

MODUL

PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS

(FARP529)



Tim Penyusun:

apt. Dian Purwita Sari, M.Biotech.

PROGRAM STUDI SARJANA FARMASI
SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN NOTOKUSUMO YOGYAKARTA
2024

KATA PENGANTAR

Modul Praktikum Kimia Analisis adalah petunjuk tata laksana mata kuliah Praktikum Kimia Analisis (FARP529) yang harus dilaksanakan oleh mahasiswa semester II, Program Studi S1 Farmasi Stikes Notokusumo Yogyakarta tahun ajaran 2023/2024. Panduan ini bukan merupakan referensi yang dapat dijadikan pustaka baku untuk sebuah makalah ataupun laporan, dengan demikian mahasiswa diharapkan untuk tetap mempelajari buku-buku referensi sekunder lain terkait keilmuan Kimia Analisis guna menambah pengetahuan dan memperkuat pemahaman atas ilmu yang dipelajari dan praktikum yang dikerjakan.

Modul panduan Praktikum Kimia Analisis ini merupakan pengembangan berbagai referensi yang tercantum dalam daftar pustaka, dalam rangka memberikan bekal keterampilan dan keilmuan yang relevan bagi mahasiswa S1 Farmasi Stikes Notokusumo Yogyakarta. Namun demikian, masih terdapat banyak kekurangan dan masih memerlukan berbagai penyempurnaan lebih lanjut. Untuk itu, berbagai hal yang belum terakomodir dalam modul ini, akan diatur kemudian dalam proses pembelajaran Praktikum Kimia Analisis. Selain itu, sangat diharapkan kritik dan saran bagi kelengkapan dan perbaikan modul ini.

Sebagai penutup, penyusun mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah ikut membantu dalam mewujudkan modul praktikum ini.

Yogyakarta, Februari 2024

Tim penyusun
apt. Dian Purwita Sari, M.Biotech.

DAFTAR ISI

Kata Pengantar	1
Daftar Isi	2
Tata Tertib Praktikum Kimia Analisis	3
Format Laporan Praktikum	4
Petunjuk Umum Praktikum Kimia Analisis	6
Praktikum 1 ASIDI ALKALIMETRI	7
Praktikum 2 PERMANGANOMETRI	11
Praktikum 3 IODIMETRI IODOMETRI	14
Praktikum 4 KOMPLEKSOMETRI	19
Praktikum 5 ARGENTOMETRI	23
Daftar Pustaka	27

TATA TERTIB PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS

1. Setiap peserta harus hadir tepat pada waktu yang telah ditentukan. Apabila peserta terlambat lebih dari 15 (lima belas) menit dari waktu yang telah ditentukan, maka mahasiswa tidak diperkenankan mengikuti praktikum pada hari itu dan diwajibkan mengikuti praktikum pada hari lain (inhal untuk percobaan tersebut).
2. Selama mengikuti praktikum, peserta harus memakai sepatu (dilarang mengenakan sandal atau sepatu sandal) dan jas praktikum berwarna putih dan dikancingkan dengan rapi.
3. Setiap peserta wajib membuat laporan sementara sebelum mengikuti praktikum yang formatnya sudah ditentukan.
4. Setiap peserta wajib membuat catatan data praktikum dan ditandatangani dosen/asisten setelah selesai suatu acara praktikum.
5. Setiap peserta wajib membuat laporan akhir praktikum dan dikumpulkan sebelum mengikuti praktikum berikutnya.
6. Setiap peserta harus mengembalikan alat-alat yang telah dipakai dalam keadaan bersih dan kering. Sebelum meninggalkan ruang praktikum, peserta harus mengembalikan botol-botol bahan kimia yang telah ditutup rapat ke tempat semula.
7. Setiap peserta harus **menjaga kebersihan dan kerapian laboratorium**, bekerja dengan tertib, tenang dan teratur. Selama mengikuti praktikum, peserta harus bersikap sopan, baik dalam berbicara maupun bergaul.
8. Setiap peserta harus melaksanakan semua mata praktikum dan mematuhi budaya Kesehatan dan Keselamatan Kerja (K3).
9. Dapatkan nasehat/keterangan dari dosen atau asisten mengenai segala sesuatu yang berkaitan dengan hal yang kurang jelas sebelum melakukan percobaan.
10. Semua mahasiswa tidak dibenarkan bekerja di dalam laboratorium tanpa kehadiran dosen/ asisten praktikum.
11. Mahasiswa yang sakit atau memiliki keperluan mendesak sehingga tidak dapat mengikuti praktikum pada hari yang telah terjadwal, diperbolehkan inhal (menunda praktikum) dengan mengirim surat ijin/permohonan praktikum inhal kepada dosen yang mengampu.
12. Apabila peserta praktikum melanggar hal-hal yang telah diatur di atas maka yang bersangkutan dapat dikeluarkan dari laboratorium dan tidak diperkenankan untuk melanjutkan praktikum pada hari itu. Kegiatan praktikum dinyatakan batal dan tidak diijinkan untuk inhal.
13. Hal-hal yang belum disebutkan di atas dan diperlukan untuk kelancaran praktikum akan diatur kemudian.

FORMAT LAPORAN SEMENTARA


Penyusunan laporan sementara mengikuti format sebagai berikut:

JUDUL PRAKTIKUM
Nama mahasiswa : NIM :
I. TUJUAN
II. DASAR TEORI
III. ALAT DAN BAHAN
IV. PROSEDUR KERJA Prosedur kerja dituliskan secara skematis, berupa diagram alir.
V. DATA DAN KALKULASI

FORMAT LAPORAN AKHIR

Penyusunan laporan akhir mengikuti format sebagai berikut:

Halaman sampul:

PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS
JUDUL TOPIK

Nama Mahasiswa NIM Hari/tanggal praktikum
Dosen pengampu: Asisten pendamping:
PROGRAM STUDI SARJANA FARMASI STIKES NOTOKUSUMO YOGYAKARTA 2024

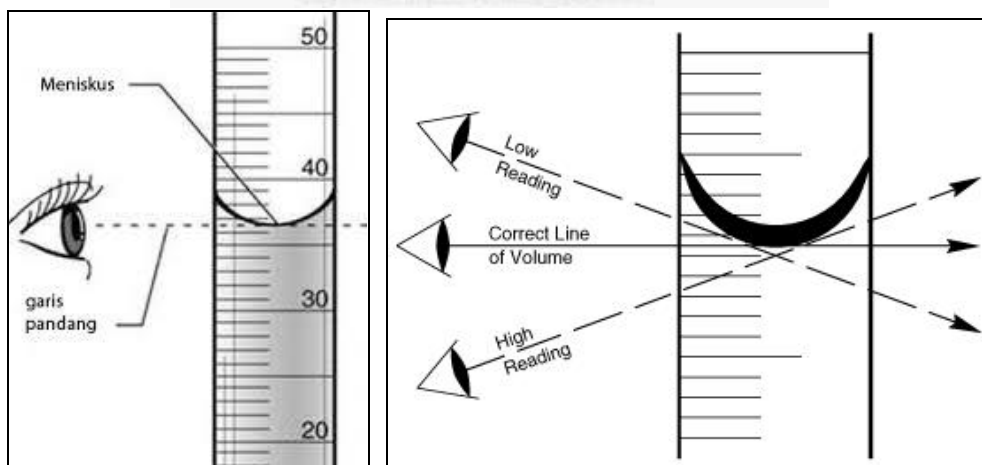
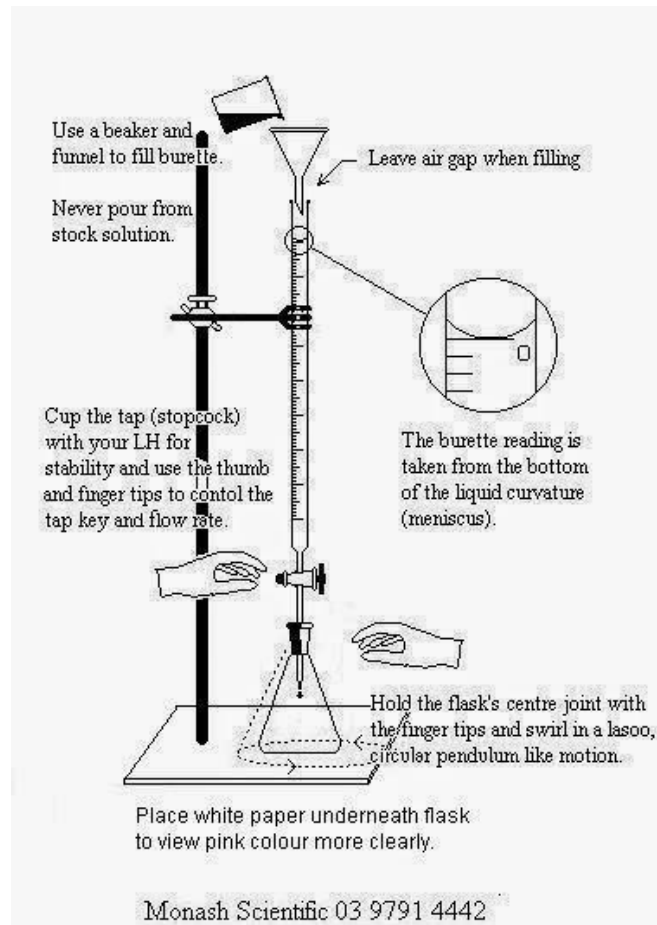
Halaman isi, memuat:

JUDUL PRAKTIKUM	
I. TUJUAN	} Merupakan laporan sementara yang telah mendapatkan acc.
II. DASAR TEORI	
III. ALAT DAN BAHAN	
IV. PROSEDUR KERJA	
V. DATA DAN KALKULASI	
VI. PEMBAHASAN	
VII. KESIMPULAN	
VIII. DAFTAR PUSTAKA	
Dosen Pengampu	Praktikan
ttd	ttd
Nama Dosen	Nama mahasiswa

PETUNJUK UMUM PRAKTIKUM KIMIA ANALISIS

Dalam Mata Praktikum Kimia Analisis akan dipelajari berbagai metode analisis kimia kuantitatif secara volumetri/titrasi. Untuk itu hal yang perlu diperhatikan meliputi:

1. Pembacaan meniskus cairan pada alat ukur mengikuti garis pandang yang benar, seperti pada gambar di bawah.
2. Penimbangan dilakukan dengan neraca digital analitik dengan ketelitian yang sesuai.
3. Segala jenis pengukuran dilakukan secara seksama.



PRAKTIKUM 1

ASIDI ALKALIMETRI

TUJUAN

1. Memahami teknik analisis, metode analisis, dan prosedur analisis Titrasi Asam Basa.
2. Menentukan kadar asam salisilat yang terdapat dalam suatu sampel dengan Metode Titrasi Alkalimetri
3. Menentukan kadar asam asetil salisilat yang terdapat di dalam suatu sample dengan Metode Titrasi Asidimetri Tidak Langsung

TEORI DASAR

Titration asam basa bertujuan menetapkan kadar suatu sampel yang bersifat asam dengan cara mentitrasinya menggunakan larutan baku basa (alkalimetri) atau menetapkan kadar suatu sampel yang bersifat basa dengan cara mentitrasinya menggunakan larutan baku asam (asidimetri). Asidimetri dan alkalimetri termasuk reaksi netralisasi yakni reaksi antara ion hidrogen yang berasal dari asam dengan ion hidroksida yang berasal dari basa untuk menghasilkan air yang bersifat netral. Netralisasi dapat juga dikatakan sebagai reaksi antara pemberi proton (asam) dengan penerima proton (basa). Secara umum titrasi asidimetri-alkalimetri adalah titrasi yang menyangkut reaksi asam dan basa, diantaranya: (1) asam kuat-basa kuat; (2) asam kuat-basa lemah; (3) asam lemah-basa kuat; (4) asam kuat-garam dari asam lemah; dan (5) basa kuat-garam dari basa lemah.

Titik akhir titrasi ini mudah sekali dideteksi baik dengan indikator ataupun dengan mengikuti perubahan pH dengan pH meter. Keasaman maupun kebasaan berbagai asam dan basa organik dapat ditingkatkan dengan cara melakukan titrasi dalam pelarut bukan air. Ini akan memberikan titik akhir yang lebih tajam dan juga memungkinkan titrasi terhadap asam atau basa yang lebih lemah. Indikator asam-basa pada umumnya adalah senyawa organik yang bersifat asam atau basa lemah dan dalam larutan mengalami ionisasi sebagai berikut:



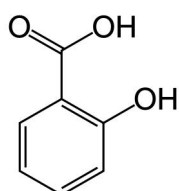
Bila hanya salah satu bentuk yang berwarna tertentu disebut indikator satu warna, misalnya timolftalein (tak berwarna – biru), fenolftalein (tak berwarna – merah). Bila kedua bentuk mempunyai warna yang berbeda disebut indikator dua warna, misalnya metil orange (merah-orange), metil merah (merah-kuning) dan banyak lainnya. Pada titrasi asam basa indikator yang dipilih harus dapat berubah warna tepat pada saat titik ekuivalen tercapai. Fenolftalein merupakan salah satu indikator untuk menentukan titik ekuivalen yang sering dipakai dalam titrasi asam basa. Pada suasana asam, fenolftalein tidak berwarna, sedangkan pada keadaan basa, fenolftalein berwarna merah muda.

Beberapa senyawa yang dapat ditetapkan kadarnya secara asidi-alkalimetri dalam Farmakope Indonesia Edisi IV adalah: amfetamin sulfat dan sediaan tabletnya, ammonia,

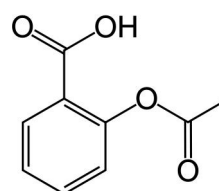
asam asetat glacial, **asam asetil salisilat**, asam benzoate, asam fosfat, asam klorida, asam nitrat, asam retinoat, **asam salisilat**, asam sitrat, asam sorbet, asam sulfat, asam tartrat, asam undesilenat, benzyl benzoate, busulfan dan sediaan tabletnya, butyl paraben, efedrin dan sediaan tabletnya, etanzinamida, etil paraben, etisteron, eukuinin, furosemida, glibenklamid, kalamina, ketoprofen, kloralhidrat, klonidin hidroklorida, levamisol HCl, linstrenol, magnesium hidroksida, magnesium oksida, meprobamat, metenamin, metil paraben, metil salisilat, naproksen, natrium bikarbonat serta sediaan tablet dan injeksinya, natrium hidroksida, natrium tetraborat, neostigmin metilsulfat, propil paraben, propintiourasil, sakarin natrium, dan zink oksida.

Asam salisilat, $C_7H_6O_3$, memiliki bobot molekul 138,12 gram/mol, dengan pemerian berupa serbuk hablur putih, biasanya berbentuk jarum halus atau serbuk hablur halus putih, rasa agak manis, tajam dan stabil di udara. Bentuk sintetis warna putih dan tidak berbau. Jika dibuat dari metil salisilat alami dapat berwarna kekuningan atau merah jambu dan berbau lemah mirip mentol. Asam salisilat sukar larut dalam air dan dalam benzena; mudah larut dalam etanol dan dalam eter; larut dalam air mendidih; agak sukar larut dalam kloroform. Penetapan kadar menurut Farmakope Indonesia IV: timbang seksama lebih kurang 500 mg, larutkan dalam 25 mL etanol encer P yang sudah dinetralkan dengan natrium hidroksida 0,1 N, tambahkan fenolftalein LP dan titrasi dengan natrium hidroksida 0,1 N LV. Setiap mL natrium hidroksida 0,1 N setara dengan 13,81 mg $C_7H_6O_3$.

Asetosal, $C_9H_8O_4$, memiliki bobot molekul 180,16 gram/mol, dengan pemerian hablur putih, umumnya seperti jarum atau lempengan tersusun, atau serbuk hablur putih, tidak berbau atau berbau lemah. Stabil di udara kering, di dalam udara lembab secara bertahap terhidrolisa menjadi asam salisilat dan asam asetat. Asam asetilsalisilat sukar larut dalam air, mudah larut dalam etanol, larut dalam kloroform dan dalam eter, agak sukar larut dalam eter mutlak. Penetapan kadar menurut Farmakope Indonesia IV: timbang seksama lebih kurang 1,5 gram, masukkan ke dalam labu, tambahkan 50,0 mL natrium hidroksida 0,5 N LV, dididihkan campuran secara perlahan-lahan selama 10 menit. Tambahkan indikator fenolftalein LP. Titrasi kelebihan natrium hidroksida dengan asam sulfat 0,5 N LV. Lakukan penetapan blanko. Setiap mL natrium hidroksida 0,5 N setara dengan 45,04 mg $C_9H_8O_4$.



Asam salisilat



Asam asetilsalisilat (asetosal)

ALAT:

1. Buret 50 mL
2. Labu Erlenmeyer 250 mL
3. Labu Takar 100 mL, 250 mL, 1000 mL
4. Pipet Volume 5 mL, 10 mL, 25 mL
5. Pro pipet
6. Neraca Analitik
7. Gelas kimia
8. Spatula gelas, spatula logam
9. Kompor/hotplate

BAHAN:

1. NaOH p.a
2. HCl p.a
3. Asam oksalat p.a
4. Fenolftalein
5. Aquades
6. Etanol 95%
7. Tablet/puyer asetosal
8. Salep 2-4

PROSEDUR KERJA**1. Pembuatan larutan baku**

- a. Pembuatan larutan baku NaOH 0,1 M

Timbang sebanyak 4 gram NaOH, masukkan dalam gelas kimia larutkan hati-hati dengan air secukupnya sampai semua larut, masukkan ke dalam labu takar 1000 ml secara kuantitatif. Bilas gelas kimia dengan sejumlah aquades untuk memperoleh sisa larutan NaOH yang tertinggal di dalam gelas. Aduk homogen larutan NaOH dalam labu takar secara hati-hati. Tambah aquades pada labu takar sampai tanda batas. Beri label pada labu.

- b. Pembuatan larutan baku HCl 0,1 N

Ambil 4,15 mL HCl pekat 37% menggunakan pipet ukur secara seksama. Masukkan ke dalam labu takar 500 mL. Encerkan secara hati-hati dengan aquadest hingga tepat 1000 mL.

2. Standarisasi larutan baku NaOH 0,1 M

Siapkan buret bersih. Lakukan tes aliran dan kebocoran dengan air. Jika buret telah memadai, keluarkan sisa air, kemudian isi buret dengan larutan NaOH 0,1 M yang akan distandarisasi.

Timbang 0,14 gram asam oksalat, masukkan ke dalam erlenmeyer 200 mL lalu larutkan dengan 10 mL aquades. Larutan ditambah 2 tetes indikator fenolftalein. Titrasi hingga tepat diperoleh warna merah jambu. Catat data dan lakukan titrasi sebanyak 3 kali dengan cara yang sama. Perhitungkan normalitas NaOH dari hasil standarisasi tersebut.

Replikasi ke	Berat asam oksalat (gram)	Volume NaOH 0,1M (mL)	Normalitas NaOH (N)	Rata-rata Normalitas NaOH
1				
2				
3				

Rumus perhitungan:

mg ekuivalen NaOH = mg ekuivalen Asam oksalat

$$mL_{NaOH} \times N_{NaOH} = \frac{mg_{Asam\ oksalat}}{BE_{Asam\ oksalat}}$$

$$N_{NaOH} = \frac{mg_{Asam\ oksalat}}{mL_{NaOH} \times BE_{Asam\ oksalat}}$$

BM Asam oksalat H₂C₂O₄: 90

BE Asam oksalat H₂C₂O₄: 45

3. Penetapan kadar secara alkalimetri

a. Titrasi blanko etanol

Masukkan 10 mL etanol 95% ke dalam labu erlenmeyer. Tambahkan 2 tetes indikator pp. Titrasi dengan larutan baku NaOH hingga terjadi perubahan warna. Catat volume hasil titrasi. Lakukan triplo.

b. Penetapan kadar asetosal

Timbang sejumlah sampel yang setara dengan 400 mg asetosal. Masukkan dalam labu erlenmeyer, kemudian larutkan dengan 10 mL etanol 95%. Tambahkan 2 tetes indikator fenolftalein. Titrasi dengan larutan baku NaOH hingga terjadi perubahan warna. Catat volume hasil titrasi. Lakukan triplo.

c. Penetapan kadar asam salisilat

Timbang sejumlah sampel yang setara dengan 400 mg asam salisilat. Masukkan dalam labu erlenmeyer, kemudian larutkan dengan 10 mL etanol 95%. Tambahkan 2 tetes indikator fenolftalein. Titrasi dengan larutan baku NaOH hingga terjadi perubahan warna. Catat volume hasil titrasi. Lakukan triplo.

4. Penetapan kadar secara asidimetri tidak langsung

a. Titrasi blanko

Masukkan 10 mL etanol 95% dalam labu erlenmeyer kemudian tambahkan 35,0 mL larutan baku NaOH. Didihkan campuran selama 5 menit. Tambahkan 2 tetes indikator fenolftalein. Titrasi dengan HCl 0,1 N hingga terjadi perubahan warna. Catat volume hasil titrasi. Lakukan triplo.

b. Penetapan kadar asetosal

Timbang sampel yang setara dengan 300 mg asetosal. Masukkan dalam labu erlenmeyer kemudian larutkan dengan 10 mL etanol 95%. Tambahkan 35,0 mL larutan baku NaOH. Didihkan campuran selama 5 menit. Tambahkan 2 tetes indikator fenolftalein. Kelebihan (excess) alkali (NaOH) dititrasi dengan HCl 0,1 N hingga terjadi perubahan warna. Catat volume hasil titrasi. Lakukan triplo.

PRAKTIKUM 2

PERMANGANOMETRI

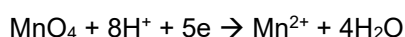
TUJUAN

1. Memahami metode analisis, teknik analisis, dan prosedur analisis Titrasi Permanganometri.
2. Menentukan kadar H₂O₂ menggunakan Metode Titrasi Permanganometri

TEORI DASAR

Titration permanganometri adalah salah satu bagian dari titration redoks (reduksi-oksidasi). Rekasinya merupakan serah terima elektron yaitu elektron diberikan oleh pereduksi (proses oksidasi) dan diterima oleh pengoksidasi (proses reduksi). Reaksi Oksidasi adalah reaksi pelepasan elektron oleh suatu zat, sedangkan reaksi reduksi adalah pengambilan electron oleh suatu zat. Reaksi oksidasi ditandai dengan bertambahnya bilangan oksidasi sedangkan reduksi sebaliknya.

Kalium permanganat secara luas digunakan sebagai larutan standar oksidimetri dan sekaligus dapat bertindak sebagai indikatornya sendiri (autoindikator). Penentuan titik akhir titration didasarkan atas perubahan warna. Ion permanganat yang berwarna ungu menjadi Mn²⁺ yang tidak berwarna pada suasana asam H₂SO₄. Titik akhir titration ditandai dengan perubahan warna dari tidak berwarna menjadi berwarna merah muda karena kelebihan ion permanganat, satu tetes ion permanganat akan menimbulkan warna merah muda yang cukup jelas. Prinsip metode ini adalah reduksi ion permanganat menjadi Mn²⁺ dalam suasana asam yang ditunjukkan oleh reaksi sebagai berikut:

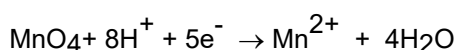


Selain itu, perlu diketahui bahwa larutan Kalium permanganat sebelum digunakan dalam proses permanganometri harus distandarisasi terlebih dahulu. Untuk menstandarisasi kalium permanganat dapat digunakan zat reduktor seperti asam oksalat, natrium oksalat, kalium tetraoksalat, dan lain-lain.

Larutan Kalium permanganate yang telah distandarkan dapat dipergunakan dalam 3 jenis titration, yaitu:

- a. Dipergunakan dalam suasana asam untuk titration langsung kation-kation atau ion-ion yang dapat dioksidasi. Zat-zat tersebut antara lain adalah Fe²⁺, Sn²⁺, Vo²⁺, C₂O₄²⁻, SO₃, H₂O₂, Mo, Ti, As .

Dalam suasana asam reaksi paro kalium permanganat adalah sebagai berikut:

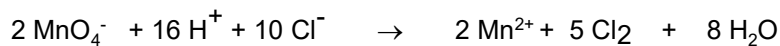


Potensial standar dalam larutan asam ini adalah sebesar (E⁰=1,51 volt). Jadi kalium permanganat merupakan oksidator yang sangat kuat. Dari persamaan reaksi di atas dapat diketahui bahwa berat ekivalen (BE) dari KMnO₄ adalah 1/5 dari berat

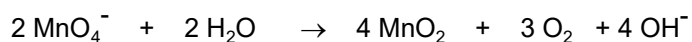
molekulnya, karena tiap mol kalium permanganat setara dengan 5 elektron sehingga valensinya 5 dan BE = 1/5 BM.

- b. Dipergunakan dalam suasana asam untuk titrasi tidak langsung zat-zat yang dapat direduksi (oksidator). Didalam tiap-tiap penentuan, sejumlah tertentu reduktor ditambahkan dengan larutan oksidator yang akan dianalisa, setelah reduksi sempurna, kelebihan reduktor dititrasi dengan larutan kalium permanganate standar. Beberapa zat yang dapat digunakan dengan cara ini antara lain; MnO_4 , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_2 , Mn_3O_4 , PbO_2 , PbO_3 , PbO_4 , Ce^{4+} .
- c. Digunakan dalam suasana netral atau basa untuk menitrasi beberapa zat. Dalam hal ini permanganate direduksi menjadi MnO_2 yang berbentuk endapan. Beberapa zat yang dapat ditentukan dengan cara ini adalah: Mn^{2+} , HCOOH .

Asam Sulfat merupakan asam yang paling cocok digunakan sebagai pelarutnya karena jika digunakan asam klorida maka kemungkinan akan terjadi reaksi seperti dibawah ini:



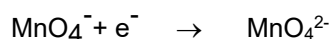
dengan demikian, sebagian permanganatnya digunakan untuk pembentukan klorin. Reaksi ini terutama terjadi dengan garam-garam besi. Adanya mangan dioksida dapat mempercepat peruraian permanganat karena mangan dioksida tersebut memperbanyak pembentukan mangan dioksida sehingga peruraian bertambah cepat. Ion-ion mangan juga dapat bereaksi dengan permanganat membentuk mangan dioksida menurut reaksi:



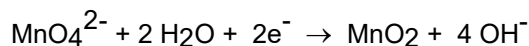
Dan sebagaimana dijelaskan di atas, reaksi ini dikatalisis oleh MnO_2 padat..

Kalium permanganat jika digunakan sebagai oksidator dalam larutan alkalis kuat, maka ada 2 kemungkinan reaksi, yaitu pertama:

reaksi yang berjalan relative cepat:



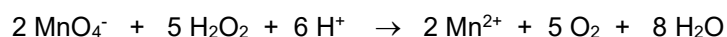
reaksi kedua yang berlangsung relative lambat:



Potensial standar reaksi yang pertama $E^\circ = 0,56$ volt, sedangkan pada reaksi kedua sebesar $E^\circ = 0,60$ volt. Dengan mengatur suasana sebaik-baiknya (misalnya menambah ion barium yang dapat membentuk endapan barium manganat) maka reaksi pertama dapat berjalan baik sekali.

Dalam membuat larutan baku kalium permanganat harus dijaga faktor-faktor yang dapat menyebabkan penurunan yang besar dari kekuatan larutan baku tersebut, antara lain dengan pemanasan dan penyaringan untuk menghilangkan zat-zat yang mudah dioksidasi.

Dalam penentuan kadar H_2O_2 menggunakan Metode Titrasi Alkalimetri, ion KMnO_4^- dalam suasana asam akan mengoksidasi H_2O_2 menjadi O_2 menurut reaksi sebagai berikut:



ALAT:

1. Buret 50 mL
2. Labu Erlenmeyer 250 mL
3. Labu Takar 100 mL, 250 mL, 1000 mL
4. Pipet Volume 5 mL, 10 mL, 25 mL
5. Pro pipet
6. Neraca Analitik
7. Gelas kimia
8. Spatula gelas, spatula logam

BAHAN:

1. KMnO_4
2. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
3. H_2SO_4
4. Aquades
5. Sampel H_2O_2

PROSEDUR KERJA

1. Pembuatan larutan baku

- a) Larutan baku primer $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Buat larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N dengan aquadest dalam labu ukur 100,0 mL. BE = 1/2 BM, BM = 214

- b) Larutan baku sekunder ($\text{KMnO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) BE = 1/5 BM

KMnO_4 merupakan oksidator kuat sehingga harus ditimbang dalam kaca arloji. Buat larutan baku sekunder $\text{KMnO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi 0,1N sebanyak 1L dengan aquadest. Larutan dididihkan selama 15-20 menit, kemudian saring dengan *glasswool*. Filtrat ditampung dalam botol bersih bebas lemak dan ditutup. Bila selama penyimpanan terbentuk lagi endapan, maka harus disaring lagi sebelum distandarkan.

2. Pembakuan larutan KMnO_4

Pipet 10 mL asam oksalat, masukkan ke dalam erlenmeyer. Tambahkan 6 mL H_2SO_4 4N, panaskan pada temperatur 80-90°C. Titrasi dengan larutan KMnO_4 sampai terbentuk warna rose. Catat volume KMnO_4 , lakukan titrasi triplo dan hitung hasil pembakuan.

3. Penetapan kadar sampel

Pipet 2 mL larutan sampel, masukkan ke dalam labu erlemeyer yang berisi 20 mL aquades. Tambahkan 10 mL H_2SO_4 4N, Titrasi dengan larutan KMnO_4 0,1 N LV sampai terbentuk warna rose. Catat volume KMnO_4 , lakukan titrasi minimal duplo.

1 ml KMnO_4 0,1 N setara dengan 1,701 mg H_2O_2

PRAKTIKUM 3

IODIMETRI DAN IODOMETRI

TUJUAN

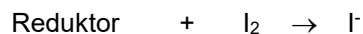
1. Memahami metode analisis, teknik analisis, dan prosedur analisis Titrasi Iodimetri dan Titrasi Iodometri.
2. Menetapkan kadar senyawa asam askorbat dengan Titrasi Iodimetri dalam sampel tablet vitamin C dan perasan simplisia segar jeruk.
3. Menetapkan kadar senyawa CuSO_4 dengan Titrasi Iodometri.

TEORI DASAR

Titration redoks merupakan titration terhadap larutan analit yang merupakan suatu reduktor atau oksidator dengan titran yang berupa larutan zat standar oksidator atau reduktor. Prinsip yang digunakan dalam titration redoks adalah reaksi reduksi oksidasi atau dikenal dengan reaksi redoks. Reaksi redoks adalah reaksi yang melibatkan penangkapan dan pelepasan elektron, sehingga terjadi perubahan bilangan oksidasi. Titration redoks terdiri dari beberapa jenis. Penggolongan jenis titration redoks berdasarkan pada jenis oksidator maupun reduktor yang digunakan sebagai titran atau larutan standar. Kelima jenis titration redoks tersebut adalah permanganometri (Larutan standar KMnO_4), Bikromometri (Larutan standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), Bromometri (Larutan standar KBrO_3), serta Iodimetri (larutan standar I_2), dan Iodometri (larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Titration yang paling sering digunakan adalah Iodometri dan Iodimetri. Titration Iodometri atau tak langsung untuk suatu zat oksidator ditambah dengan KI dan Iodida yang dibebaskan dititrasi dengan larutan baku Natrium Tiosulfat, sedangkan titration Iodimetri atau secara langsung untuk suatu zat reduktor dititrasi secara langsung oleh Iodium.

1. IODIMETRI

Titration Iodimetri adalah salah satu titration redoks yang melibatkan Iodium. Titration Iodimetri merupakan titration langsung, suatu titration yang melibatkan reaksi langsung antara analit dengan zat pentitrasinya (larutan standar sekunder). Prinsip reaksi titration ini adalah:



Senyawa yang berfungsi sebagai reduktor adalah analit.

Beberapa ketentuan praktis pada Titration Iodimetri adalah sebagai berikut :

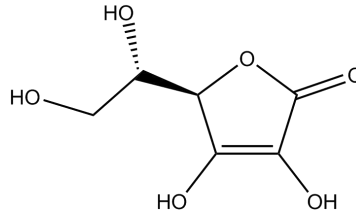
- Zat Pentitration atau titran: larutan standar sekunder adalah larutan I_2
- Indikatornya adalah amilum
- Titik akhir titrasinya ditunjukkan saat timbulnya warna biru.
- Larutan standar sekunder I_2 dapat distandarisasi dengan larutan standar primer As_2O_3 atau larutan standar sekunder $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang sudah distandarisasi.

Iodium merupakan oksidator yang relatif kuat. Untuk setengah reaksi :



E^0 adalah *Potensial Standar* setengah reaksi. Iodium akan mengoksidasi senyawa-senyawa yang mempunyai potensial standar lebih kecil. Sehingga titrasi iodimetri digunakan untuk menetapkan kadar senyawa-senyawa yang mempunyai potensial standar lebih kecil.

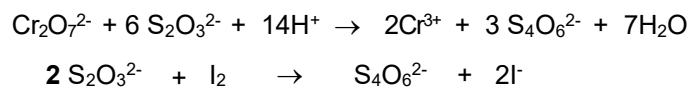
Dalam Farmakope Indonesia, titrasi iodimetri digunakan untuk menetapkan kadar: asam askorbat, natrium askorbat, metampiron (antalgin), serta natrium tiosulfat dan sediaan injeksinya.



Struktur asam askorbat (vitamin C)

Asam askorbat (vitamin C) mempunyai potensial standar (E^0) yang lebih kecil dari pada iodium sehingga penetapan kadarnya dapat dilakukan dengan cara titrasi langsung dengan iodium (titrasi iodimetri). Asam askorbat dioksidasi oleh iodium menjadi asam dihidroaskorbat.

Reaksi pembakuan



Reaksi penetapan kadar

Tugas: Tuliskan reaksi yang terjadi pada penetapan kadar asam askorbat dengan metode iodimetri. Dan catat metode penetapan kadar asam askorbat menurut Farmakope Indonesia.

2. IODOMETRI

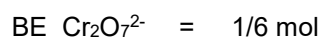
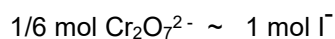
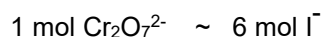
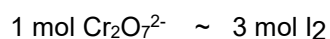
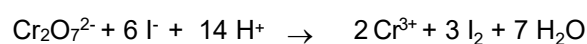
Titrasi iodometri adalah salah satu titrasi redoks yang melibatkan iodium. Titrasi iodometri disebut juga titrasi tidak langsung yang dapat digunakan untuk menetapkan senyawa-senyawa yang mempunyai potensial oksidasi yang lebih besar dari pada sistem iodium-iodida atau senyawa-senyawa yang bersifat oksidator seperti $CuSO_4 \cdot 5H_2O$. Pada iodometri, sampel yang bersifat oksidator direduksi dengan kalium iodide berlebihan dan akan menghasilkan iodium yang selanjutnya dititrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat. Banyaknya volume Natrium tiosulfat yang digunakan sebagai titran setara dengan banyaknya analit di dalam sampel.

Pada titrasi iodometri perlu diawasi pHnya. Larutan harus dijaga supaya pHnya lebih kecil dari 8 karena dalam lingkungan yang alkalis iodium bereaksi dengan hidoksida membentuk iodide dan hipoyodit dan selanjutnya terurai menjadi iodide dan iodat yang akan mengoksidasi tiosulfat menjadi sulfat, sehingga reaksi berjalan tidak kuantitatif.

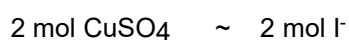
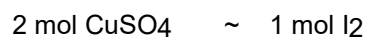
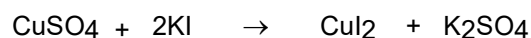
Adanya konsentrasi asam yang kuat dapat menaikkan oksidasi potensial anion yang mempunyai oksidasi potensial yang lemah sehingga direduksi sempurna oleh iodida. Dengan pengaturan pH yang tepat dari larutan maka dapat diatur jalannya reaksi dalam oksidasi atau reduksi dari senyawa.

Indikator yang digunakan dalam titrasi ini adalah amilum. Amilum tidak mudah larut dalam air serta tidak stabil dalam suspensi dengan air, membentuk kompleks yang sukar larut dalam air bila bereaksi dengan iodium, sehingga tidak boleh ditambahkan pada awal titrasi. Penambahan amilum ditambahkan pada saat larutan berwarna kuning pucat dan dapat menimbulkan titik akhir titrasi yang tiba-tiba. Titik akhir titrasi ditandai dengan terjadinya hilangnya warna biru dari larutan menjadi bening.

Reaksi pembakuan



Reaksi penetapan kadar



ALAT:

1. Buret 50 mL
2. Labu Erlenmeyer 250 mL
3. Labu Takar 100 mL, 250 mL, 1000 mL
4. Pipet Volume 5 mL, 10 mL, 25 mL
5. Pro pipet
6. Neraca Analitik
7. Gelas kimia
8. Spatula gelas, spatula logam

BAHAN:

1. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
2. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
3. Amilum
4. Iodium I_2
5. H_2SO_4
6. KI
7. Aquades
8. Perasan jeruk
9. Tablet vitamin C
10. CuSO_4

PROSEDUR KERJA

1. Pembuatan larutan

- a) Larutan indikator amilum 1%
Timbang 1 g amilum, suspensikan dengan aquades 100 ml. Panaskan sampai mendidih dan larut. Simpan pada botol wadah yang sesuai.
- b) H_2SO_4 6 N
Ambil 200 ml aquades dalam gelas kimia 500 ml. Tambah 83,3 ml H_2SO_4 pekat (36 N) lewat dinding. Tambahkan aquades sampai 500 ml.
- c) Larutan Baku Primer $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,1 N
Timbang 1,225 gram $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ masukkan kedalam gelas kimia 100 ml, larutkan dengan 50 ml aquades. Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 250 ml, tambahkan aquades sampai tanda batas.
- d) Larutan baku sekunder $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N
Timbang 24,8 gram Natrium thiosulfat masukkan kedalam gelas kimia 100 ml, larutkan dengan 50 ml aquades. Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 1000 ml, tambahkan aquades sampai tanda batas.
- e) Larutan baku sekunder I_2 0,1 N
Masukkan ke dalam botol timbang +/- 20 gram KI dan 5 ml aquades. Biarkan sebentar agar temperatur larutan sama dengan temperatur kamar. Tutup dan timbang teliti. Masukkan ke dalam botol timbang tadi 6 sampai dengan 6,5 gram I_2 murni. Tutup dan timbang teliti.
Pindahkan secara kuantitatif larutan ke dalam labu takar 500 ml bertutup kaca melalui corong. Tambahkan aquades hingga tanda batas kocok hingga homogen. Simpan larutan botol warna coklat bertutup kaca.

2. Pembakuan larutan baku

- a) Pembakuan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
Pipet 10 ml $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, tambahkan 1 gram KI, tambahkan 25 ml H_2SO_4 6 N, Segera tutup erlenmeyer dengan plastik. Titrasi dengan larutan Natrium thiosulfat 0,1 N sampai warna kuning, tambahkan 1 ml amilum 1% lanjutkan titrasi sampai warna biru hilang. Lakukan minimal duplo.
- b) Pembakuan larutan I_2 dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N
Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang telah dibakukan dengan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dapat digunakan untuk membakukan larutan baku sekunder I_2 . Lakukan minimal duplo.
Pipet 10 ml I_2 , tambahkan 1 gram KI. Tambahkan 1 ml H_2SO_4 6 N. Titrasi dengan larutan natrium thiosulfat 0,1 N sampai warna kuning jerami, tambahkan 1 ml amilum 1% lanjutkan titrasi sampai warna biru hilang. Lakukan minimal duplo.

3. Penetapan kadar sampel

- a) Penetapan kadar asam askorbat dalam tablet/serbuk vitamin C

Timbang dan serbukkan 10 tablet. Timbang seksama serbuk setara dengan 200 mg Vitamin C. Masukkan dalam labu erlenmeyer. Larutkan dalam 100 ml aquades dan 5 ml H_2SO_4 6 N dan tambah 1 mL indikator amilum 1%. Titrasi dengan larutan I_2 hingga warna biru stabil. Lakukan minimal duplo.

1 ml Larutan I_2 0,1 N setara dengan 8,806 mg Vitamin C

- b) Penetapan kadar asam askorbat dalam perasan jeruk

Pipet secara kuantitatif 20,0 mL perasan jeruk. Masukkan dalam labu erlenmeyer. Bilas pipet dengan sejumlah aquades dan masukkan dalam erlenmeyer sampel. Tambahkan 50 mL aquades dan 5 ml H_2SO_4 6 N dan tambah 1 mL indikator amilum 1%. Titrasi dengan larutan I_2 hingga warna biru stabil. Lakukan minimal duplo.

- c) Penetapan kadar sampel CuSO_4

Pipet 10 mL larutan sampel CuSO_4 , masukkan ke dalam labu erlemeyer. Tambahkan 2 mL H_2SO_4 6N dan 1g Kalium Iodida, titrasi cepat-cepat dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampai larutan berwarna kuning, tambahkan 2 mL amylum dan titrasi dilanjutkan sampai terjadi perubahan warna dari biru menjadi tidak berwarna. Lakukan minimal duplo.

PRAKTIKUM 4

KOMPLEKSOMETRI

TUJUAN

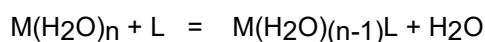
1. Memahami teknik analisis, metode analisis, dan prosedur analisis Titrasi Kompleksometri.
2. Menentukan kadar Magnesium Sulfat dan Kalsium Karbonat.

TEORI DASAR

Titration kompleksometri adalah suatu analisis volumetrik berdasarkan reaksi pembentukan senyawa kompleks antara ion logam dengan zat pembentuk kompleks (ligan). Ligan yang banyak digunakan adalah Dinatrium Etilen Diamin Tetra Asetat (NA₂EDTA). EDTA sebagai titran adalah senyawa asam berproton empat yang sering ditulis sebagai H₄Y. Di dalam pelarut air, senyawa ini (H₄Y) dapat terdisosiasi menjadi beberapa spesi (H₃Y⁻, H₂Y²⁻, HY³⁻, dan Y⁴⁻) dengan komposisi yang bergantung pada pH larutan. Pada titration pembentukan kompleks, ion-ion logam bereaksi dengan spesi Y⁴⁻ karena spesi ini merupakan spesi paling basa dibanding dengan spesi lainnya.

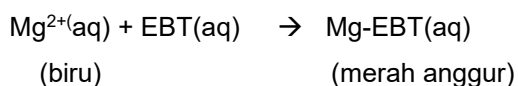
Salah satu tipe reaksi kimia yang berlaku sebagai dasar penentuan titrimetric melibatkan pembentukan (formasi) kompleks atau ion kompleks yang larut namun sedikit terdisosiasi. Kompleks yang dimaksud di sini adalah kompleks yang dibentuk melalui reaksi ion logam, sebuah kation, dengan sebuah anion atau molekul netral (Basset, 1994)

Titration kompleksometri juga dikenal sebagai reaksi yang meliputi reaksi pembentukan ion-ion kompleks ataupun pembentukan molekul netral yang terdisosiasi dalam larutan. Persyaratan mendasar terbentuknya kompleks demikian adalah tingkat kelarutan tinggi. Selain titration kompleks biasa seperti diatas, dikenal pula kompleksometri yang dikenal sebagai titration kelatometri, seperti yang menyangkut penggunaan EDTA. Gugus yang terikat pada ion pusat, disebut ligan, dan dalam larutan air, reaksi dapat dinyatakan oleh persamaan:

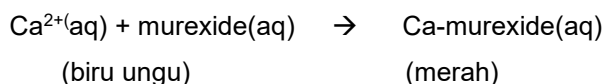


Titration kompleksometri dilakukan dengan beberapa cara tergantung dari reaksi yang terjadi antara senyawa uji dengan baku primer atau baku sekunder diantaranya :titration langsung; titration kembali; titration substitusi; titration tidak langsung; dan titration alkalimetri.

Pada analisis Magnesium Sulfat menggunakan indikator EBT sehingga larutan menjadi merah anggur, ketika semua ion Mg²⁺ telah lepas dari EBT dan membentuk kompleks dengan EDTA maka larutan yang awalnya merah akan berubah warna menjadi biru.



Pada analisis Kalsium Karbonat menggunakan Indikator Murexid. Indikator murexide pada pH di atas 11 akan berwarna biru ungu. Ketika semua ion Ca^{2+} telah lepas dari murexide dan membentuk kompleks dengan EDTA maka larutan yang awalnya merah akan berubah warna menjadi ungu.



Teknik Titrasi Kompleksometri

1. Titrasi Langsung

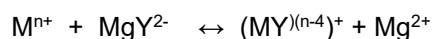
Larutan yang mengandung ion logam yang akan ditetapkan, diberi buffer sampai pH yang dikehendaki dan titrasi langsung dengan larutan baku EDTA. Untuk mencegah pengendapan hidroksida logam (garam basa) dengan menambahkan sedikit zat pengkompleks pembantu seperti tartrat atau sitrat atau trietanolamina. Pada titik ekuivalen, besarnya konsentrasi ion logam yang sedang ditetapkan turun mendadak. Ini umumnya ditetapkan dari perubahan warna dari indikator logam yang berespons (Basset, dkk., 1991).

2. Titrasi Balik (Tidak Langsung)

Karena berbagai alasan, banyak logam tak dapat dititrasi langsung, mungkin mengendap dari dalam larutan dalam jangkau pH yang perlu untuk dititrasi, atau mungkin membentuk kompleks-kompleks yang inert, atau indikator logam yang sesuai tidak tersedia. Dalam hal ini ditambahkan larutan baku EDTA berlebih, kemudian larutan diberi larutan buffer pada pH yang diinginkan, dan kelebihan pereaksi dititrasi kembali dengan larutan baku ion logam; yaitu larutan ZnCl_2 / ZnSO_4 atau MgCl_2 / MgSO_4 . Titik akhir titrasi dideteksi dengan bantuan indikator logam yang memberi respon terhadap ion logam yang terdapat dalam titrasi kembali (Basset, dkk., 1991).

3. Titrasi Penggantian (Substitusi)

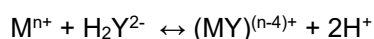
Titrasi substitusi dapat digunakan untuk ion logam yang tidak bereaksi (bereaksi dengan tak memuaskan) dengan indikator logam, atau untuk ion logam yang membentuk kompleks EDTA yang lebih stabil dari pada kompleks EDTA dari logam-logam lainnya seperti magnesium dan kalsium. Kation logam M^{n+} yang akan ditetapkan dapat diolah dengan kompleks magnesium EDTA, pada mana reaksi berikut terjadi:



Jumlah ion magnesium yang dibebaskan ekuivalen dengan kation-kation yang berada disitu, dapat dititrasi dengan suatu larutan baku EDTA dan indikator logam yang sesuai (Basset, dkk., 1991).

4. Titrasi Alkalimetri

Bila suatu larutan dinatrium etilenadiaminatetraasetat ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$), ditambahkan pada larutan yang mengandung ion- ion logam, terbentuklah kompleks-kompleks dengan disertai pembebasan dua ekuivalen ion hidrogen:



Ion hidrogen yang dibebaskan dapat dititrasi dengan larutan baku natrium hidroksida dengan menggunakan indikator asam-basa. Pilihan lain, suatu campuran iodat-iodida ditambahkan disamping larutan EDTA, dan iod yang dibebaskan dititrasi dengan larutan baku tiosulfat. Larutan logam yang akan ditetapkan harus dinetralkan dengan tepat sebelum dititrasi; ini hal yang sukar yang disebabkan oleh hidrolisis banyak garam, dan merupakan segi lemah dari titrasi alkalimetri (Basset, dkk 1991).

ALAT:

1. Buret 50 mL
2. Labu Erlenmeyer 250 mL
3. Labu Takar 100 mL, 250 mL, 1000 mL
4. Pipet Volume 5 mL, 10 mL, 25 mL
5. Pro pipet
6. Neraca Analitik
7. Gelas kimia
8. Spatula gelas, spatula logam
9. pH meter

BAHAN:

1. CaCO_3
2. Na_2EDTA
3. Ammonium klorida
4. Ammonium hidroksida
5. HCl
6. KOH
7. EDTA
8. Eriochrom BlackT
9. Murexide
10. NaCl
11. Sampel MgSO_4
12. Sampel kalk (kalsium laktat)

PROSEDUR KERJA

1. Pembuatan larutan

- a. Buffer salmiak/amonia pH 10

Larutkan 16,9 gram Ammonium klorida (NH_4Cl) dalam 143 ml Ammonium hidroksida/Amonia pekat. Encerkan dengan aquades. *Adjust* pH menjadi 10 dengan penambahan HCl atau NH_4OH . *Adjust* volume sampai 250,0 ml dengan aquades.

- b. Larutan EDTA 0,05 N

Timbang 9,307 g EDTA masukkan kedalam gelas kimia 200 ml, larutkan dengan 100 ml aquades. Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 500 ml, tambahkan aquades sampai tanda batas.

- c. Larutan CaCO_3 0,05 N

Timbang teliti 0,5 g serbuk kalsium karbonat anhidrit, CaCO_3 . Masukkan kedalam gelas kimia 100 ml. Melalui corong, tuangkan sedikit demi sedikit 1+1 HCl sampai semua CaCO_3 larut. Tambah 50 ml aquades, Pindahkan kedalam labu ukur 100 ml kemudian tambahkan aquades sampai tanda batas.

- d. Larutan Indikator

- Eriochrom BlackT (EBT)

1g EBT dihaluskan (digerus) dengan 100g NaCl kering, simpan dalam botol kering.

- Murexide

1g murexide ditambah NaCl 1:100, dihaluskan dan disimpan dalam botol kering.

2. Pembakuan larutan baku Na₂EDTA dengan CaCO₃

Pipet 10 mL larutan CaCO₃, masukkan kedalam Erlenmeyer. Tambahkan 1 mL dapar salmiak pH10 dan tambahkan ± 25 mg EBT. Titrasi dengan larutan Na₂EDTA sampai terjadi perubahan warna dari anggur merah menjadi biru. Catat volume Na₂EDTA, lakukan titrasi minimal duplo.

3. Penetapan kadar sampel

a. Penetapan Kadar Magnesium

Pipet 10 mL MgSO₄ masukkan ke dalam Erlenmeyer, tambahkan 1mL larutan dapar salmiak pH10 dan indikator EBT. Titrasi dengan Na₂EDTA pada suhu 40°C sampai terjadi perubahan dari merah anggur menjadi biru. Lakukan minimal duplo.

b. Penetapan kadar Kalsium

Pipet 10 mL larutan kalsium masukkan kedalam Erlenmeyer, tambahkan KOH 2M sampai netral, tambahkan 25 mg murexide dan titrasi dengan larutan Na₂EDTA menjelang titik akhir titrasi (TAT). Penambahan larutan peniter pelan-pelan sampai terjadi perubahan warna dari merah menjadi ungu. Lakukan minimal duplo.

PRAKTIKUM 5

ARGENTOMETRI

TUJUAN

1. Memahami teknik analisis, metode analisis, dan prosedur analisis Titrasi Argentometri
2. Menentukan kadar Amonium Klorida dan Efredin HCl

TEORI DASAR

Argentometri merupakan metode umum untuk menetapkan kadar halogenida dan senyawa-senyawa lain yang membentuk endapan dengan perak nitrat (AgNO_3) pada suasana tertentu. Metode Titrasi Argentometri disebut juga dengan Metode Titrasi Pengendapan karena pada titrasi argentometri memerlukan pembentukan senyawa yang relative tidak larut atau endapan.

Metode Titrasi Argentometri yang lebih luas lagi digunakan adalah teknik titrasi kembali. Perak nitrat (AgNO_3) berlebih ditambahkan ke dalam sampel yang mengandung ion klorida atau bromide. Selanjutnya sisa AgNO dititrasi kembali dengan Ammonium Tiosianat menggunakan indicator Besi(III) Ammonium Sulfat.

Titrasi Argentometri terbagi menjadi beberapa metoda, diantaranya adalah:

1. Metode Mohr : Metode ini dapat digunakan untuk menetapkan kadar klorida dan bromide dalam suasana netral dengan larutan baku perak nitrat dengan penambahan larutan kalium kromat sebagai indikator. Pada permulaan titrasi akan terjadi endapan perak klorida sampai mencapai titik ekuivalen. Setelah titik ekivalen penambahan sedikit perak nitrat akan bereaksi dengan kromat membentuk endapan perak kromat yang berwarna merah bata.
2. Metode Volhard : Perak dapat ditetapkan secara teliti dalam suasana asam dalam larutan baku kalium atau ammonium tiosianat, kelebihan tiosianat dapat ditetapkan secara jelas dengan garam besi (III) nitrat atau besi (III) ammonium sulfat sebagai indikator yang membentuk warna merah dari kompleks besi (III) tiosianat.
3. Metode Fajans : pada metode ini digunakan indikator absorpsi, sebagai kenyataan bahwa pada titik ekuivalen indikator terabsorpsi oleh endapan. Indikator ini tidak memberikan perubahan warna kepada larutan, tetapi pada permukaan endapan.

Secara singkat perbedaan ketiga metode di atas diringkas dalam tabel berikut :

Tabel 1 Perbedaan Metode Titrasi Argentometri Mohr , Volhard, dan Fajans

	Metode Mohr	Metode Volhard	Metode Fajans
Pinsip dasar	titrasi larutan ion Cl ⁻ oleh larutan baku AgNO ₃ , indicator K ₂ CrO ₄	Larutan sampel Cl ⁻ , Br ⁻ , I ⁻ /SCN ⁻ diperlakukan dengan larutan baku AgNO ₃ berlebih. Kelebihan dititrasi kembali dengan KSCN	Larutan sampel Cl ⁻ , Br ⁻ , I ⁻ /SCN ⁻ dititrasi dengan larutan baku AgNO ₃
Indicator	Larutan K ₂ CrO ₄ , (titran ialah AgNO ₃)	larutan Fe ³⁺ /larutan Fe(II), (titran ialah KSCN atau NH ₄ SCN)	Indicator adsorbs seperti eosin fluorosein, difluorosein
Persamaan reaksi	Ag ⁺ + Cl ⁻ → AgCl Ag ⁺ + CrO ₄ ²⁻ → Ag ₂ CrO ₄ (coklat kemerahan)	Ag ⁺ + X ⁻ → AgX Ag ⁺ + SCN ⁻ → AgSCN (putih) Fe ³⁺ + SCN ⁻ → Fe(SCN) ²⁺ merah darah	Ag ⁺ + X ⁻ → AgX AgX//Ag ⁺ + eosin → AgX/Ag-eosinat (biru kemerahan).
Syarat	[CrO ₄ ²⁻] = 1.1 x 10 ⁻² M [CrO ₄ ²⁻] > 1.1 x 10 ⁻² M Terjadi sebelum TE dan sebaliknya. pH=6-8 Jika pH<6 [CrO ₄ ²⁻] berkurang. 2H ⁺ + 2CrO ₄ ²⁻ → 2HCrO ₄ ⁻ + Cr ₂ O ₇ ²⁻ + H ₂ O. Jika pH > 10 akan membentuk AgOH / Ag ₂ O	Dalam suasana asam nitrat. khusus penentuan I ⁻ indicator baru diberikaan setelah ion I ⁻ mengendap semua, karena I ⁻ dapat dioksidasikan oleh Fe ³⁺	Adsorbs harus terjadi sesudah TE. Tida ada garam lain yang menyebabkan koagulasi. Dapat digunakan pada pH=4. Endapan berupa koloidal.
Penggunaan	Penentuan Cl ⁻ atau Br ⁻ . Sedangkan I ⁻ tak dapat ditentukan karena I ⁻ terabsorbsi kuat oleh endapan, sama untuk SCN ⁻ .	Penentuan Cl ⁻ , Br ⁻ , I ⁻ , SCN ⁻	Penentuan Cl ⁻ , Br ⁻ , I ⁻ , SCN ⁻

Penetapan Titik Akhir Dalam Reaksi Pengendapan

1. Pembentukan suatu endapan berwarna. Hal ini dapat diilustrasikan dengan prosedur mohr untuk penetapan klorida dan bromide. Pada titrasi suatu larutan netral dari ion klorida dengan larutan perak nitrat, sedikit larutan kalium kromat ditambahkan untuk berfungsi sebagai indikator. Pada titik akhir, ion kromat ini bergabung dengan ion perak untuk membentuk perak kromat merah yang sangat sedikit sekali dapat larut. Titrasi ini hendaknya dilakukan dalam suasana netral atau sangat sedikit sekali basa, yakni dalam jangkauan pH 6,59.
2. Pembentukan suatu senyawaan berwarna yang dapat larut. Contoh prosedur ini adalah metode volhard untuk titrasi perak dengan adanya asam nitrat bebas dengan larutan kalium atau ammonium tiosianat standar. Indikatornya adalah larutan besi (III) ammonium sulfat. Penambahan larutan tiosianat menghasilkan mula-mula endapan perak klorida. Kelebihan tiosianat yang paling sedikitpun akan menghasilkan pewarnaan coklat kemerahan, disebabkan oleh terbentuknya suatu ion kompleks. Metode ini dapat diterapkan untuk penetapan klorida, bromide dan iodide dalam larutan asam. Larutan perak nitrat standar berlebih ditambahkan dan kelebihannya dititrasi balik dengan larutan tiosianat standar.
3. Penggunaan indikator adsorpsi. Aksi dari indikator-indikator ini disebabkan oleh fakta bahwa pada titik ekuivalen, indikator itu diadsorpsi oleh endapan dan selama proses adsorpsi terjadi suatu perubahan dalam indikator yang menimbulkan suatu zat dengan warna berbeda, maka dinamakan indikator adsorpsi. Zat-zat yang digunakan adalah zat-zat warna asam, seperti warna deret flouresein misalnya flouresein an eosin yang digunakan sebagai garam natriumnya. Untuk titrasi klorida, boleh dipakai flouresein. Suatu larutan perak klorida dititrasi dengan larutan perak nitrat, perak klorida yang mengendap mengadsorpsi ion-ion klorida. Ion flouresein akan membentuk suatu kompleks dari perak yang merah jambu.

Dalam dunia farmasi, metode argentometri dapat digunakan dalam penetapan kadar suatu sediaan obat. Contohnya ammonium klorida, fenderol hidrobromida, kalium klorida, klorbutanol, meftalen, dan sediaan tablet lainnya.

Pada praktikum ini hanya akan dilakukan menggunakan metoda Mohr untuk penetapan kadar halogen (klorida).

ALAT:

1. Buret 50 mL
2. Labu Erlenmeyer 250 mL
3. Labu Takar 100 mL, 250 mL, 1000 mL
4. Pipet Volume 5 mL, 10 mL, 25 mL
5. Pro pipet

BAHAN:

1. NaCl
2. AgNO₃
3. Indikator K₂CrO₄
4. Sampel NH₄Cl
5. Sampel Efedrin HCl

6. Neraca Analitik
 7. Gelas kimia
 8. Spatula gelas, spatula logam
6. Sampel Papaverin HCl

PROSEDUR KERJA

1. Pembuatan larutan

- a. Larutan Baku Primer NaCl 0,1 N
Ditimbang dengan teliti NaCl pa sebanyak yang dibutuhkan dan larutkan dalam aquadest sebanyak yang dibutuhkan.
- b. Larutan Baku Sekunder AgNO₃ 0,1 N
Larutkan AgNO₃ dengan aquadest, simpan dalam botol coklat.
- c. Indikator K₂CrO₄
Larutan 5% b/v, diambil 1 mL untuk volume air 50-100 mL. Apabila padatan buat larutan K₂CrO₄ 0,1% dengan melarutkan K₂CrO₄ dengan aquadest.

2. Pembakuan larutan baku AgNO₃ 0,1 N

Pipet 10 mL NaCl, masukkan kedalam Erlenmeyer tambahkan 4-5 tetes indikator K₂CrO₄ kemudian dititrasi dengan larutan AgNO₃ (dikocok cepat terutama menjelang titik akhir titrasi), sampai terbentuk endapan merah bata. Catat volume AgNO₃, lakukan titrasi minimal duplo.

3. Penetapan kadar sampel

- a. Penetapan Kadar Amonium Klorida (NH₄Cl)
Ditimbang seksama ±100 mg sampel, larutkan dalam 100 ml air, dipipet 10 ml larutan kedalam erlenmeyer 250 ml, ditambahkan larutan sampel dengan 0,5-1 ml larutan K₂CrO₄ 5%, dititrasi larutan dengan larutan AgNO₃ 0,1 N hingga titik akhir tercapai, dihitung kadar amonium klorida. Lakukan minimal duplo.
- b. Penetapan Kadar Efedrin HCl
Ditimbang 250 mg efedrin HCl, dilarutkan dengan aquadest sebanyak 250 ml, dipipet 20 ml larutan Efedrin HCl, ditambahkan 3 tetes indikator K₂CrO₄, dititrasi dengan larutan AgNO₃ hingga terjadi perubahan warna dari kuning sampai terbentuk endapan merah bata. Lakukan minimal duplo.
- c. Penetapan Papaverin HCl
Ditimbang seksama sampel papaverin HCl yang setara dengan 10 ml AgNO₃ 0,1 N, larutkan dengan 100 ml air suling, tambahkan indikator K₂CrO₄ 0,005 M dan titrasi dengan AgNO₃ 0,1 N. Titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna dari kuning menjadi merah coklat atau merah bata. Lakukan minimal duplo.

DAFTAR PUSTAKA

1. Bassett, J. 1994. Buku Ajar Vogel : Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Buku Kedokteran : EGC. Jakarta.
2. H. Cartika. 2017. Kimia Farmasi II. Kemenkes RI.
3. N. Marfira, E.A. Zuhra, P. Julistia P. 2018. Penentuan Kadar Vitamin C. Bogor: FMIPA IPB.
4. Dirjen Binfar dan Alkes. 2014. Farmakope Indonesia V. Kemenkes RI.
5. DirJen POM. 1995. Farmakope Indonesia IV. DepKes RI.
6. Gandjar, I. G. dan A. Rohman. 2007. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
7. Tim Penyusun. 2018. Panduan Praktikum Kimia Analisis Volumetri. Cirebon: Stikes An Nasher.
8. S. Hamdani, dkk. 2012. Panduan Praktikum Kimia Analisis. Bandung: Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia.
9. Watson, D. 2010. Analisis Farmasi. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.