PETUNJUK PRAKTIKUM

ANALISIS OBAT, KOSMETIK DAN MAKANAN

Dr. Pudjono, S.U., Apt.

Nama : _____

NIM. : _____

Kelompok : _____

LABORATORIUM KIMIA FARMASI

JURUSAN FARMASI

UNIVERSITAS PERADABAN

2019

PERATURAN PRAKTIKUM

1. Asistensi wajib diikuti seluruh praktikan
2. Pretes dilakukan 1 minggu/ sebelum praktikum dimulai dengan asisten praktikum yang telah ditentukan. Pada saat pre tes diwajibkan membawa laporan sementara *(lihat lampiran).*
3. Mahasiswa wajib hadir 15 menit sebelum praktikum dimulai.
4. Selama praktikum berlangsung dilarang meninggalkan laboratorium tanpa seizin dari asisten/dosen.
5. Sebelum praktikum selesai masing-masing praktikan meminta pengesahan data praktikum yang telah diperoleh pada asisten/dosen.
6. Praktikan yang tidak mengikuti acara praktikum lebih dari 1x (satu kali) dari jadwal yang telah ditetapkan tanpa alasan yang benar maka dinyatakan **GAGAL**
7. Laporan resmi dibuat individual dengan cover dan format yang telah ditentukan dan diserahkan 1 minggu berikutnya sebagai syarat untuk praktikum minggu yang bersangkutan.
8. Pembobotan Nilai
   a. Kehadiran : 5%
   b. Pretes : 20%
   c. Kerja : 25%
   d. Laporan : 10%
   e. Postes/ Ujian Akhir Praktikum : 40%
9. Demi kelancaran dan keamanan praktikum, hal-hal berikut perlu diperhatikan
   a. Praktikan harap memakai jas praktikum, bekerja dengan tenang dan tidak diperbolehkan bermain HP diluar kepentingan praktikum
   b. Gunakan kaca mata laboratorium, sarung tangan, masker bilamana diperlukan
   c. Pipet yang digunakan untuk mengambil larutan pereaksi harus bersih, dicuci dengan air untuk menghindari kontaminasi reagen ataupun zat yang akan ditetapkan
   d. Jangan megambil pereaksi yang berlebihan dan dilarang mengembalikan kelebihan pereaksi kebotol semula
   e. Hati-hati bila mengambil asam-asam pekat dan bahan-bahan yang mengiritasi.
   f. Pada waktu memanaskan cairan di dalam tabung reaksi, mulut tabung jangan diarahkan kepada sesama praktikan
   g. Hati-hati bila bekerja menggunakan eter, jauhkan dari api.
   h. Lampu spiritus hanya dinyalakan bila diperlukan saja.
   i. Kembalikan alat-alat yang telah digunakan dalam keadaan bersih ketempat almari penyimpanan semula

universitas peradaban

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN SAMPUL i

PERATURAN PRAKTIKUM ii

DAFTAR ISI iii

PRAKTIKUM I. PENETAPAN KADAR PARACETAMOL DENGAN METODE SPEKTROFOTOMER UV-Vis 1

PRAKTIKUM II. PENETAPAN KADAR PARACETAMOL DENGAN METODE NITRIMETRI 3

PRAKTIKUM III. PENETAPAN KADAR VITAMIN C SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis 6

PRAKTIKUM IV. IDENTIFIKASI AMILUM, GLUKOSA, PROTEIN DAN LEMAK, PADA MAKANAN 8

PRAKTIKUM V. PENETAPAN KADAR KALSIUM PADA MAKANAN DENGAN KOMPLEKSOMETRI 11

PRAKTIKUM VI. PENETAPAN KADAR VITAMIN C PADA MINUMAN/BUAH MENGGUNAKAN IODOMETRI 16

PRAKTIKUM VII. IDENTIFIKASI ZAT ADIKTIF (MERKURI PADA SEDIAAN KOSMETIKA DAN BORAX PADA MAKANAN) 17

TUGAS KELOMPOK 19

DAFTAR PUSTAKA 20

LAMPIRAN 21

universitas peradaban

PRAKTIKUM I. PENETAPAN KADAR PARACETAMOL DENGAN METODE SPEKTROFOTOMER UV-Vis

A. TUJUAN PRAKTIKUM

Tujuan dalam praktikum ini adalah mahasiswa dapat menetapkan kadar paracetamol secara spektrofotometri visibel.

B. DASAR TEORI

Parasetamol merupakan obat yang dikenal dengan nama "analgetik anilin". Paracetamol juga diklasifikasikan dalam obat antiinflamasi non-steroid (NSAID) dan menurut sumber lain juga tidak diklasifikasikan dalam obat golongan NSAID. Paracetamol (C8H9NO2) juga disebut asetaminofen adalah 4'-hidroksiasetanilida dan merupakan turunan aniline. Obat ini tersedia dalam formulasi yang berbeda beda dan digunakan secara luas untuk meningkatkan efisiensi dan toleransi, menurunkan efek yang kurang baik dan toksisitas dari substansi obat lain.

Menurut Farmakope Amerika (USP), sebuah tablet parasetamol seharusnya mengandung tidak kurang dari 90% (450 mg) dan tidak lebih dari 110% (550 mg) parasetamol. Persentase kandungan dari analisis sampel menggunakan KCKT memiliki rentang 51,04-103,84%, sedangkan menggunakan UV, rentangnya 50,19-109,2%, yangmengindikasikan tidak ada sampel yang mengandung kurang dari 50% zat aktifnya (Audu, dkk, 2012).

Paracetamol merupakan obat yang bersifat analgesic (penahan rasa sakit/ nyeri) dan antipiretik (penurun panas/demam) adalah obat yang paling banyak dikonsumsi oleh masyarakat, karena obat ini dapat berkhasiat untuk menyembuhkan demam, sakit kepala dan rasa nyeri. Umumnya obat yang bersifat analgetik dan antipiretik ini mengandung zat aktif yang disebut asetaminofen atau lebih dikenal dengan nama parasetamol. Obat ini beredar di masyarakat dalam berbagai macam sediaan tablet, kaplet, kapsul, sirup, dan serbuk (Rachdiati,2008).

C. ALAT

a. Gelas kimia
b. Erlenmeyer
c. Pipet tetes
d. Spektrofotometer UV-Vis
e. Kuvet
f. Timbangan analitik
g. Sudip
h. Batang pengaduk
i. Botol semprot

D. BAHAN

a. Aquades
b. Paracetamol murni

c. Tablet Paracetamol
d. Etanol

E. CARA KERJA

1. Pembuatan Larutan Blangko
   a. Pipet 5 ml etanol
   b. Tambahkan air sampai 100 ml
2. Pembuatan Larutan Standar
   a. Timbang serbuk paracetamol kemudian Timbang 1, 2, 3, 4, 5 gram paracetamol
   b. Masing masing tambahkan etanol 5 ml
   c. Tambahkan aquades hingga 100 ml dan diaduk
   d. Larutan dipipet dan dimasukan kedalam kuvet
   e. Ukur absorbansi dengan spektrofotometer visible (310nm)
3. Pembuatan Larutan Sample
   a. Gerus tablet paracetamol, timbang 0,1 gram
   b. Tambahkan etanol 5ml
   c. Tambahkan aquades hingga 100 ml dan diaduk
   d. Masukan ke dalam kuvet
   e. Ukur absorbansi dengan spektrofotometer visible (310nm)

F. BAHAN DISKUSI

- Ukur absorbansi Blangko, Sample dan standar
- Hitung kadar paracetamol dalam sampel
- Simpulkan apakah kandungan paracetamol sesuai standar atau tidak

universitas peradaban

PRAKTIKUM II. PENETAPAN KADAR PARACETAMOL DENGAN METODE NITRIMETRI

1. Tujuan Praktikum

Tujuan dalam praktikum ini adalah mahasiswa dapat menetapkan kadar paracetamol secara nitrimetri

2. Dasar Teori

Nitrimetri merupakan metode penetapan kadar secara kuantitatif dengan menggunakan larutan baku natrium nitrit. Metode ini didasarkan pada reaksi diazotasi yakni reaksi antara amina aromatic primer dengan asam nitrit dalam suasana asam membentuk garam diazonium (Zulfikar, 2010).

Parasetamol merupakan zat aktif pada obat yang banyak digunakan dan dimanfaatkan sebagai analgesik dan antipiretik. Parasetamol dimetabolisir oleh hati dan dikeluarkan melalui ginjal. Parasetamol tidak merangsang selaput lendir lambung atau menimbulkan pendarahan pada saluran cerna. Diduga mekanisme kerjanya adalah menghambat pembentukan prostaglandin. Obat ini digunakan untuk melenyapkan atau meredakan rasa nyeri dan menurunkan panas tubuh. Analisis parasetamol dilakukan untuk memastikan bahwa tablet parasetamol sesuai dengan kriteria yang tertera pada Farmakope Indonesia dan memastikan bahwa parasetamol dapat memberikan efek farmakologi yang diharapkan pada pasien (Ansel, 1989). Hal-hal yang harus diperhatikan dalam nitrimetri adalah:

1. Suhu, Pada saat melakukan titrasi, suhu harus antara 5-15^{0}C. walaupun sebenarnya pembentukan garam diazonium berlangsung pada suhu yang lebih rendah yaitu 0-5^{0}C. pada temperature 5-15^{0}C digunakan KBr sebagai stabilisator. Titrasi tidak dapat dilakukan dalam suhu tinggi karena: HNO_2 yang terbentuk akan menguap pada suhu tinggi, Garam diazonium yang terbentuk akan terurai menjadi fenol.
2. Keasaman, Titrasi ini berlangsung pada PH $\pm$ 2, hal ini dibutuhkan untuk: Mengubah $NaNO_2$ menjadi HNO_{2-} , Pembentukan garam diazonium, Kecepatan reaksi.

Reaksi diazotasi berlangsung lambat sekali, sehingga agar reaksi sempurna maka titrasi harus dilakukan perlahan-lahan dan dengan pengocokan yang kuat. Frekuensi tetesan pada awal titrasi kira-kira 1 ml/menit, lalu menjelang titik-titik akhir menjadi 2 tetes/menit (Zulfikar, 2010).

3. Alat

1. Batang pengaduk
2. Buret
3. Corong gelas
4. Gelas kimia 100 ml
5. Gelas kimia 500 ml
6. Gelas ukur 100 ml
7. Kertas Perkamen

8. Klem
9. Labu Erlenmeyer
10. Penangas Air
11. Pipet tetes
12. Pipet volumetrik
13. Plat porselen
14. Spatula
15. Statif
16. Tabung reaksi
17. Termometer

4. Bahan

1. Amilum
2. Aquadest
3. Asam klorida 37%
4. Asam sulfanilat
5. Es
6. Ferri Klorida
7. Kalium Iodida
8. Natrium Nitrit
9. Tablet Parasetamol

5. Cara Kerja

Pembuatan larutan HCl 4 M

1. Masukan ke dalam beaker glass 197,4 ml larutan HCl 37 %
2. Encerkan dengan 200 ml aquadest ke dalam beaker glass dan ditambahkan aquadest hingga 500 ml.

Pembuatan Indikator Pasta Kanji-Iodida

1. Kalium iodida sebanyak 750 mg dimasukkan dalam beaker glass dan dilarutkan dalam 5 ml air. tambahkan 100 ml air.
2. Campuran larutan dipanaskan hingga mendidih,
3. tambahkan suspensi pati yang dibuat dengan melarutkan pati sebanyak 5 gram dalam 35 ml air.
4. Lalu campuran larutan dididihkan selama 2 menit dan didinginkan sebelum digunakan.

Pembakuan Larutan NaNO2 dengan Indikator Luar

1. Asam sulfanilat ditimbang seksama lebih kurang 100 mg, masukkan ke dalam labu ukur.
2. Natrium bikarbonat sebanyak 50 mg dan sedikit air ditambahkan dan diaduk hingga larut, encerkan dengan aquadest sebanyak 100 ml air,
3. tambahkan 2,5 ml HCl 1 N.

4. Campuran larutan dipipet sebanyak 10 ml ke dalam Erlenmeyer dan ditambah dengan 250 mg KBr lalu dititrasi pelan-pelan dengan natrium nitrit 0,1 M hingga setetes larutan memberi warna biru pada pasta kanji-iodida.
5. Titrasi dianggap selesai jika titik akhir ditunjukkan lagi setelah larutan dibiarkan selama 2 menit.

·Penetapan Kadar Parasetamol

1. 5 tablet parasetamol digerus, ditimbang seksama sebanyak 250 mg,
2. masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml, ditambahkan 30 ml HCl 4 M, lalu direfluks selama 35 menit.
3. Dinginkan dan ditambahkan 10 ml aquades dan 10 ml HCl pekat, dikocok dan didinginkan sampai suhu kurang dari 15°C,
4. Titrasi dengan natrium nitrit 0,1 M.
5. Titik akhir titrasi ditetapkan dengan menggunakan pasta kanji iodida yeng telah dioleskan pada porselen. Titik akhir tercapai apabila terbentuk warna biru seketika ketika pertama kali digoreskan dan didiamkan selama 2 menit, dan digoreskan lagi akan memberikan warna biru.

   Hitung Kadar Paracetamol dalam tablet.

universitas peradaban

PRAKTIKUM III. PENETAPAN KADAR VITAMIN C SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis

1. Tujuan Praktikum

Tujuan dalam praktikum ini adalah mahasiswa dapat menetapkan kadar vitamin C secara spektrofotometri UV-Vis.

2. Dasar Teori

Vitamin merupakan senyawa kompleks yang sangat dibutuhkan oleh tubuh yang berfungsi untuk membantu pengaturan atau proses metabolisme tubuh. Salah satu vitamin yang diperlukan oleh tubuh adalah vitamin C. Vitamin C berperan dalam pembentukan kolagen interseluler[1]. Vitamin C atau asam askorbat adalah salah satu vitamin yang terbuat dari turunan heksosa yang larut dalam air dan mudah teroksidasi. Proses tersebut dipercepat oleh panas, sinar, alkali, enzim serta oleh katalis tembaga dan besi. Disamping itu, asam askorbat memiliki gugus kromofor yang peka terhadap rangsangan cahaya. Vitamin C biasa tersedia dalam bentuk sediaan sirup, tablet, tablet ataupun serbuk eferfecen.

Ada beberapa metode yang dikembangkan untuk menentukan kadar vitamin C diantaranya adalah Spektrofotometri UV-Vis dan metode iodometri. Metode spektrofometer UV-Vis dapat memberikan informasi baik analisis kualitatif maupun analisis kuantitatif. Beberapa penelitian telah dilakukan tentang penetapan kadar vitamin C pada dodol mangga dan nanas segar menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Kadar vitamin C yang dihasilkan berturut-turut sebesar 15,88 g/100g dan 3,4274 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa metode spektrofotometer UV-Vis mampu memberikan hasil pengukuran kadar vitamin C yang hampir sama dengan nilai nutrisi yang terdapat dalam cabai merah. Berdasarkan uraian diatas, dilakukan penelitian tentang pengukuran kadar vitamin C pada cabai merah menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3. Alat

1. Gelas kimia
2. Kertas saring
3. Labu takar
4. Spektrofotometer
5. Pipet tetes
6. Penangas air
7. Timbangan analitik

4. Bahan

1. Sediaan Obat Vit. C
2. Aquadest
3. Serbuk Vit. C

5. Cara Kerja

Membuat Larutan Induk

1. Menimbang saksama serbuk Vit. C sebanyak 1,25 mg

2. Kemudian larutkan ke dalam labu takar 50 mL menggunakan aquadest, sampai tanda.

Pembuatan Kurva Baku

1. Buat larutan seri baku dengan konsetrasi 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, 10 ppm diambil dari Larutan Induk.
2. Kemudian baca serapannya pada panjang gelombang 260 nm.
3. Buatlah persamaan regresi linear (y = bx + a).

Penetapan Kadar Vit. C pada sampel

1. Timbang saksama 250,00 mg sampel dan larutkan dengan aquades menggunakan labu takar 50 mL sampai tanda.
2. Diambil 4 mL dilarutkan 1 samapi volume 10 mL
3. Baca serapannya pada panjang gelombang 260 nm.
4. Hitung Kadar Vit. C dengan memasukan ke persamaan regresi linear.

universitas peradaban

PRAKTIKUM IV. IDENTIFIKASI AMILUM, GLUKOSA, PROTEIN DAN LEMAK, PADA MAKANAN

A. TUJUAN PRAKTIKUM

Mahasiswa dapat melakukan identifikasi Amilum, Glukosa, Protein dan Lemak pada makanan.

B. URAIAN

Bahan makanan: didalamnya terkandung zat makanan seperti amilum, protein, lemak, vitamin dan garam mineral Bahan makanan yang kita konsumsi sehari-hari harus mengandung nutrient yang diperlukan tubuh. Karbohidrat, lemak dan protein merupakan nutrient yang dibutuhkan dalam jumlah besar, sedangkan vitamin dan mineral dibutuhkan tubuh dalam jumlah kecil.

1. Karbohidrat: Karbohidrat tersusun atas unsur-unsur C, H, dan O yang dibentuk dalam proses fotosintesis oleh tumbuhan berhijau daun. Golongan karbohidrat antara lain: gula, tepung, dan selulosa. Menurut ukuran molekul, karbohidrat dibedakan menjadi beberapa golongan : Monosakarida, meliputi glukosa, fruktosa, dan galaktosa.

2. Lemak: Lemak tersusun atas unsure-unsur C, H, dan O yang merupakan senyawa majemuk. Lemak terdiri atas asam lemak dan gliserol. Pada satu molekul lemak terdapat satu molekul gliserol dan tiga buah molekul asam lemak. Sumber lemak dibagi menjadi dua macam, yaitu hewani dan nabati. Lemak tidak dapat larut dalam air tetapi larut dalam eter, benzene, dan kloroform. Lemak terdiri atas 2 komponen, yaitu asam lemak dan gliserol. Setiap 3 molekul asam lemak berikatan dengan molekul gliserol membentuk trigliserida. Asam lemak yang dibuat oleh tubuh disebut asam lemak nonesensial, sedangkan asam lemak yang diperoleh dari makanan disebut asam lemak esensial. Adapun fungsi lemak sebagai berikut:
   a. Sebagai penghasil energi
   b. Pembangun bagian-bagian sel tertentu
   c. Pelarut beberapa vitamin, yaitu vitamin A, D, E, dan K
   d. Sebagai pelindung tubuh dari suhu rendah

3. Protein: Protein merupakan senyawa majemuk yang terdiri atas unsure-unsur C, H, O, N, dan kadang-kadang terdapat unsure P dan S. Molekul protein tersusun dari sejumlah asam amino sebagai bahan dari dasar. Sifat-sifat suatu protein ditentukan oleh :
   a. Macam asam amino yang terdapat dalam molekul protein
   b. Jumlah tiap macam asam amino
   c. Susunan asam amino dalam molekul protein

Untuk mengetahui kandungan (secara kualitatif) zat nutrient yang terdapat dalam bahan makanan digunakan indicator uji makanan yang biasa dikenal dengan

istilah reagen. Beberapa reagen yang banyak digunakan untuk mendeterminasi kandungan nutrient dalam makanan adalah:

1. Lugol / kalium yodida, Digunakan untuk menunjukkan kandungan bahan makanan jenis amilum (tepung)
2. Benedict / fehling A dan Fehling B, Digunakan untuk menunjukkan kandungan bahan makanan kelompok gula (monosakarida dan di sakarida
3. Millon / Molisch / Biuret, Digunakan untuk menunjukkan bahan makanan kelompok protein
4. Sudan III / etanol / kertas buram, Digunakan untuk menunjukkan bahan makanan yang mengandung lemak / minyak

C. ALAT

1. Mortir
2. 15 tabung reaksi
3. Rak tabung reaksi
4. Gelas beker
5. Pipet
6. Pembakar spiritus
7. Penjepit tabung reaksi
8. Spatula/pengaduk

D. Bahan

1. Larutan lugol
2. Larutan benedict (menggunakan fehling A + fehling B)
3. Larutan biuret
4. Kacang merah
5. Keju
6. Kangkung
7. Belimbing
8. Cabe

E. Cara Kerja

a. Siapkan alat dan bahan eksperimen yang akan di uji
b. Tumbuk bahan makanan diatas lumpang porselin sebelum di uji coba. Bahan yang keras seperti kacang merah sebaiknya direbus terlebih dahulu.
c. Masukkan bahan makanan kedalam tabung reaksi (dengan ketentuan satu jenis bahan makan di masukkan kedalam tabung reaksi untuk menguji kandungan masing-masin amilum, glukosa dan protein).
d. Uji Amilum
   - Masukkan bahan makanan kangkung, kacang merah, keju belimbing dan cabe yang sudah di tumbuk/dihaluskan ke dalam tabung reaksi (satu jenis = satu tabung).
   - Tetesi 2 tetes lugol pada setiap tabung reaksi yang akan di uji amilum.
   - Amati perubahan warna yang terjadi

- Lakukan hal tersebut ke dalam semua bahan makanan tadi

e. Uji Glukosa
   - Masukkan bahan makanan kangkung, kacang merah, keju belimbing dan cabe yang sudah di tumbuk/dihaluskan ke dalam tabung reaksi (satu jenis = satu tabung).
   - Masukkan fehling A + fehling B (benedict) dengan perbandingan 3 : 1.
   - Panaskan tabung reaksi diatas pembakar spiritus
   - Masukkan data kedalam tabel. Lakukan hal tersebut ke dalam semua bahan makanan tadi.

f. Uji Protein
   - Masukkan bahan makanan kangkung, kacang merah, keju belimbing dan cabe yang sudah di tumbuk/dihaluskan ke dalam tabung reaksi (satu jenis = satu tabung).
   - Masukkan beberapa tetes biuret
   - Kocok tabung reaksi tersebut sehingga terjadi perubahan warna.
   - Masukkan data kedalam tabel. Lakukan hal tersebut ke dalam semua bahan makanan tadi.

universitas peradaban

PRAKTIKUM V. PENETAPAN KADAR KALSIUM PADA MAKANAN DENGAN KOMPLEKSOMETRI

A. TUJUAN

Mengetahui cara penetapan kadar kalsium pada makanan menggunakan kompleksometri.

B. URAIAN

Analisis volumetri adalah bagian dari analisis kimia kuantitatif untuk menentukan banyaknya suatu zat dalam volume tertentu dengan mengukur banyaknya larutan standar yang dapat bereaksi secara kuantitatif dengan analit (zat yang akan ditentukan). Prinsip dasar analisis volumetri berdasarkan reaksi:

$$aA + tT \leftrightarrow \text{Hasil}$$

a molekul analit A (titrat) bereaksi dengan t molekul pereaksi T (titran).

Dengan titrasi dimaksudkan suatu proses pengerjaan di mana titran ditambahkan sedikit demi sedikit melalui buret ke dalam larutan analit untuk mencapai titik ekivalen. Titik ekivalen dimaksudkan pada saat titrasi dimana jumlah titran yang ditambahkan ekivalen dengan jumlah analit dalam larutan. Selain itu dikenal juga titik akhir titrasi yaitu saat terjadi perubahan warna indikator. Selisih antara titik ekivalen dan titik akhir titrasi dikenal sebagai kesalahan titrasi.

Jenis metode titrimetri didasarkan pada jenis reaksi kimia yang terlibat dalam proses titrasi. Berdasarkan jenis reaksinya, maka metode titrimetri dapat dibagi menjadi 4 golongan, salah satunya adalah kompleksometri. Kompleksometri didasarkan pada pembentukan kompleks stabil hasil reaksi antara analit dengan titran. Misalnya reaksi antara Ag^+ dan CN^- yang mengikuti persamaan reaksi :

$$Ag^+ + 2CN^- \rightarrow$$

Reaksi antara Ag^+ dengan CN^- dikenal sebagai metode Liebig untuk penetapan sianida. Reagen lain adalah EDTA (etilen diamina tetraasetat) yang banyak digunakan sebagai pengompleks berbagai ion logam melalui metode titrasi.

Titrasi kompleksometri meliputi reaksi pembentukan ion-ion kompleks ataupun pembentukan molekul netral yang terdisosiasi dalam larutan. Persyaratan mendasar terbentuknya kompleks demikian adalah tingkat kelarutan tinggi. Contoh dari kompleks tersebut adalah kompleks logam dengan EDTA. Berbagai logam membentuk kompleks pada pH yang berbeda-beda. Peristiwa pengompleksan tergantung pada aktivitas anion bebas, misalkan Y^{4-} (jika asamnya H_4Y dengan tetapan ionisasi $pK_1 = 2,0$; $pK_2 = 2,64$; $pK_3 = 6,16$ dan $pK_4 = 10,26$). Ternyata variasi aktivitas Y^{4-} bervariasi terhadap perubahan pH dari 1,0 sampai 10 dan secara umum perubahan ini sebanding dengan (H^+) pada pH 3,0 – 6,0. Cara-cara titrasi dengan EDTA terbagi menjadi 5, yaitu:

1. Titrasi langsung merupakan metode yang paling sederhana dan sering dipakai. Larutan ion yang akan ditetapkan ditambah dengan dapar, misalnya dapat pH 10

lalu ditambahkan indikator logam yang sesuai dan dititrasi langsung dengan larutan baku dinatrium edetat.

2. Titrasi kembali, cara ini penting untuk logam yang mengendap dengan hidroksida pada pH yang dikehendaki untuk titrasi. Untuk senyawa yang tidak larut misalnya sulfat, kalsium oksalat, untuk senyawa yang membentuk kompleks yang sangat lambat dan ion logam yang membentuk kompleks lebih stabil dengan natrium edetat daripada dengan indikator. Pada keadaan demikian, dapat ditambahkan larutan baku dinatrium edetat berlebihan kemudian larutan di dapa pada pH yang diinginkan dan kelebihan dinatrium edetat dititrasi kembali dengan larutan baku ion logam.
3. Titrasi substitusi, cara ini dilakukan bila ion logam tersebut tidak memberikan titik akhir yang jelas apabila dititrasi secara langsung atau dengan titrasi kembali, atau juga jika ion logam tersebut membentuk kompleks dengan dinatrium edetat lebih stabil daripada logam lain seperti magnesium dan kalsium.
4. Titrasi tidak langsung, cara titrasi tidak langsung dapat digunakan untuk menentukan kadar ion-ion seperti anion yang tidak bereaksi dengan pengkelat. Sebagai contoh barbiturat tidak bereaksi dengan EDTA akan tetapi secara kuantitatif dapat diendapkan dengan ion merkuri dalam keadaan basa sebagai ion kompleks 1:1. Setelah pengendapan dengan kelebihan Hg(II), kompleks dipindahkan dengan cara penyaringan dan dilarutkan kembali dalam larutan baku EDTA berlebihan. Larutan baku Zn(II) dapat digunakan untuk menitrasi kelebihan EDTA ini menggunakan indikator yang sesuai untuk mendeteksi titik akhir.
5. Titrasi alkalimetri, pada metode ini proto dari dinatrium edetat (Na_2H_2Y) dibebaskan oleh logam berat dan dititrasi dengan larutan baku alkali sesuai dengan persamaan reaksi berikut :

$$M^{n+} + H_2Y^{2-} \leftrightarrow (MY)^{+n-4} + 2H^+$$

Larutan logam yang ditetapkan dengan metode ini sebelum dititrasi harus dalam suasana netral terhadap indikator yang dipergunakan.Penetapan titik akhir menggunakan indikator asam-basa atau secara potensiometri.

Kelebihan titrasi kompleksometri adalah EDTA stabil, mudah larut dan menunjukkan komposisi kimiawi yang tertentu. Selektivitas kompleks dapat diatur dengan pengendalian pH, misal magnesium (Mg), krom (Cr), kalsium (Ca) dan barium (Ba) dapat dititrasi pada pH = 11; mangan (Mn^{2+}), besi (Fe), kobalt (Co), nikel (Ni), seng (Zn), kadmium (Cd), aluminium (Al), timbal (Pb), tembaga (Cu), titian (Ti) dan vanadium (V) dapat dititrasi pada pH 4,0 – 7,0. Terakhir logam seperti raksa (Hg), bismut (Bi), kobalt (Co), besi (Fe), krom (Cr), kalsium (Ca), indium (In), scandium (Sc), titian (Ti), vanadium (V) dan thorium (Th) dapat dititrasi pada pH 1,0 - 4,0. Etilen diamin tetra asetat (EDTA) sebagai garam natrium (Na_2H_2Y) sendiri merupakan standar primer sehingga tidak perlu standarisasi lebih lanjut. Kompleks yang mudah larut dalam air ditemukan. Suatu titik ekivalen segera tercapau dalam titrasi demikian dan akhirnya titrasi kompleksometri dapat digunakan untuk penentuan beberapa logam pada operasi skala semimikro.

Dalam praktek, kestabilan kompleks-kompleks logam EDTA dapat diubah dengan (a) mengubah-ubah pH dan (b) adanya zat-zat pengkompleks lain. Maka tetapan kestabilan kompleks EDTA akan berbeda dari nilai yang dicatat pada suatu pH tertentu, dalam larutan air EDTA akan memiliki nilai yang berbeda dari nilai yang telah dicatat. Kondisi baru ini dinamakan tetapan kestabilan nampak atau tetapan kestabilan menurut kondisi.

Sebagian besar titrasi kompleksometri mempergunakan indikator yang juga bertindak sebagai pengompleks dan tentu saja kompleks logamnya mempunyai warna yang berbeda dengan pengompleksnya sendiri. Indikator demikian disebut indikator metalokromat. Indikator metalokromik visual yang penting dapat masuk dalam tiga golongan utama, yaitu: (a) senyawaan hidroksiazo, (b) senyawaan fenolat dari trifenilmetana yang tersubstitusi oleh hidroksi serta (c) senyawaan yang mengandung suatu gugus aminometildikarboksimetil. Banyak dari indikator ini juga merupakan senyawaan-senyawaan trifenil metana. Beberapa indikator metalokromik yang dapat digunakan, yaitu:

1. Mureksida, mureksida adalah garam amonium dari asam purpurat dan anionnya, dapat digunakan untuk titrasi langsung dengan EDTA terhadap kalsium pada pH = 11, perubahan warna pada titik akhir adalah dari merah menjadi violet biru, tetapi jauh dari ideal. Perubahan warna pada titrasi langsung dari nikel pada pH 10-11 adalah dari kuning menjadi violet biru. Perubahan warna untuk kalsium adalah dari hijau zaitun melalui abu-abu, menjadi biru mendadak.
2. Hitam Solokrom (Hitam Eriokrom T)/ EBT (Erichrom Black T), zat ini adalah natrium 1-(1-hidroksi-2-naftilazo)-6-nitro-2-naftol-4-sulfonat(II) dan mempunyai acuan indeks warna C.I.14645. Dalam larutan yang sangat asam, zat warna ini cenderung untuk berpolimerisasi menjadi produk yang berwarna coklat-merah, akibatnya indikator ini jarang digunakan dalam titrasi EDTA dengan menggunakan larutan yang lebih asam daripada pH = 6,5. Gugus asam sulfonat dalam indikator ini akan menyerahkan protonnya sebelum range pH 7-12, yang merupakan perhatian paling utama bagi penggunaan indikator ion logam. Kedua nilai pK untuk atom-atom hidrogen ini masing-masing adalah 6,3 dan 11,5. Di bawah pH = 5,5, larutan hitam solokrom (Hitam Eriokrom T) adalah merah (disebabkan oleh H_2D^-), antara pH 7 dan 11 warnanya biru (disebabkan oleh HD^{2-}) dan di atas pH = 11,5 indikator ini berwarna jingga-kekuningan (disebabkan oleh D^{3-}). Dalam range pH 7-11, penambahan garam logam menghasilkan perubahan warna yang cemerlang dari biru menjadi merah.
3. Indikator Patton dan Reeder , indikator Patton dan Reeder adalah asam 2-hidroksil 1-(2-hidroksi-4-sulfat-1-naftilazo)-3-naftoat(III); nama ini boleh disingkat menjadi HHSNNA. Penggunaannya yang utama adalah dalam titrasi langsung dari kalsium, terutama dengan adanya magnesium. Perubahan warna yang tajam dari merah angur menjadi biru murni diperoleh bila ion-ion kalsium dititrasi dengan EDTA pada nilai pH antara 12 dan 14.
4. Biru tua solokrom, Biru tua solokrom atau kalkon kadang-kadang disebut Hitam Eriokrom RC, zat ini sebenarnya adalah natrium 1-(2-Hidroksi-1-naftilazo)-2-

nafto-4-sulfonat. Zat warna ini mempunyai 2 atom hidrogen fenolat yang dapat terionisasi, proton-proton ini terionisasi secara bertahap dengan pK masing-masing 7,4 dan 13,5. Suatu penerapan penting dari indikator ini adalah pada titrasi kalsium secara kompleksometri dengan adanya magnesium, titrasi ini harus dilakukan pada pH kira-kira 12,3 (misalnya yang diperoleh dengan suatu buffer dietilamina). Pada kondisi-kondisi ini, magnesium diendapkan secara kuantitatif sebagai hidroksidanya. Perubahan warna adalah dari merah jambu menjadi biru murni.

5. Kalmagit, kalmagit merupakan asam 1-(1-hidroksil-4-metil-2-fenilazo)-2-naftol-4-sulfonat (V), mempunyai perubahan warna yang sama seperti hitam solokrom (Hitam Eriokrom T), tetapi perubahan warnanya agak lebih jelas dan tajam. Kelebihan indikator ini adalah tetap stabil hampir tanpa batas waktu. Zat ini digunakan sebagai ganti Hitam Solokrom (Hitam Eriokrom T) tanpa mengubah eksperimen untuk titrasi kalsium ditambah magnesium.

C. ALAT

Alat - alat yang digunakan pada percobaan ini adalah pH meter, neraca analitik, buret asam 50 mL, erlenmeyer 250 mL, gelas kimia 300 mL, pipet volume 25 mL dan 5 mL, labu takar 100 mL, statif dan klem, bulp, botol semprot dan corong.

D. BAHAN

Bahan – bahan yang digunakan pada percobaan ini adalah aquabides, aquades, buffer natrium hidroksida (NaOH) 2 M, indikator EBT (Erichrom Black T), padatan kalsium karbonat ($CaCO_3$) dan natrium etilen diamin tetra asetat (Na_2EDTA) 0,089 M.

E. LANGKAH KERJA

1. **Pembuatan $CaCO_3$ 0,01 M**
   - **a.** Menimbang 0,1 gram padatan kalsium karbonat ($CaCO_3$) menggunakan neraca analitik.
   - **b.** Melarutkan padatan kalsium karbonat ($CaCO_3$) dengan memberikan sedikit aquabides dalam gelas kimia.
   - **c.** Memindahkan padatan yang telah larut ke dalam labu takar 100 mL.
   - **d.** Mengimpitkan sampai tanda batas menggunakan aquabides dan menghomogenkan larutan.
   - **e.** Menyaring larutan yang telah dibuat menggunakan kertas saring biasa.

2. **Titrasi Kompleksometri**
   - a. Memipet 25 mL larutan kalsium karbonat ($CaCO_3$) 0,01 M dan memasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL.
   - b. Menambahkan 25 mL aquabides ke dalam erlenmeyer, mengocok erlenmeyer.
   - c. Menambahkan 1 mL buffer natrium hidroksida (NaOH) 2 M ke dalam erlenmeyer hingga pH = 12, mengecek pH larutan menggunakan pH meter.
   - d. Menambahkan 3 tetes indikator EBT ke dalam erlenmeyer dan menghomogenkan larutan.

e. Menitrasi larutan dengan Na_2EDTA 0,0089 M sampai larutan berubah warna menjadi biru.
f. Melakukan secara duplo dan menghitung kadar kalsium (Ca) dalam sampel.

universitas peradaban

PRAKTIKUM VI. PENETAPAN KADAR VITAMIN C PADA MINUMAN/BUAH MENGGUNAKAN IODOMETRI

A. Tujuan

Mahasiswa dapat melakukan penetapan kadar Vit. C pada makanan atau minuman secara iodometri.

B. Alat

- Buret
- Elenmeyer
- Gelas ukur
- Pipet
- Statif

C. Bahan

- Sampel makanan/ minuman
- Aquadest
- Iodium
- Indicator kanji
- Natrium tiosianat
- Asam sulfat encer

D. Cara kerja

1. Membuat larutan iodium 0,1 N
2. Siapkan buret untuk titrasi standarisasi
3. Standarisasi larutan iodium mengggunakan Natrium tiosianat
4. Membuat indikator luar (indikator kanji)
5. Siapkan buret untuk titrasi
6. Menimbang saksama 500 mg sampel
7. Dilarutkan dalam campuran yang terdiri 100 mL aquadest dan 25 mL asam sulfat encer menggunakan elenmeyer.
8. Titrasi menggunakan iodium 0,1 N yang telah distandarisasi menggunakan natrium tiosianat menggunakan indicator kanji.
9. *End point* ditunjukan pada perubahan kanji menjadi warna biru.
10. Tentukan kadar Vit. C dalam sampel

universitas peradaban

PRAKTIKUM VII. IDENTIFIKASI ZAT ADIKTIF (MERKURI PADA SEDIAAN KOSMETIKA DAN BORAX PADA MAKANAN)

A. TUJUAN PRAKTIKUM

Mengetahui cara identifikasi merkuri

B. DASAR TEORI

Kosmetik merupakan suatu komponen sandang yang sangat penting peranannya dalam kehidupan masyarakat, dimana masyarakat tertentu sangat bergantung pada sediaan kosmetika pada setiap kesempatan. Di pasaran pada umumnya, banyak beredar sediaan kosmetika yang berperan untuk keindahan kulit wajah. Dalam perkembangan selanjutnya, suatu sediaan kosmetika akan ditambahkan suatu zat ikutan atau tambahan yang akan menambah nilai artistik dan daya jual produknya, salah satunya dengan penambahan bahan pemutih.

Salah satu zat tambahan yang berfungsi sebagai pemutih adalah merkuri. Menurut Peraturan Menteri Kehatan RI No.445/MENKES/PER/V/1998 tentang bahan, zat warna, subtrat, zat pengawet dan tabir surya pada kosmetik penggunaan merkuri pada kosmetika adalah dilarang, Karena toksisitasnya terhadap organ -organ ginjal, saraf dan otak. Merkuri digunakan sebagai bahan pemutih kulit dalam sediaan krim karena memiliki efek pemucat warna kulit. Daya pemutih pada kulit sangat kuat.

universitas peradaban

C. ALAT

1. Tabung Reaksi
2. Labu bunsen
3. Erlemenyer
4. Labu ukur
5. Pipet
6. Corong
7. Batang pengaduk
8. Kertas whatman no 41
9. Alumunium foil
10. Timbangan analitik

D. Bahan

1. Spiritus
2. Standar Merkuri
3. Sampel Krim Kosmetika
4. Asam klorida
5. Asam nitrit
6. Larutan KI 0,5 N
7. Aquades

E. Cara Kerja

1. Pembuatan Larutan Uji

a. Ditimbang sebanyak 2,0 g sampel
b. ditambahkan akuades sebanyak 25 mL,
c. Tambahkan campuran 10 mL larutan asam klorida dan asam nitrat, uapkan sampai hampir kering.
d. Pada sisa penguapan tambahkan akuades sebanyak 10 mL.
e. Panaskan selama 5 menit.
f. Dinginkan dan disaring dengan kertas saring Whatman

2. Analisis Kualitatif Merkuri
   a. 1 ml larutan uji,dimasukan ke dalam tabung reaksi
   b. Tambahkan 1 – 2 tetes KI 0,5 N
   c. Amati perubahan warna
   d. Bandingkan dengan standar

G. TUJUAN PRAKTIKUM

Mengetahui cara identifikasi borax dengan metode sederhana

H. DASAR TEORI

Borak (Natrium tetrabonat) Boraks merupakan garam natrium atau natrium tetraborat yang banyak digunakan di berbagai industri nonpangan, khususnya industri kertas, gelas, pengawet kayu, dan keramik. Boraks biasa berupa serbuk kristal putih, tidak berbau, mudah larut dalam air, tetapi boraks tidak dapat larut dalam alkohol. Boraks biasa digunakan sebagai pengawet dan antiseptik kayu. Daya pengawet yang kuat dari boraks berasal dari kandungan asam borat didalamnya.Asam borat sering digunakan dalam dunia pengobatan dan kosmetika. Misalnya, larutan asam borat dalam air digunakan sebagai obat cuci mata dan dikenal sebagai boorwater. Asam borat juga digunakan sebagai obat kumur, semprot hidung, dan salep luka kecil. Namun, bahan ini tidak boleh diminum atau digunakan pada luka luar karena beracun ketika terserap masuk dalam tubuh. Dalam pengidentifikasian boraks pada makanan jika boraks direaksikan dengan kurkumin akan menghasilkan senyawa berwarna merah yang disebut *rososiania.*

I. ALAT

a. Mortir
b. Stamper
c. Tabung reaksi

J. Bahan

a. Borax
b. Sampel berupa mie, bakso, sosis, tahu

K. Cara Kerja

a. Larutan standar

- Timbang 1 gram borax, larutkan dalam 50 ml aquades
- Pipet secukupnya, masukan kedalam tabung reaksi
- Diberi label

b. Larutan Sampel
- Timbang 1 gram sampel
- Haluskan dengan mortir dan larutkan dalam air secukupnya
- Didihkan larutan sampel
- Saring dan masukan larutan sampel kedalam tabung reaksi

c. Pembuatan Larutan Uji
- Timbang 100 gram kurkumin
- Haluskan dengan mortir
- Larutkan dengan air secukupnya
- Saring

d. Identifikasi borax
- Tetesi setiap tabung reaksi dengan ekstrak kurkumin
- Jika warna berubah menjadi merah kecoklatan, maka sampel mengandung borax atau bandingkan perubahan warna pada sample dengan warna pada larutan standar

Catatan:
Blangko menggunakan aquades

Bahan diskusi
a. Apakah sampel mengandung borak?
b. Jelaskan reaksi kimia yang terjadi antara kurkumin dan borax!

TUGAS KELOMPOK
Berdasarkan hasil praktikum I & II, Apakah terdapat perbedaan antara penetapan kadar PCT menggunakan metode Spektrofotometri dengan metode titrasi? Buktikan secara statistik!

DAFTAR PUSTAKA

Badan POM RI. 2007. Peringatan Tentang Kosmetik Mengandung Bahan Berbahaya dan Zat Warna yang Dilarang. Jakarta

Ditjen POM. 1995. Farmakope Indonesia, Edisi IV. Depkes RI. Jakarta

Gandjar, G.I & Rohman, A. 2007. Kimia Farmasi Analisis. Pustaka Belajar. Yogyakarta.

Senadi B, Ghina R, Ginayanti H, Dadan S, ANALISIS UJI KUALITATIF MERKURI PADA SEDIAAN KRIM PEMUTIH YANG BEREDAR DI KOTA BANDUNG, Seminar Nasional Farmasi (SNIFA) UNJANI,

Syamsuni, H A. 2007. *FarmasetikaDasar dan Hitungan Farmasi*. EGC. Jakarta.

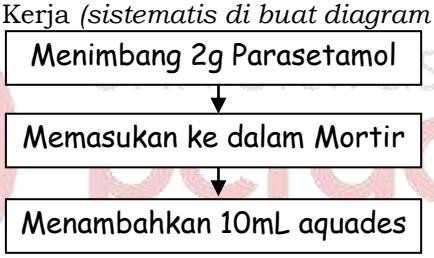
universitas peradaban

LAMPIRAN

1. Format Laporan Sementara
   Mengikuti format laporan resmi namun hanya sampai BAB 2
2. Format Laporan Praktikum Resmi memuat:
   a. COVER *(memuat: judul topik/ praktikum, lambang Universitas Peradaban, nama semester, NIM, kelompok, gelombang dan menuliskan bulan serta tahun di bawah kata Bumiayu)* sesuai pada lampiran.
   b. BAB 1 PENDAHULUAN
      A. Dasar Teori *(dicari dari sumber buku/ jurnal bukan kopas dari laporan praktikum)*
         Salep adalah.....……. (Anief, 2008: 100).
      B. Tujuan

   c. BAB 2 METODE PERCOBAAN
      A. Alat dan Bahan
         1. Alat
            a. Gelas Beker
            b. ....dst
         2. Bahan
            a. Tragakans
            b. Sulfadiasin...dst

      B. Prosedur Kerja *(sistematis di buat diagram alir)*



   d. BAB 3 HASIL, ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN
      A. HASIL
      B. ANALISIS DATA *(analisis deskriptif meliputi: mean, pencilan, SD, CV)*
      C. PEMBAHASAN *(sesuaikan dengan hasil praktikum, analisis data dan dasar teori)*

   e. BAB 4 KESIMPULAN *(sesuaikan dengan tujuan praktikum)*
      Berdasarkan uraian pembahasan.....dapat ditarik simpulan:
      1. .....
      2. .....dst
   f. DAFTAR PUSTAKA *(mengacu pada buku dan/atau jurnal)*
      Day R.A. and Underwood alih bahasa Pudjaatmaka A,J,; 1996, *Analisis Kimia Kuantitatif, Ed. V*, Penerbit Erlangga, Jakarta
      Kanti, Feri. 2017. Penetapan Kadar Parasetamol menggunakan Metode Spektrofotometri UV dan KLT. *Jurnal Kimia Farmasi.* 10(2):200-210
   g. LAMPIRAN
      1. Hasil Praktikum (yang sudah di ACC asisten/ dosen)
      2. Dokumen Foto (jika ada)
      3. Jawaban Soal (jika ada)

3. Cover Laporan Praktikum

LAPORAN PRAKTIKUM ANALISIS OBAT, KOSMETIK DAN MAKANAN

.....

Oleh :

Nama

.....

SMT/ NIM

.....

Kelompok/Gelombang

.....

LABORATORIUM FARMAKOLOGI

JURUSAN FARMASI

UNIVERSITAS PERADABAN

BUMIAYU

.....