |
| 3. Asam asetilsalisilat    | 15. Fenitoin          | 27. Nitrazepam           |
| 4. Asam salisilat          | 16. Glutetimida       | 28. Niklosemda           |
| 5. Barbital                | 17. Glimidin          | 29. Oksazepam            |
| 6. Bromisoval              | 18. Heksobarbital     | 30. Persedon             |
| 7. Dietilstilbestrol       | 19. Indometasin       | 31. Parasetamol          |
| 8. Dantron                 | 20. Karbromal         | 32. Salisilamida         |
| 9. Fenilbutazon            | 21. Metopiron         | 33. Sulfametoksazol      |
| 10. Fenoksimetilpenisilina | 22. Mefrusida         | 34. Sulfatiourea         |
| 11. Fenobarbital           | 23. Metilfenobarbital | 35. (Sulfadimetoksiazin) |
| 12. Fenprokumon            | 24. Mefenamin         | 36. Sakarin              |
|                            |                       | 37. Silobarbital         |
|                            |                       | 38. Tolbutamid           |
|                            |                       | 39. (Propifenazon)       |

#### I.B. Senyawa netral

- |                  |                  |                            |
|------------------|------------------|----------------------------|
| 1. Benzokain     | 7. Kolesterolin  | 13. Niklosamida            |
| 2. Bisakodil     | 8. Kloramfenikol | 14. Oksifenisatin diasetat |
| 3. Diazepam      | 9. Menadion      | 15. Persedon               |
| 4. Fenasetin     | 10. Meprobamat   | 16. Propifenazon           |
| 5. Glutetimida   | 11. Metakualon   |                            |
| 6. Hidrokortison | 12. Metiprilon   |                            |

## FRAKSI II

- |                   |                           |                          |
|-------------------|---------------------------|--------------------------|
| 1. Aminofenazon   | 14. Klordiazepoksid       | 27. Pentretazol          |
| 2. Bisakodil      | 15. Lidokain              | 28. Prometazin           |
| 3. Dantron        | 16. Meklozina             | 29. Papaverin            |
| 4. Diazepam       | 17. Metakualon            | 30. Reserpin             |
| 5. Difenhidramin  | 18. (Metilfenobarbital)   | 31. Sikiobarbital        |
| 6. Dikumarol      | 19. Metiltiourasil        | 32. Sulfametoksazol      |
| 7. Etaverina      | 20. Narkotin              | 33. Sulfamoksazol        |
| 8. Etofilina      | 21. (Nikotinamida)        | 34. (Sulfatiazol)        |
| 9. Fenazon        | 22. Nitrazepam            | 35. Sulfadimetoksin      |
| 10. (Fenasetin)   | 23. (Nitrofurantoin)      | 36. (Sulfadimetoksiazin) |
| 11. Hidrokortison | 24. Levomeprozamin        | 37. Sulfisomidin         |
| 12. Imipramin     | 25. Oksazepam             | 38. Teobromin            |
| 13. Klorpromazin  | 26. Oksifenisatindiasetat | 39. Kofein               |

### FRAKSI III

- |                  |                |                  |
|------------------|----------------|------------------|
| 1. Aminofenazon  | 9. Efedrin     | 17. Lidokain     |
| 2. Aiprenolol    | 10. Etakridin  | 18. Meklozin     |
| 3. Antazolin     | 11. Etilmorfin | 19. Prokain      |
| 4. Atropin       | 12. Homatropin | 20. Prometazin   |
| 5. Bamipin       | 13. Klorokina  | 21. Propanolol   |
| 6. Dihidrokodein | 14. Kinidin    | 22. Striknin     |
| 7. Difenhidramin | 15. Kinina     | 23. Tetrakain    |
| 8. Emetin        | 16. Kodein     | 24. Trimetroprim |

### FRAKSI IV

1. Fisostigmin
2. Morfina
3. Nikotinamida
4. Pilocarpin
5. Parasetamol
6. Simpatol
7. Sulfanilamida
8. Sulfadimetoksin
9. Sulfadimetoksiazin
10. Striknin
11. Tetrasiklin

### FRAKSI V

- |                           |                          |
|---------------------------|--------------------------|
| 1. Ampisilina             | 12. Hidroklotiazide      |
| 2. Asam askorbat          | 13. Isoniazide           |
| 3. Asam glutamate         | 14. Mafenid HCl          |
| 4. Asam sitrat            | 15. Metionin             |
| 5. Asam oksalat           | 16. Natrium siklamat     |
| 6. Asam tartrat           | 17. Nikotinamida (II,IV) |
| 7. Buskapan               | 18. Nitrofurantoin       |
| 8. Etakridin laktat (III) | 19. Piridoksin HCl       |
| 9. Furosemida (IA)        | 20. Riboflavin           |
| 10. Ftalilsulfatiazol     | 21. Streptomisin sulfat  |
| 11. Histidin              | 22. Sulfaguanidin        |
|                           | 23. Sulfanilamida        |
|                           | 24. Sulfatiazol          |
|                           | 25. (Tolbutamid)         |
|                           | 26. Tetrasiklin          |
|                           | 27. Tiamin HCl           |

## TAHAP KERJA UNTUK IDENTIFIKASI ZAT

### Pemeriksaan pendahuluan

- Tes organoleptis (bentuk, warna, bau, rasa, dan kelarutan)
- Tes pirolisis/pemijaran (zat organic atau anorganik)
- Tes flouresensi padat atau dalam asam-asam pekat/encer
- Tes pengisi dan bentuk sediaan (obat dalam atau obat luar)
- Isolasi zat aktif

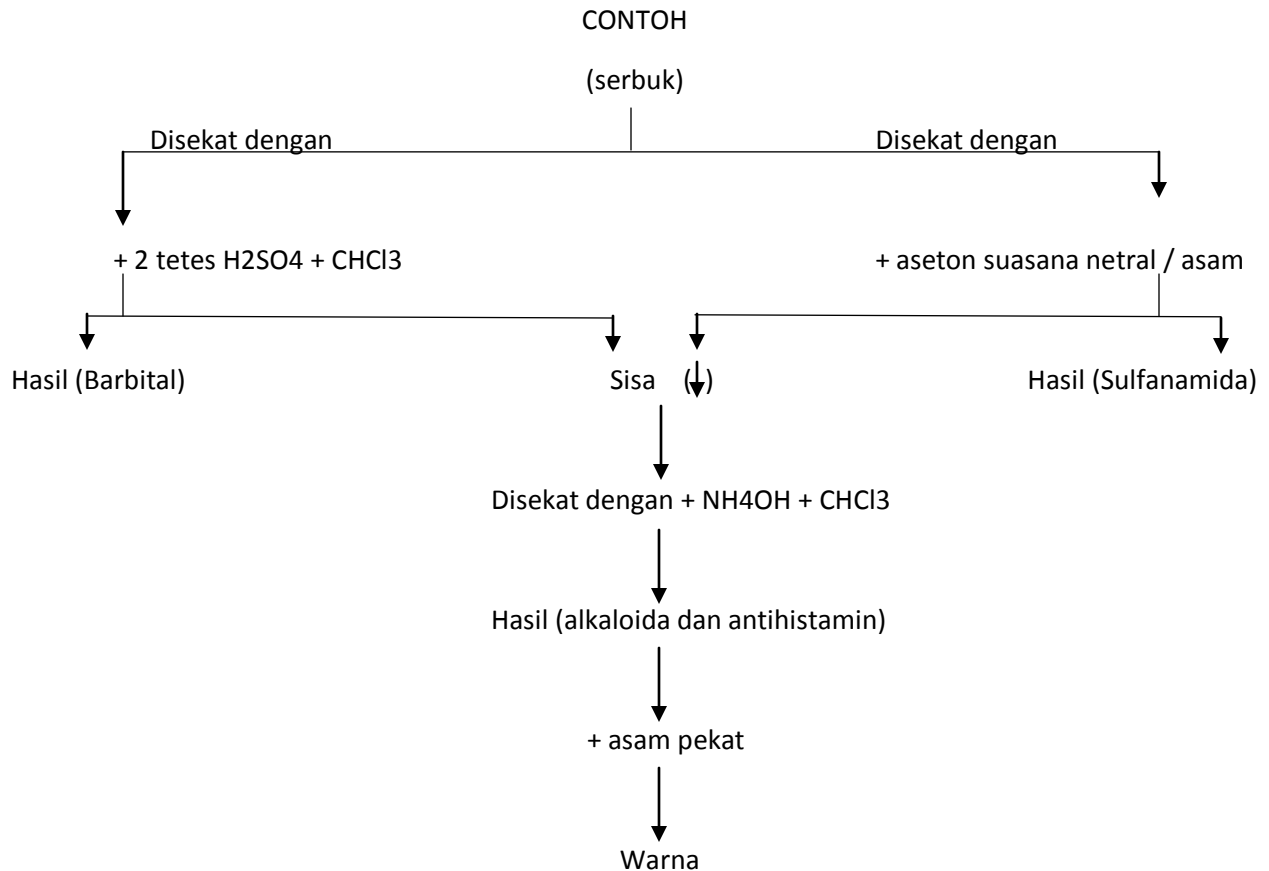
### Pemeriksaan golongan

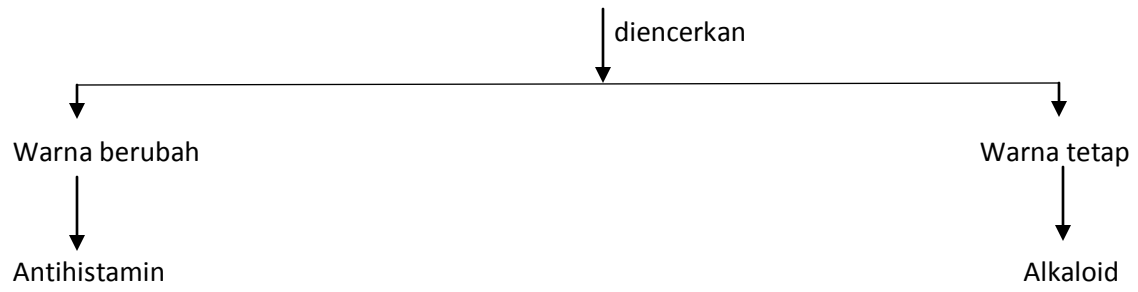
- Reaksi pendahuluan
- Reaksi warna
- Reaksi Kristal

### Pemeriksaan gugus fungsi dan ion

- Pemeriksaan anion
- Pemeriksaan kation
- Pemeriksaan gugus fungsi

### Sistematika identifikasi





Cat :

Hasil peyekatan selanjutnya

Diidentifikasi dengan reaksi warna dan reaksi Kristal

## FORMAT JURNAL

### PRAKTIKUM I

Hari, Tanggal/Bulan/Tahun

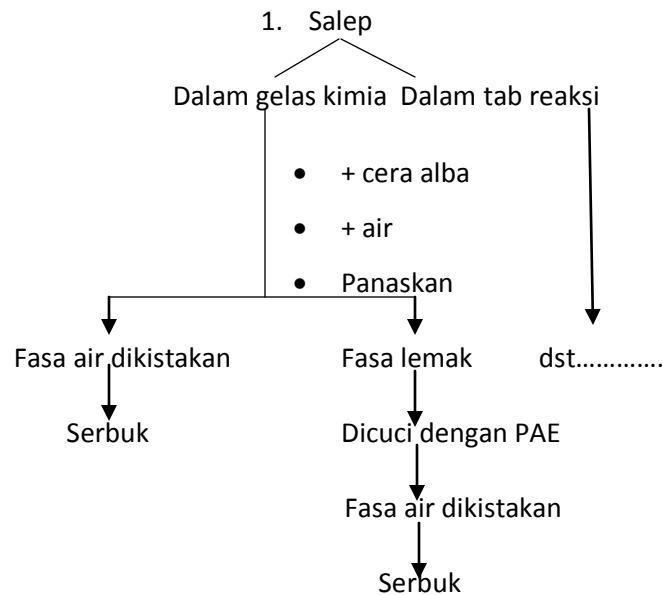
I. Tujuan dan Prinsip :

II. Prosedur

a. Identifikasi zat tambahan

No	Zat Yang Diidentifikasi	Analisis	Hasil pengamatan
1	Air		
	Tes Organoleptis	Bau	.....
	Tes Pengisi	Rasa	.....
		dll	.....
	Tes Pengisi	+ CuSO <sub>4</sub>	.....
2	dst		

b. Isolasi zat aktif



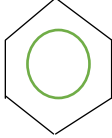
PRAKTIKUM II

Hari, Tanggal/Bulan/Tahun

I. Tujuan dan Prinsip :

II. Prosedur :

Identifikasi Zat Aktif

No	Zat Yang Diidentifikasi	Analisis	Hasil Pengamatan
1	Asam Salisilat Struktur 	Tes Pendahuluan - Tes Organoleptis - - Dst Reaksi spesifik : - FeCl <sub>3</sub> : Ungu - Air Brom: - dst	  ..... .....  Ungu  ..... .....

Catatan :

Format Jurnal Praktikum II digunakan sampai dengan Praktikum IV

PRAKTIKUM V

Hari, Tanggal/Bulan/Tahun

- I. Tujuan dan prinsip :
- II. Prosedur :
  - a. Isolasi zat  
Prosedur :
  - b. Identifikasi Zat Tunggal/Campuran
    - Nomor sample :
    - Bentuk sediaan :

No	Analisis	Hasil pengamatan	Perkiraan Zat
1	Pemeriksaan Pendahuluan: - - dst		
2	Pemeriksaan golongan : - - dst		
3	Pemeriksaan gugus fungsi dan ion : - - dst		

- c. Hasil analisis (membandingkan hasil pengamatan dengan literature)

Zat pengisi.....(perkiraan zat yang memberikan hasil +)

Hasil Analisis	Literatur	Kesimpulan



Zat aktif.....(perkiraan zat yang memberikan hasil +)

Hasil Analisis	Literatur	Kesimpulan

III. Kesimpulan

Zat pengisi : .....

Zat Aktif : .....

Catatan :

Format Jurnal Praktikum V digunakan untuk setiap Praktikum Identifikasi

## FORMAT LAPORAN

### PRAKTIKUM JUDUL PRAKTIKUM

- I. TUJUAN
- II. PRINSIP
- III. REAKSI
- IV. PROSEDUR

Dibuat dalam bentuk paragraph kalimat pasif

Contoh :

Identifikasi Zat Tambahan

1. Air

Pada 1ml zat (air) dalam tabung reaksi, ditambahkan kupri sulfat anhidrat. Hasil positive ditunjukkan dengan terbentuknya larutan berwarna biru.

- V. HASIL PENGAMATAN
- VI. PEMBAHASAN
- VII. KESIMPULAN
- VIII. DAFTAR PUSTAKA

Catatan : Laporan ditulis dengan tulisan tangan

Dikumpulkan 1 minggu setelah praktikum dilaksanakan

## **PENILAIAN PRAKTIKUM KIMIA FARMASI I**

- |                                |              |
|--------------------------------|--------------|
| <b>1. Kehadiran</b>            | <b>: 5%</b>  |
| <b>2. Jurnal</b>               | <b>: 25%</b> |
| <b>3. Identifikasi</b>         | <b>: 15%</b> |
| <b>a. Cara Analisis (5%)</b>   |              |
| <b>b. Hasil Analisis (5%)</b>  |              |
| <b>4. Laporan</b>              | <b>: 25%</b> |
| <b>5. Identifikasi</b>         | <b>: 30%</b> |
| <b>a. Cara analisis (15%)</b>  |              |
| <b>b. Hasil analisis (15%)</b> |              |

## I. TITRASI ASAM BASA ( ASIDI-ALKALIMETRI)

### TUJUAN

Setelah mengikuti praktikum dengan pokok bahasan Asidimetri/Alkalimetri, mahasiswa akan dapat menetapkan kadar senyawa obat bersifat asam atau basa secara asidimetri/alkalimetri.

### TEORI

Titration asam basa adalah titration yang menggunakan prinsip penetralan, ada beberapa teori dasar yang dapat digunakan sebagai dasar dari reaksi asam basa antara lain :

- Arrhenius, teori yang menyatakan bahwa :  
Asam adalah zat yang terionisasi dalam air menghasilkan ion hydrogen, contoh HCl, HNO<sub>3</sub>, dsb.
- Teori Bronsted-Lowry, teori yang menyatakan bahwa :  
Asam merupakan donor proton sedangkan basa merupakan akseptor proton. Teori ini juga dikenal dengan asam basa konjugasi.
- Teori Lewis, teori yang menyatakan bahwa :  
Asam merupakan akseptor electron sedangkan basa merupakan donor electron.

Metode yang digunakan dalam titration asam basa adalah :

1. Asidimetri,  
Yaitu penetapan zat yang bersifat basa oleh larutan baku asam.
2. Alkalimetri,  
Yaitu penetapan zat yang bersifat asam oleh larutan baku basa.

Untuk menentukan titik akhir titration digunakan suatu indikator. Indikator untuk suatu titration dipilih sedemikian sehingga pH pada titik ekuivalen berada dalam rentang pH indikatornya.

### Indicator

Indikator	Perubahan Warna	Range pH
Meil kuning	Merah ke kuning	2.9-4.0

### ALKALIMETRI

Pereaksi yang digunakan dalam metode alkalimetri

- Baku Primer : Asam oksalat ( $H_2C_2O_4$ ), Kalium Biftalat
- Baku Sekunder : NaOH, KOH

Pembakuan NaOH 0,1N

Pipet 10ml Asam Oksalat 0,1N dengan volume pipet, masukkan ke dalam erlenmyer, dan tambahkan 1-2 tetes phenolphthalein.

Titiasi larutan Asam oksalat dengan NaOH sampai terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi rose muda.

Lakukan titrasi minimal duplo (dua kali pengulangan).

### ASIDIMETRI

Pereaksi yang digunakan dalam metode asidimetri

- Baku Primer : Natrium karbonat ( $Na_2CO_3$ ), Boraks ( $Na_2B_4O_7$ )
- Baku sekunder : HCl,  $H_2SO_4$

## Pembakuan HCl 1N

Timbang dengan seksama 1,5 gram Natrium karbonat anhidrat yang telah dipanaskan pada 270°C selama 1 jam, masukkan kedalam labu erlenmyer. Tambahkan 100ml air hingga larut, lalu tambahkan 2 tetes indicator metil merah.

Titrasikan larutan Natrium Karbonat dengan HCl sampai larutan berwarna rosa muda. Panaskan larutan hingga mendidih, kemudian lanjutkan titrasi hingga warna merah muda tidak hilang ketika dipanaskan.

Lakukan titrasi minimal duplo (dua kali pengulangan)

Beberapa zat yang ditetapkan secara Titrasi Asidimetri-Alkalimetri

1. Asam Borat
2. Asam Benzoat
3. Asam Salisilat
4. Atropin Sulfat
5. Tiamin HCl
6. Piridoksin HCl
7. Papaverin HCl
8. Kinin HCl
9. Gliserin
10. Luminal Natrium
11. Fenilbutazon
12. Ftalazol
13. Sulfonamida
14. Veronal (Barbitalum)
15. Zink Oksida

## II. TITRASI ARGENTOMETRI

### TUJUAN

Setelah mengikuti praktikum dengan bahasan Argentometri, mahasiswa akan dapat menetapkan kadar senyawa obat yang mengandung gugus halogen dan senyawa barbiturate secara Argentometri.

### TEORI

Titration argentometri adalah titration yang digunakan untuk menetapkan kadar suatu zat dengan menggunakan larutan baku perak, biasanya digunakan untuk menetapkan kadar senyawa halogen atau tiosianat ( $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{SCN}^-$ ).

Metode yang digunakan adalah :

#### 1. Metode Mohr

Titration langsung dengan perak nitrat dengan menggunakan indikator kalium kromat, pada pH netral atau basa lemah. Titik akhir titration ditandai dengan terbentuknya endapan merah bata perak kromat ( $\text{AgCrO}_4$ )

#### 2. Metode Volhard

Titration tidak langsung dengan menambahkan larutan perak nitrat berlebih, kelebihan larutan perak nitrat dititration dengan larutan tiosianat ( $\text{SCN}^-$ ) dengan indikator feri ammonium sulfat hingga terbentuk larutan berwarna merah. Suasana titration harus asam dengan penambahan asam nitrat pada range pH 3-4. Hal yang harus diperhatikan pada titration dengan metode ini adalah :

- Harus dalam suasana asam
- Untuk penetapan ion klorida, endapan yang sudah terbentuk harus disaring agar tidak melarut kembali karena  $K_{sp}$  dari  $\text{AgCl}$  lebih besar dari  $\text{AgCNS}$ .

#### 3. Metode Fajans

Titration langsung dengan perak nitrat menggunakan indikator adsorpsi, hingga titik akhir terbentuk warna merah pada permukaan endapan  $\text{AgCl}$ . Titration ini digunakan pada pH 5-6.

#### 4. Metode Budde

Cara ini digunakan khusus untuk golongan barbital, dengan menggunakan natrium karbonat sebagai pembentuk garam barbital natrium agar larut dalam air dan sebagai indikator. Titik akhir titrasi ditandai dengan terbentuknya kekeruhan dari endapan perak karbonat.

#### **Indikator**

Metode Mohr :  $K_2CrO_4$  5% dalam air

Metode Volhard : Ferri ammonium sulfat ( $Fe(NH_4)(SO_4)_2$ ) larutan 10% dalam air + sedikit asam nitrat

Metode Fajans : - eosin, larutan 0.1% dalam alcohol  
- Flouresin, larutan 0.1% dalam alcohol

#### **Pereaksi**

- Baku Primer : NaCl anhidrat
- Baku sekunder :  $AgNO_3$  Ammonium tiosianat

Pembakuan  $AgNO_3$  0.1N (metode Mohr)

Pipet 10ml NaCl 0.1N, masukkan ke dalam erlenmyer tambahkan 8 tetes indikator  $K_2CrO_4$ .

Titrasi larutan NaCl dengan  $AgNO_3$  (dikocok cepat terutama menjelang titik akhir titrasi), sampai terbentuk endapan merah bata.

Lakukan titrasi minimal duplo.

Beberapa zat yang ditetapkan secara Titrasi Argentometri

- |                |                        |
|----------------|------------------------|
| 1. Teofilil    | 6. Asam Barbiturat     |
| 2. Teobromin   | 7. Klorbutamol         |
| 3. Efedrin HCl | 8. Dihidrostreptomisin |
| 4. Tiamin HCl  | 9. Iodoform            |



5. Piridoksin HCl

10. Kalium Bromida

### III. TITRASI KOMPLEKSOMETRI

#### TUJUAN

Setelah mengikuti praktikum dengan bahasan Kompleksometri, mahasiswa akan dapat menetapkan kadar senyawa obat yang mengandung ion logam secara Kompleksometri.

#### TEORI

Metode ini berdasarkan atas pembentukan kompleks antara ion logam bervalensi banyak (dua atau lebih) dengan pembentuk khelat organik yang larut dalam air dan praktis tidak berdisosiasi.

Titik akhir titrasi ditentukan dengan menggunakan indikator logam, yang dapat bereaksi membentuk kompleks berwarna dengan ion logam maupun dengan pembentuk khelat organik.

Beberapa metode kompleksometri adalah :

1. Titrasi langsung

Titrasi langsung ion logam dengan larutan pembentuk kompleks. Titrasi ini dilakukan jika reaksi antara logam dengan pembentuk kompleks terjadi secara cepat, dan ada indikator yang cocok.

2. Titrasi tidak langsung

Ion logam ditambah larutan pembentuk kompleks berlebih dan kelebihan dititrasi kembali dengan larutan baku yang mengandung ion  $Mg^{2+}$  atau  $Zn^{2+}$ .

Titrasi dilakukan jika logam bereaksi lambat dengan pembentuk kompleks atau tidak ada indikator yang cocok.

3. Titrasi pengusiran

Titrasi ini digunakan untuk ion logam yang membentuk kompleks yang stabil dengan pembentuk kompleks maupun dengan indikator logam.

Caranya adalah dengan menambahkan  $Mg$ -EDTA berlebih, dan posisi  $Mg^{2+}$  akan digeser oleh logam yang mempunyai kestabilan kompleks yang lebih besar, contoh ion logam yang biasa ditentukan dengan cara ini adalah  $Ca^{2+}$ .

### Indikator Logam

- a. Eriochrom Black T (EBT)  
1% dalam NaCl kering (1 gram EBT dihaluskan/digerus dengan 100gr NaCl kering). Digunakan untuk logam Zn, Mg, Pb, Cd, Hg, Ca, Sr.
- b. Murexide  
1% dalam NaCl kering (1 gram murexide ditambah NaCl (1:100), dihaluskan dan disimpan dalam botol kering). Digunakan untuk logam Ca, Cu, Ni.
- c. Jingga Xilenol  
Kocok 100 mg jingga xylenol dengan 100ml air, saring jika perlu. Digunakan untuk logam Pb, Zn, Bi, Hg, Cd.

### Pereaksi

- Baku Primer : Larutan  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- Baku Sekunder : Komplekson III ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )

Pembakuan  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  0,05 M

Pipet 10ml larutan  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  0,05 M, masukkan ke dalam erlenmyer. Tambahkan 1ml dapar salmiak pH 10 dan tambahkan  $\pm$  25mg EBT.

Titrasi dengan larutan  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  sampai terjadi perubahan warna dari merah anggur menjadi biru..

Lakukan titrasi minimal duplo.

Beberapa zat yang ditetapkan secara Titrasi Kompleksometri

1. Kalsium Glukonas
2. Kalsium Karbonat
3. Kalsium Laktat
6.  $\text{HgCl}_2$
7. Pb-Asetat
8. Tawas

4. Magnesium karbonat
5. Magnesium Stearat

9. Zn-Asetat
10. ZnO

## IV. TITRASI REDUKSI OKSIDASI

### TUJUAN

Setelah mengikuti praktikum dengan bahasan Titrasi Reduksi Oksidasi, mahasiswa akan dapat menetapkan kadar senyawa obat secara Titrasi Reduksi dan Oksidasi.

### TEORI

Titration redoks (redoks) adalah titration penentuan suatu oksidator oleh reduktor atau sebaliknya, yang reaksinya merupakan serah terima electron, yaitu electron diberikan oleh reduktor diterima oleh oksidator.

Macam-macam titration redoks antara lain :

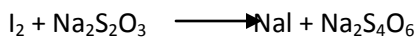
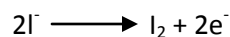
1. Permanganometri

Metode titration yang didasarkan pada reaksi oksidasi oleh ion permanganate ( $\text{MnO}_4^-$ ). Pada titration ini permanganate berperan sebagai auto indicator dimana titik akhir ditandai dengan warna ion  $\text{MnO}_4^-$ .

2. Iodometri

Metode titration dimana pada reaksinya terbentuk  $\text{I}_2$ , kemudian  $\text{I}_2$  ini dititrasi kembali dengan suatu larutan baku natrium tiosulfat dalam suasana asam lemah.

Reaksi yang terjadi :



Indicator yang digunakan adalah amilum dan titik akhir titration ditandai dengan hilangnya warna biru pada larutan menjadi bening.

3. Iodimetri

Merupakan metode titration dimana digunakan  $\text{I}_2$  sebagai pentiter, dilakukan pada pH netral atau basa lemah hingga asam lemah.

4. Iodametri

Iodametri adalah metode titration dengan larutan  $\text{KIO}_3$  berdasarkan reaksi redoks. Titration iodametri ini dibedakan dalam dua cara tergantung pada suasana titration.

a. Cara langsung, dalam suasana asam kuat

b. Cara tidak langsung dalam suasana asam lemah

Sebagai indicator untuk cara langsung menggunakan  $\text{CHCl}_3$  atau  $\text{CCl}_4$ , sedangkan cara tidak langsung menggunakan amylum.

5. Bromometri

Metode titrasi dimana terbentuk produk substitusi brom secara kuantitatif, bisa secara langsung dengan indicator metil merah atau secara tidak langsung.

### **Pereaksi**

- Baku Primer : Kalium Iodat, Kalium Bromat
- Baku sekunder : Iodium, Natrium Tiosulfat

Pembakuan Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) 0,1N

Pipet 10ml  $\text{KIO}_3$  0,1N, masukkan ke dalam erlenmyer. Tambahkan 2ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2N dan 1gram Kalium Ioda.

Titrasi cepat-cepat dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sampai larutan berwarna kuning, tambahkan 2ml amylum dan titrasi dilanjutkan sampai terjadi perubahan warna dari biru menjadi tidak berwarna.

Beberapa zat yang ditetapkan secara Titrasi Redoks.

1. Antalgin
2. INH
3. Vitamin C
4. Aminofillin
5. Asam Salisilat
6. Kloramfenikol
7. Sulfonamida
8. Kofein
9. Kloralhidrat
10. Formalin

## V. TITRASI NITRIMETRI

### TUJUAN

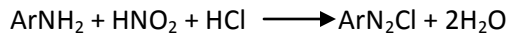
Setelah mengikuti praktikum dengan pokok bahasan Nitrimetri, mahasiswa akan dapat menetapkan kadar senyawa obat yang mengandung gugus amin aomatik primer/sekunder atau gugus nitro secara Nitimetri.

### TEORI

Nitimetri adalah metode penetapan kadar untuk senyawa yang mempunyai gugus amin aromatic primer atau menghasilkan gugus amin aromatic primer jika dihidrolisis/direduksi.

Titration Nitimetri merupakan metode titrasi yang menggunakan larutan baku natrium nitrit sebagai pentiter dalam suasana asam. Pada suasana asam, natrium nitrit berubah menjadi asam nitrit. Reaksi yang terjadi adalah reaksi diazotasi, yaitu reaksi antara amin aromatic dengan asam nitrit membentuk garam diazonium. Reaksi ini sangat lambat dan memerlukan pegocokan yang perlahan karena proses pembentukan garam diazoniumnya lama.

Reaksi diazotasi :



Penentuan titik akhir titrasi dapat dilakukan secara :

1. Visual, dengan mengamati terjadinya perubahan warna (terjadinya warna biru) pada saat beberapa tetes larutan direaksikan dengan menggunakan suatu indicator dalam atau indicator luar.

Penggunaan indicator dalam mempunyai kelebihan dan kekurangan, yaitu:

Kelebihan :

- Cara kerja cepat dan praktis
- Dapat dilakukan pada suhu kamar

Kekurangan : penggunaannya terbatas untuk beberapa zat saja, untuk beberapa zat lainnya perubahannya tidak jelas.

Penggunaan indikator luar mempunyai kelebihan dan kekurangan, yaitu :

Kelebihan : untuk beberapa zat lebih tepat dipakai karena perubahan warna lebih jelas.

Kekurangan :

- Cara kerja tidak praktis
- Terlalu menotol menyebabkan adanya kemungkinan zat terbuang
- Titrasi harus dilakukan pada suhu dibawah 15°C.

## 2. Elektrometri (potensiometri)

Elektroda yang digunakan adalah sepasang elektroda platinum, atau elektroda natrium. Titik akhir ditandai dengan terdepolarisasinya elektroda tersebut sehingga jarum penunjuk pada galvanometer tidak kembali ke tempat semula.

yang harus diperhatikan dalam titrasi nitrimetri

- Keasaman
- Suhu tidak boleh lebih dari 15°C
- Reaksi harus lambat, yaitu penetasan dari buret 4-8ml permenit dan mendekati titik akhir 0,05-0,1 ml permenit.
- Sebelum menggoreskan pasta kanji-KI diatas lempeng tetes, biarkan dulu 2 menit.

### Indikator

- Indikator Luar : Pasta Kanji-Iodida

Cara pembuatan : Larutan yang mengandung 750mg KI dalam 5ml air, dimasukkan kedalam 100ml air panas. Tambahkan larutan 2 gram  $ZnCl_2$  dalam 10 ml air. Larutan dipanaskan hingga mendidih, kemudian tambahkan sedikit-sedikit sambil diaduk suspense 5 gram pasta kanji9 dalam 30ml air dingin. Larutan dibiarkan mendidih selama 2 menit, kemudian didinginkan.

- Indikator Dalam: Tropeolin OO dan metilen Blue (3:5) tetes



## Pereaksi

- Baku primer : Asam Sulfanilat atau sulfanilamide
- Baku sekunder : Natrium Nitrit

Pembakuan Natrium Nitrit ( $\text{NaNO}_2$  0,05M)

Timbang dengan seksama kurang lebih 100mg asam sulfanilat, tambahkan 5ml HCl p, tambahkan KBr 1 gram, tambahkan indicator dalam (trepeolin oo : metilen biru (3:5) tetes).

Titrasasi dengan  $\text{NaNO}_2$  hingga terjadi perubahan warna dari ungu ke biru kehijauan atau dengan indicator luar (pasta kanji-iodida) memberikan warna biru seketika.

Beberapa zat yang ditetapkan secara Titrasasi Nitrimetri

1. Paracetamol
2. Kloramfenikol
3. INH
4. Sulfanilamida
5. Benzokain
6. Fenasetin
7. Ftalilsulfatiazol
8. Isokarboksazid

## VI. TITRASI BEBAS AIR

### TUJUAN

Setelah mengikuti praktikum dengan pokok bahasan Titrasi Bebas Air, mahasiswa akan dapat menetapkan kadar senyawa obat bersifat asam/basa lemah secara Titrasi Bebas Air.

### TEORI

Titration bebas air adalah suatu metode titration berdasarkan reaksi netralisasi untuk asam/basa sangat lemah, yang tidak dapat dititrasi dalam media air, sebab hasil titration yang terbentuk akan terhidrolisis oleh air, atau untuk zat yang konstanta disosiasinya kurang dari  $10^{-8}$ .

Pelarut untuk TBA antara lain :

1. Pelarut Aprotik (bersifat inert), yaitu pelarut yang tidak menerima dan memberi proton, sebagai contoh nitrobenzene, kloroform, aseton, asetonitril, karbon tetraklorida, benzene.
2. Pelarut Amfiprotik yang terbagi menjadi tiga :
  - a. Pelarut protogenik (asam), contoh asam asetat, asam format.
  - b. Pelarut intermediate, contoh air, methanol, etanol, asopropanol
  - c. Pelarut protofilik (basa), contoh ammonia, aniline, pyridine, etilen, diamin.

Hal yang harus diperhatikan dalam TBA adalah :

1. Memilih pelarut yang cocok, untuk asam pelarutnya adalah basa dan sebaliknya.
2. Zat yang dititrasi harus larut dalam pelarut yang dipilih
3. Titik akhir titration (TAT) dapat diamati dengan jelas
4. Pelarut harus mempunyai tetapan dielektrik yang rendah.

Syarat TBA

1. Titration benar-benar dilakukan dalam suasana bebas air
2. Buret menggunakan Kalsium Klorida ( $\text{CaCl}_2$ ) agar terbebas dari uap air
3. Larutan pentiter harus asam/basa kuat karena zat yang akan dititrasi adalah asam/basa lemah
4. Pelarut dan indicator yang digunakan harus cocok

5. Erlenmyer yang digunakan harus kecil agar tidak terjadi percikan

Syarat pelarut TBA adalah

1. Mudah dimurnikan
2. Dapat melarutkan zat
3. Tidak menghasilkan reaksi samping
4. Mudah dibebaskan dari air
5. Mempunyai tetapan dielektrik yang rendah

Bagi alkaloid yang berupa garam HCl maka harus ditambahkan Hg-Acetat untuk mengikat HClnya sehingga alkaloid basa dapat dibebaskan dan dititrasi sebagai basa.

### **Indicator**

Indicator yang dapat digunakan antara lain :

- Kristal violet
- Metil merah
- Alfanaftol

### **Pereaksi**

Pentiter yang digunakan dalam TBA adalah

- a. Asidimetri
  - Asam perklorat dalam asam asetat galsial
  - Asam-p-toulol sulfonat dalam etanol anhidrat\
  - Kloroform

Pembakuan Asam Perklorat 0,1N

8,5 ml asam perklorat 72% ditambah 300ml asam asetat glasial, dimasukkan kedalam labu ukur 1 L. tambahkan 20ml asetat anhidrat, dinginkan, kemudian encerkan dengan asam asetat galsial sampai 1 L. larutan dibakukan sebagai berikut :

Timbang kalium biftalat, kemudian larutkan kedalam 50ml asam asetat glasial (hangatkan bila perlu), tambahkan 3 tetes indicator Kristal violet.

Titrasi dengan asam perklorat hingga terjadi perubahan warna dari ungu ke hijau jambrud.

b. Alkalimetri

- Natrium atau kalium metoksid

Pembakuan Natrium Metoksid 0,1N

Dinginkan dalam air es 150ml methanol yang ditempatkan dalam labu ukur 1L. tambahkan sedikit demi sedikit 2.5gram potongan logam natrium. Setelah logam tersebut larut sempurna, tambahkan benzene secukupnya hingga tanda batas. Larutkan dibakukan sebagai berikut :

Larutkan 400mg asam benzoate yang ditimbang seksama dalam 80ml pelarut dimetilformamida.

Tambahkan 3 tetes larutan timol biru 1% dalam dimetilformamida.

Titrasi dengan natrium metoksid hingga larutan berwarna biru.

Beberapa zat yang ditetapkan secara Titrasi Bebas Air

1. Tiamin HCl
2. Natrium Salisilat
3. Reserpin
4. Veronal
5. Atropin Sulfat
6. INH
7. Asam Amino Salisilat

## VII. ANALISIS SENYAWA DALAM SEDIAAN OBAT

### TUJUAN

Setelah mengikuti praktikum dengan pokok bahasan Analisis Senyawa dalam sediaan obat, mahasiswa akan dapat menetapkan kadar senyawa obat dalam suatu sediaan obat dengan berbagai metoda analisis yang telah dipelajari sebelumnya.

### TEORI

Suatu obat yang dipasarkan terdiri dari zat aktif dan zat tambahan, dimana zat aktif tersebut memungkinkan terdiri dari dua atau lebih, hal ini ditujukan untuk memenuhi efek terapi yang diharapkan. Yang perlu diperhatikan adalah dalam hal pemastian mutu obat yang diproduksi oleh suatu industry, harus menjamin obat tersebut asli dan dapat beredar dipasaran.

Oleh karena itu seorang farmasis harus menguasai analisis suatu obat dengan kandungan zat aktif yang lebih dari satu zat dalam suatu sediaan obat metoda yang digunakan adalah metoda pada modul sebelumnya antara lain

- Metoda Alkalimetri-Asidimetri
- Metoda Argentometri
- Metoda Kompleksometri
- Metoda Reduksi-Oksidasi
- Metoda Nitrimetri
- Metoda TBA
- Atau menggunakan instrument sesuai dengan tujuan dari penetapan kadar zat aktif obat.

Adapun hal-hal yang harus diperhatikan dalam pemeliharaan metoda analisis adalah :

1. Gunakan metoda yang tepat dengan memperhitungkan efisiensi dari segi jumlah pereaksi (ekonomis) atau waktu dari analisis.
2. Akurasi dan presisi yang diharapkan, jika memang yang diharapkan tinggi maka sebaliknya menggunakan instrument.
3. Metoda yang tahapan kerjanya tidak terlalu banyak, karena semakin banyak semakin besar kemungkinan kesalahannya.

4. Pilih metoda yang paling mudah untuk dikerjakan, akan tetapi sesuai dengan sifat senyawa obat yang akan di analisis.

Beberapa contoh penetapan kadar zat dalam suatu sediaan obat

1. Campuran Asam Salisilat dan Sulfanilamid
  - Kadar total asam salisilat dan sulfanilamide ditetapkan dengan metoda Titrasi Alkalimetri.
  - Kadar sulfanilamide ditetapkan dengan metoda Titrasi Nitrimetri
  - Kadar asam salisilat ?
2. Campuran Antalgin dan Tiamin HCl
  - Kadar Antalgin ditetapkan dengan metoda Titrasi Redoks
  - Kadar Tiamin HCl ditetapkan dengan metoda Titrasi Argentometri
3. Campuran Parasetamol dan Barbital
  - Kadar Paracetamol ditetapkan dengan metoda Titrasi Nitrimetri
  - Kadar Barbital ditetapkan dengan metoda Titrasi Argentometri

## VIII. SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBLE

### TUJUAN

Setelah mengikuti praktikum dengan bahasan Spektrofotometri Uv-Visible, mahasiswa akan dapat menetapkan kadar senyawa obat baik dalam bentuk tunggal atau campuran secara Spektrofotometri Uv-Visible.

### TEORI

Spektrofotometri Uv-Visible adalah pengukuran dan interpretasi radiasi elektromagnetik (cahaya) yang diabsorpsi atau diemisikan oleh molekul pada daerah panjang gelombang 180-780 nanometer.

Jika suatu radiasi elektromagnetik (cahaya) menembus suatu larutan yang berada dalam suatu bejana gelas, maka sebagian cahaya akan diserap oleh larutan dan selebihnya akan dilewatkan. Bagian yang diserap dapat diukur dengan besaran absorban (A) atau ekstingsi yang diberi lambang  $\epsilon$ , dan yang diteruskan disebut transmisi (T), hubungan antara A dan T dapat dirumuskan sebagai berikut :

$$A = -\text{Log } T$$

Senyawa yang dapat menyerap cahaya tersebut adalah senyawa yang mempunyai pasangan electron yang tidak berpasangan atau gugus kromofor.

Berikut ini adalah beberapa daftar gugus kromofor :

Senyawa	Panjang Gelombang (nm)
Ikatan Tunggal	
CH <sub>2</sub>	122
CH <sub>3</sub> Cl	125
CH <sub>2</sub> OH	184
CH <sub>3</sub> OCH <sub>3</sub>	184
Ikatan rangkap	162
CH <sub>2</sub> =CH <sub>3</sub>	178
CH=CH	

Panjang gelombang diberi lambang  $\lambda$ , yang artinya jarak antara dua buah puncak pada gelombang sinusoidal radiasi elektromagnetik.

Spektrofotometri yang biasa digunakan pengukuran kuantitatif adalah spektrofotometri sinar tampak dan uv, prinsip dasar dari pengukuran secara ini adalah Hukum Lambert Beer:

$$A = a \cdot b \cdot c \text{ atau } A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Dimana,

A, adalah absorbansi

a, adalah absorptivitas jika konsentrasi zat dalam gram/liter

$\epsilon$ , adalah absorptivitas molar jika konsentrasi zat dalam mol/liter

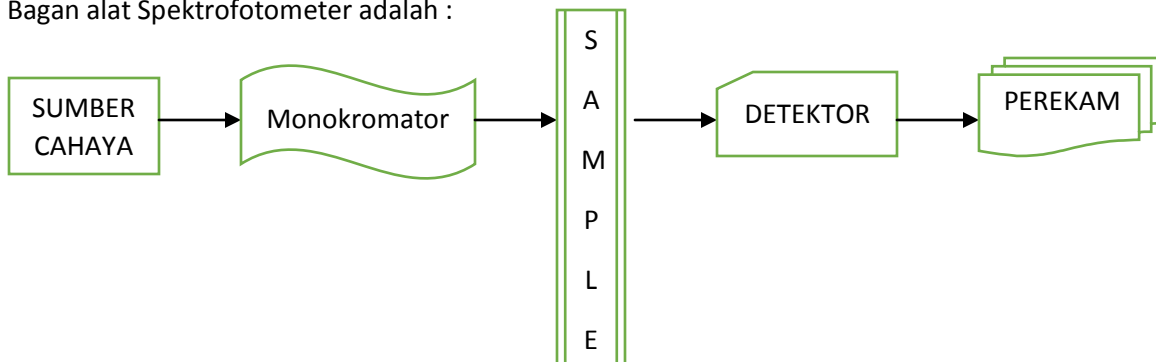
b, adalah panjang jalan medium menembus medium penyerap (cm)

c, adalah konsentrasi zat pelarut yang menyerap (g/L dan mol/L)

Syarat Hukum Lambert Beer :

- Radiasi monokromatis dan parallel
- Larutan jernih dan konsentrasi kecil

Bagan alat Spektrofotometer adalah :





Tahapan kerja yang dilakukan untuk menetapkan kadar senyawa obat dengan spektrofotometri adalah :

1. Penentuan panjang gelombang ( $\lambda$ ) maksimum

Penentuan panjang gelombang yang menghasilkan nilai absorbansi (A) paling besar.

Membuat kurva baku

Mengukur absorbansi larutan pada panjang gelombang serapan maksimumnya untuk berbagai variasi konsentrasi (minimal 5 variasi konsentrasi).



