

**ANALISIS SULFADIAZIN**  
DENGAN METODE  
**SPEKTROFOTOMETRI**  
**ULTRAVIOLET**

Dian Purwita Sari, M.Biotech.  
STIKES NOTOKUSUMO YOGYAKARTA  
November 2020



## Spektrofotometri UV

Sampel: Sulfadiazin

Solven: Etanol

$E^{1\%}_{1\text{cm}}$ , 270 nm: 844

### 1. Scanning lamda maks.

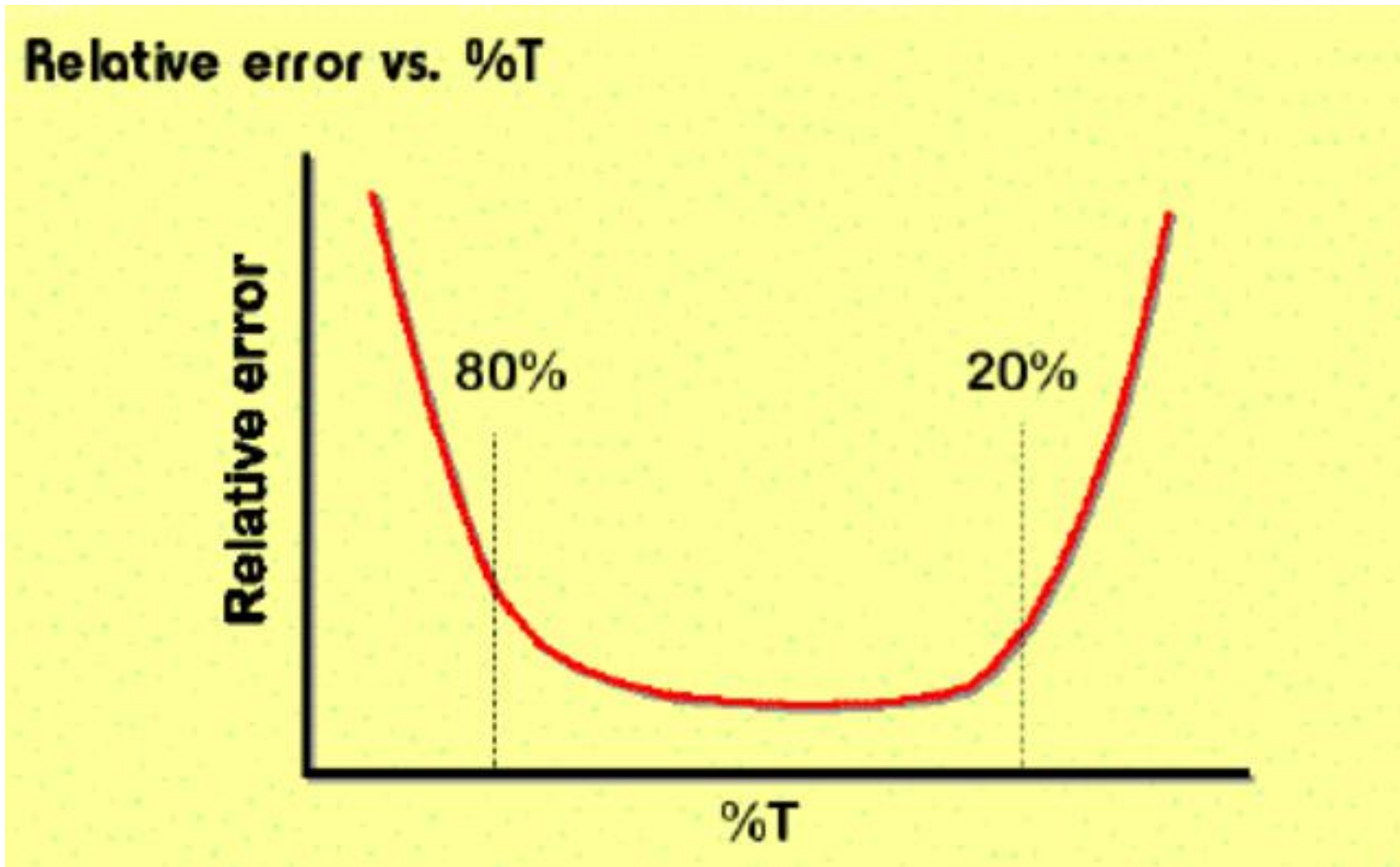
## Paralel

Berbagi tugas tiap kelompok

2. Membuat Kurva Baku

3. Mengukur sampel.

# Pengukuran Absorbans



# Catatan dan Kalkulasi Data

$$E_{1cm}^{1\%} = 844$$
$$10.000 \text{ ppm} = 844$$

## KURVA BAKU, kadar Li 3 ppm

No	Ambil Li (mL)	+ Etanol hingga (mL)	Kadar (mg/25 mL)	Pengenceran	X	Y
					Kadar (ppm)	Absorban yang terbaca
1.	5	10,0		2x	1,5	0,125
2.	25	25,0			3	0,258
3.		25,0			6	0,536

Lamda max: 290 nm

$$V1.M1 = V2.M2$$

Persamaan Kurva Baku:  $y = bx + a$        $R^2: xxxx$

Absorbansi sampel: Replikasi 1, 2,3

Kadar sampel: Perhatikan faktor pengenceran.

# Catatan dan Kalkulasi Data

$$E_{1cm}^{1\%} = 844$$
$$10.000 \text{ ppm} = 844$$

KURVA BAKU, kadar Li 1000 ppm

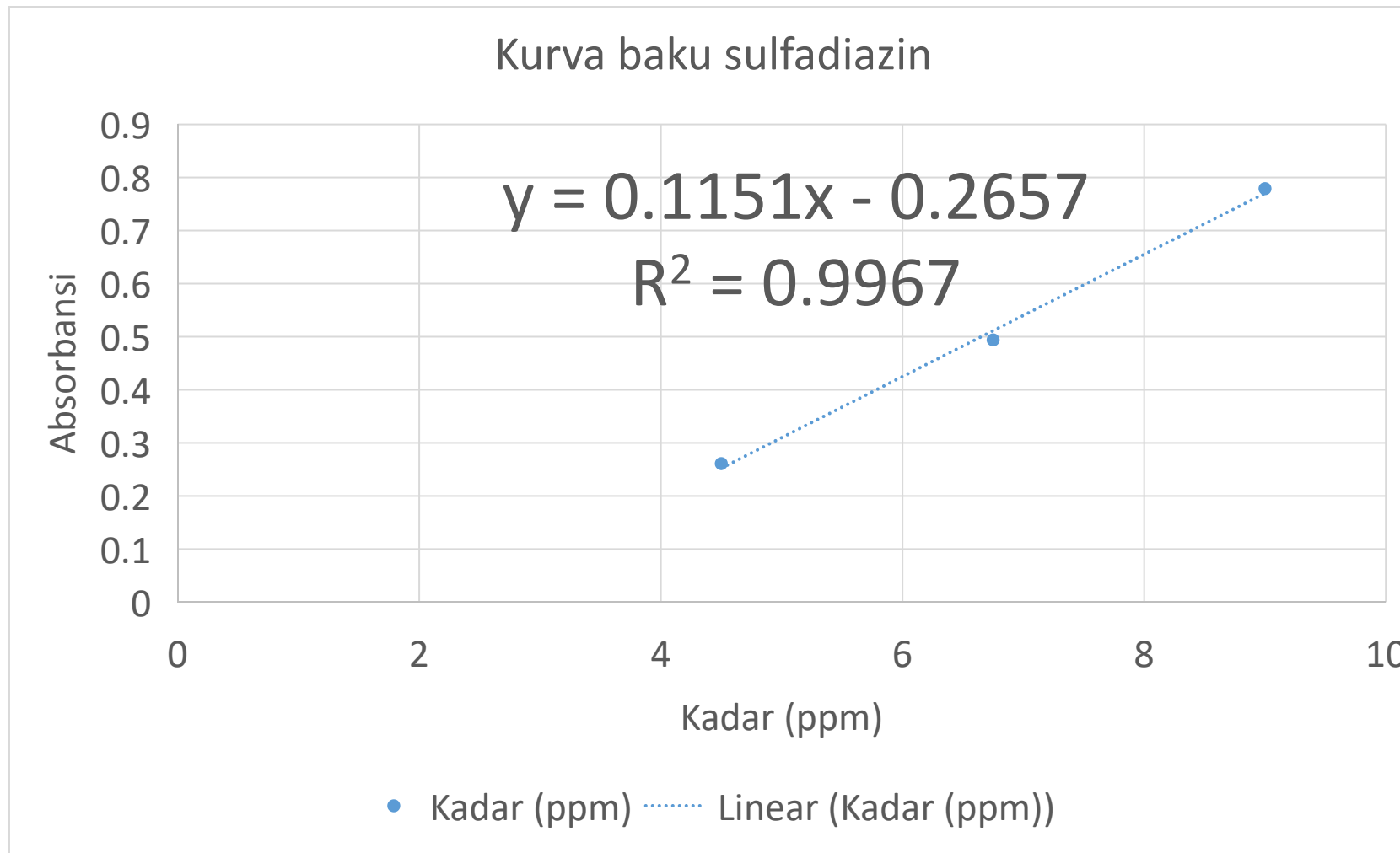
No	Ambil Li ( $\mu\text{L}$ )	+ Etanol hingga (mL)	Kadar (mg/25 mL)	X Kadar (ppm)	Perkiraan absorban	Y Absorban yang terbaca
1.	50	25,0		2	0,16xx	
2.	100	25,0		4	0,33xx	
3.	150	25,0		6	0,50xx	
4.	200	25,0		8	0,67xx	
5.	250	25,0		10	0,84xx	

Persamaan Kurva Baku:  $y = bx + a$        $R^2: \text{xxxx}$

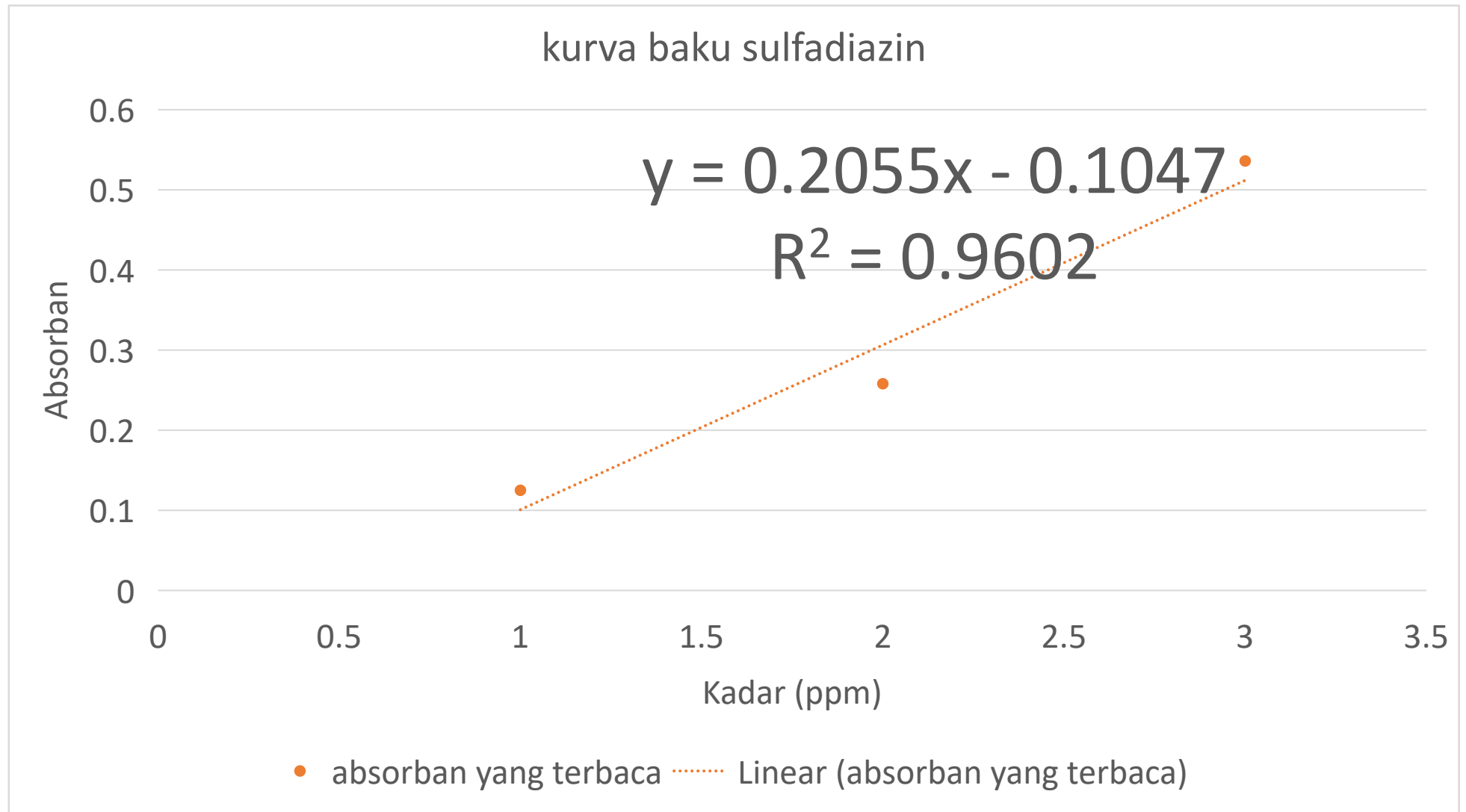
Absorbansi sampel: Replikasi 1, 2,3

Kadar sampel: Perhatikan faktor pengenceran.

# Kurva baku Grup A



# Kurva baku Grup B



# Catatan dan Kalkulasi Data

Kelompok A

- Pengukuran sampel: **Kelompok 1**

**Y**

**X**

Replikasi ke	Ambil sampel (mL)	+ Etanol hingga (mL)	Faktor pengenceran	Absorban yang terbaca	Kadar (ppm)
1	1	25,0	25x	0,704	
2	1	25,0	25x	0,739	
3	1	25,0	25x	0,782	
<b>Kadar rata-rata</b>					216,845

Persamaan Kurva Baku:  **$y = 0.1151x - 0.2657$**        **$R^2 = 0.9967$**



# Catatan dan Kalkulasi Data

Kelompok A

- Pengukuran sampel: **Kelompok 2**

**Y**

**X**

Replikasi ke	Ambil sampel (mL)	+ Etanol hingga (mL)	Faktor pengenceran	Absorban yang terbaca	Kadar (ppm)
1	2,5	25,0	10x	0,425	
2	2,5	25,0	10x	0,514	
3	2,5	25,0	10x	0,473	
<b>Kadar rata-rata</b>					63,97

Persamaan Kurva Baku:  **$y = Bx + A$**        **$R^2: XXX$**

# Catatan dan Kalkulasi Data

Kelompok A

- Pengukuran sampel: **Kelompok 3**

**Y**

**X**

Replikasi ke	Ambil sampel (mL)	+ Etanol hingga (mL)	Faktor pengenceran	Absorban yang terbaca	Kadar (ppm)
1	3	25,0		0,615	
2	3	25,0		0,594	
3	3	25,0		0,603	
<b>Kadar rata-rata</b>					<b>75,57</b>

Persamaan Kurva Baku:  **$y = Bx + A$**        **$R^2: XXX$**

# Catatan dan Kalkulasi Data

Kelompok B

- Pengukuran sampel: **Kelompok 1**

**Y**

**X**

Replikasi ke	Ambil sampel (mL)	+ Etanol hingga (mL)	Faktor pengenceran	Absorban yang terbaca	Kadar (ppm)
1			-	0.469	
2			-		
3			-		
<b>Kadar rata-rata</b>					

Persamaan Kurva Baku:  **$y = bx + a$**        **$R^2: xxxx$**

# Catatan dan Kalkulasi Data

Kelompok B

- Pengukuran sampel: **Kelompok 2**

**Y**

**X**

Replikasi ke	Ambil sampel (mL)	+ Etanol hingga (mL)	Faktor pengenceran	Absorban yang terbaca	Kadar (ppm)
1				0.691	<b>3,87 ppm</b>
2					
3					
<b>Kadar rata-rata</b>					

Persamaan Kurva Baku:  $y = bx + a$

$$y = 0,2055 x - 0,1047$$

$$0,691 = 0,2055 x - 0,1047$$

$$0,691 + 0,1047 = 0,2055 x$$

$$x = 0,7957/0,2055 = 3,87$$

# Catatan dan Kalkulasi Data

Kelompok B

- Pengukuran sampel: **Kelompok 3**

**Y**

**X**

Replikasi ke	Ambil sampel (mL)	+ Etanol hingga (mL)	Faktor pengenceran	Absorban yang terbaca	Kadar (ppm)
1				0,269	1.8185
2					
3					
<b>Kadar rata-rata</b>					

Persamaan Kurva Baku:  $y = bx + a$        $R^2: xxxx$

# Catatan dan Kalkulasi Data

- Bila **sampel 1**: disiapkan dari sampel tablet sulfadiazin.
  - a) Bobot tablet rata-rata **1,050 gram**
  - b) Digerus 10 tablet, kemudian ditimbang **75 mg** serbuk tablet dan dilarutkan dalam etanol hingga **250 mL**. Disaring untuk mengeliminasi zat eksipien tablet yang tidak larut.
  - c) Dengan hasil pengukuran kadar yang diperoleh, **berapa kandungan sulfadiazin tiap tablet?**
- Bila **sampel 2**: disiapkan dari sampel tablet sulfadiazin.
  - a) Bobot tablet rata-rata **925 mg**.
  - b) Digerus 10 tablet, kemudian ditimbang **65 mg** serbuk tablet dan dilarutkan dalam etanol hingga **500 mL**. Disaring untuk mengeliminasi zat eksipien tablet yang tidak larut.
  - c) Dengan hasil pengukuran kadar yang diperoleh, **berapa kandungan sulfadiazin tiap tablet?**

# Catatan dan Kalkulasi Data

Kelompok A

- Bila **sampel 1**: disiapkan dari sampel tablet sulfadiazin.
  - a) Bobot tablet rata-rata **1,050 gram**
  - b) Digerus 10 tablet, kemudian ditimbang **115 mg** serbuk tablet dan dilarutkan dalam etanol hingga **250 mL**. Disaring untuk mengeliminasi zat eksipien tablet yang tidak larut.
  - c) Dengan hasil pengukuran kadar yang diperoleh, **berapa kandungan sulfadiazin tiap tablet?** XXXXXXXXXX
  
- Bila **sampel 2**: disiapkan dari sampel tablet sulfadiazin.
  - a) Bobot tablet rata-rata **925 mg**.
  - b) Digerus 10 tablet, kemudian ditimbang **120 mg** serbuk tablet dan dilarutkan dalam etanol hingga **500 mL**. Disaring untuk mengeliminasi zat eksipien tablet yang tidak larut.
  - c) Dengan hasil pengukuran kadar yang diperoleh, **berapa kandungan sulfadiazin tiap tablet?** XXXXXXXXXX

# Catatan dan Kalkulasi Data

Kelompok A

- Bila **sampel 3**: disiapkan dari sampel tablet sulfadiazin.
  - a) Bobot tablet rata-rata **800 gram**
  - b) Digerus 10 tablet, kemudian ditimbang **50 mg** serbuk tablet dan dilarutkan dalam etanol hingga **250 mL**. Disaring untuk mengeliminasi zat eksipien tablet yang tidak larut.
  - c) Dengan hasil pengukuran kadar yang diperoleh, **berapa kandungan sulfadiazin tiap tablet?** XXXXXXXXXX



# Catatan dan Kalkulasi Data

Kelompok B

- Bila **sampel 1**: disiapkan dari sampel tablet sulfadiazin.
  - a) Bobot tablet rata-rata **1,050 gram**
  - b) Digerus 10 tablet, kemudian ditimbang **150 mg** serbuk tablet dan dilarutkan dalam etanol hingga **250 mL**. Disaring untuk mengeliminasi zat eksipien tablet yang tidak larut. Diambil 1 mL diencerkan menjadi 100 mL. Diukur absorbansinya.
  - c) Dengan hasil pengukuran kadar yang diperoleh, **berapa kandungan sulfadiazin tiap tablet?** XXXXXXXXXX
  
- Bila **sampel 2**: disiapkan dari sampel tablet sulfadiazin.
  - a) Bobot tablet rata-rata **725 mg**.
  - b) Digerus 10 tablet, kemudian ditimbang **140 mg** serbuk tablet dan dilarutkan dalam etanol hingga **500 mL**. Disaring untuk mengeliminasi zat eksipien tablet yang tidak larut. Diambil 1 mL diencerkan menjadi 50 mL. Diukur absorbansinya.
  - c) Dengan hasil pengukuran kadar yang diperoleh, **berapa kandungan sulfadiazin tiap tablet?** XXXXXXXXXX

# Catatan dan Kalkulasi Data

Kelompok B

- Bila **sampel 3**: disiapkan dari sampel tablet sulfadiazin.
  - a) Bobot tablet rata-rata **800 miligram**
  - b) Digerus 10 tablet, kemudian ditimbang **65 mg** serbuk tablet dan dilarutkan dalam etanol hingga **250 mL**. Disaring untuk mengeliminasi zat eksipien tablet yang tidak larut. Diambil 1 mL diencerkan menjadi 100 mL. Diukur absorbansinya. **1.8185 ppm**
  - c) Dengan hasil pengukuran kadar yang diperoleh, **berapa kandungan sulfadiazin tiap tablet?** XXXXXXXXXX
- $100 \times = 181,85 \mu\text{g/mL}$  ( $\text{ppm} = \text{mg/L} = \mu\text{g/mL}$ ).
- $\text{kadar } \mu\text{g/mL} = \text{bobot} / \text{volume}$ .
- $\text{bobot} = 181,85 \mu\text{g/mL} \times 250 \text{ mL} = 45.462,5 \mu\text{g} = 45,4625 \text{ mg}$
- dalam 250 mL ada sulfadiazin sebanyak = 45,4625 mg
- 65 mg serbuk tablet = 45,4625 mg sulfadiazin.
- $\text{sulfadiazin} / \text{mg serbuk tablet} = 45,xxx / 65 \text{ mg} = 0,6994xx \text{ mg/mg serbuk tablet}$
- $\text{sulfadiazin} / \text{tablet} = 559,53 \text{ mg} / \text{tablet}$

Bisa dievaluasi berdasarkan syarat mutu sediaan tablet sulfadiazin dalam farmakope. Mengandung 95,0% - 105,0%, dari dosis seharusnya.

#### TABLET SULFADIAZIN Sulfadiazine Tablets

Tablet Sulfadiazin mengandung sulfadiazin,  $C_{10}H_{10}N_4O_2S$ , tidak kurang dari 95,0% dan tidak lebih dari 105,0% dari jumlah yang tertera pada etiket.

**Baku pembanding** *Sulfadiazin BPFI*; tidak boleh dikeringkan. Simpan dalam wadah tertutup rapat, terlindung cahaya.

#### Identifikasi

A. Spektrum serapan inframerah zat yang didispersikan dalam *kalium bromida P*, menunjukkan maksimum hanya pada bilangan gelombang yang sama seperti pada *Sulfadiazin BPFI*.

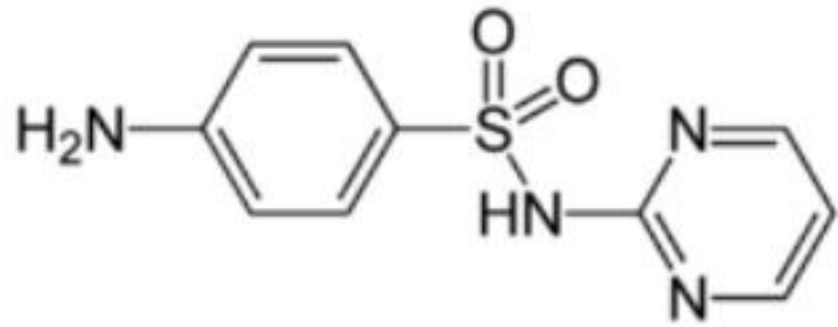
B. Lakukan seperti tertera pada *Penetapan Jarak Lebur atau Suhu Lebur <1021>*. Timbang saksama sejumlah serbuk tablet, masukkan ke dalam labu



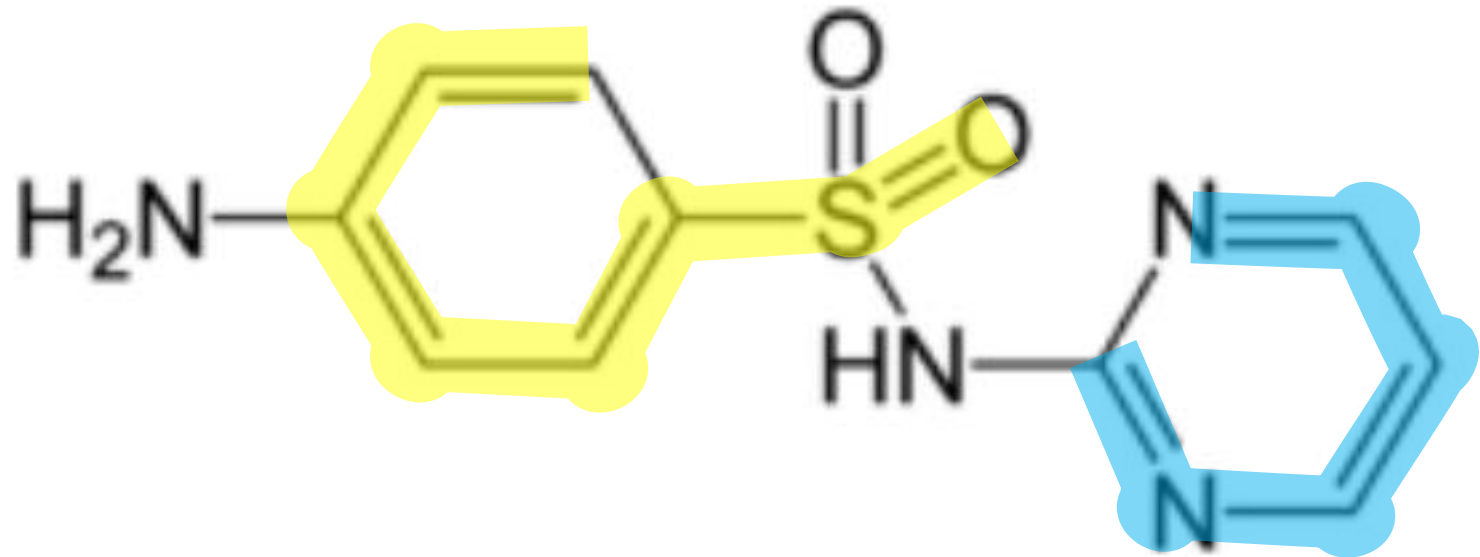
95% - 105% dari 500 mg  
475 mg - 525 mg

# Data dan Pembahasan

- Catat data, Hitung parameter-parameter
- Bahas Prinsip tahapan proses, misal:
  1. **Mengapa sulfadiazin dapat diukur kadarnya dg spektrofotometri UV?.**
  2. **Preparasi praktikum apa saja yang dilakukan, mengapa perlu atau mengapa dilakukan demikian?**
  3. **Mengapa seri kurva baku dibuat dg seri kadar demikian (yg dilakukan pada praktikum)?**
  4. **Bagaimana cara memperkirakan kadar yang diperlukan untuk membuat seri kadar kurva baku?**
  5. **Bagaimana hasil pengukuran kurva baku dan sampel?**
  6. **Apakah pengukuran sampel harus diencerkan? Berapa kali? Bagaimana caranya? Mengapa perlu diencerkan?**
  7. Dsb.



**Struktur molekul sulfadiazin**



**THE END**

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL

**SPEKTROFOTOMETRI ULTRAVIOLET**

**ANALISIS RIVANOL DAN ASAM SALISILAT**  
DENGAN METODE  
**SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE**

Dian Purwita Sari, M.Biotech.  
STIKES NOTOKUSUMO YOGYAKARTA  
Desember 2020

## **Spektrofotometri VIS**

Sampel: Rivanol

Solven: aquades

## **Spektrofotometri VIS**

Sampel: Asam salisilat

Reagen:  $\text{FeCl}_3$  1% dalam HCl 1%

Solven: metanol-aquades



- 1 Setting operating time Salisilat-Fe**
- 2 Scanning lamda maks.**
- 3 Membuat Kurva Baku**
- 4 Mengukur sampel.**



# Catatan dan Kalkulasi Data

KURVA BAKU RIVANOL, kadar Li 1 mg/mL

$\lambda$ : 411 nm

No	Ambil Li ( $\mu$ L)	+ Aquades hingga (mL)	Kadar (ppm) <b>X</b>	Perkiraan absorban	Absorban yang terbaca <b>Y</b>
1.	250	25,0	10	0,17xx	0,132
2.	500	25,0	20	0,34xx	0,260
3.	750	25,0	30	0,51xx	0,383
4.	1000	25,0	40	0,68xx	0,496
5.	1250	25,0	50	0,85xx	0,615

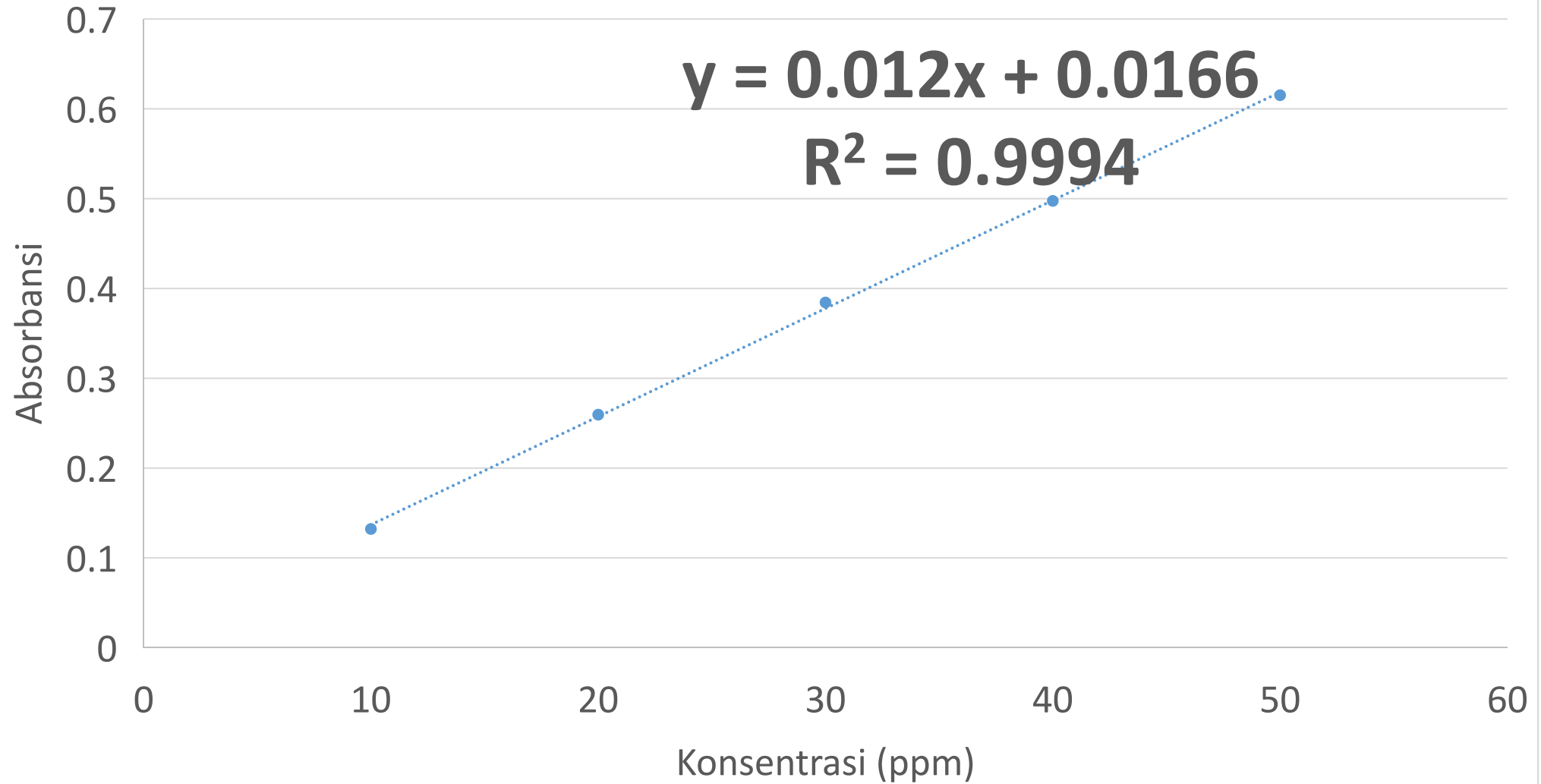
Persamaan Kurva Baku:  $y = 0.012x + 0.0166$

$R^2 = 0.9994$

Absorbansi sampel: Replikasi 1, 2,3

Kadar sampel: Perhatikan faktor pengenceran.

# Kurva Baku **Rivanol**



# Catatan dan Kalkulasi Data

KURVA BAKU **ASAM SALISILAT**, kadar Li 1 mg/mL  
Li-2 kadar **10 ppm** (250  $\mu$ L Li  $\rightarrow$  25 mL)

$\lambda$ : **527 nm**

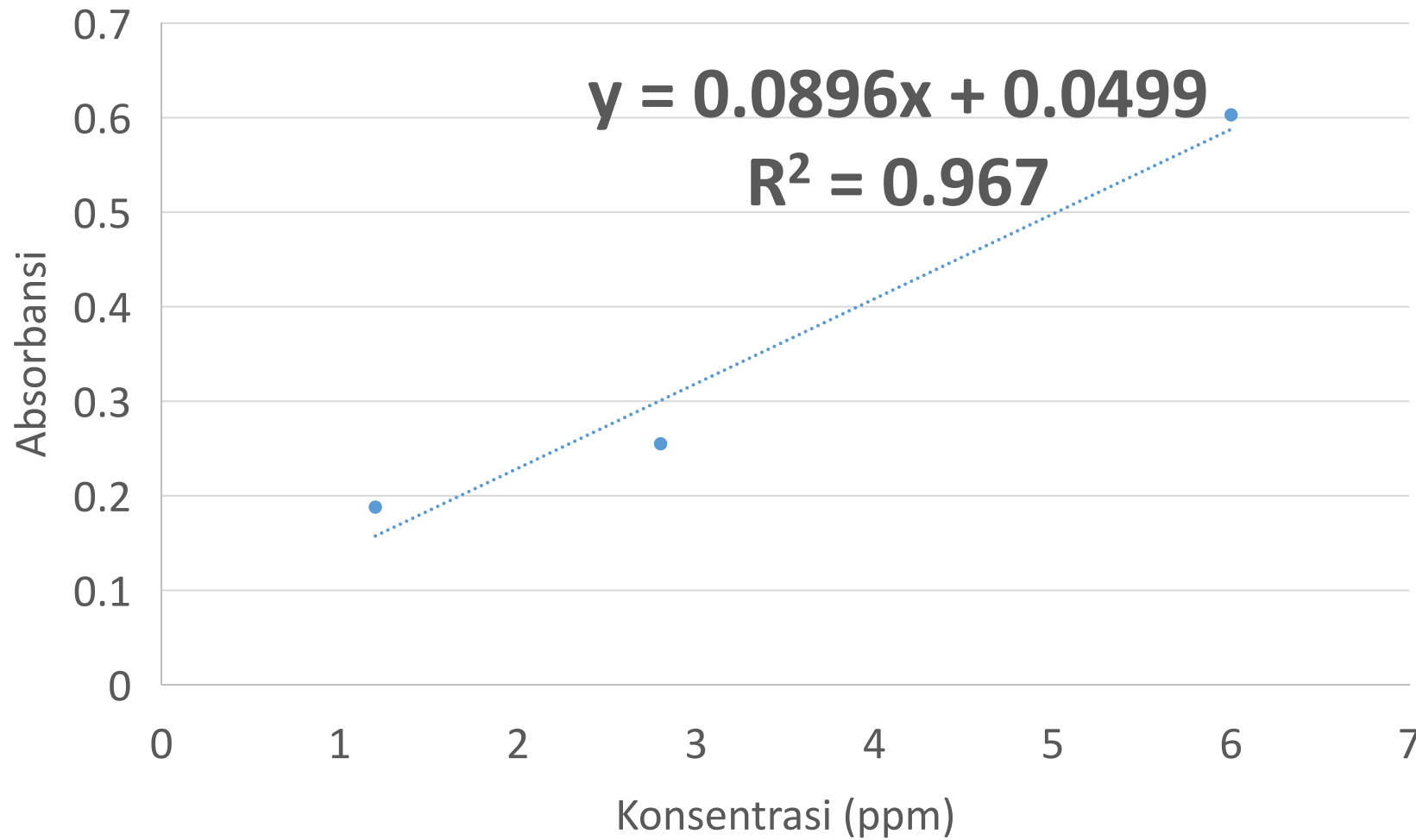
No	Ambil Li-2 (mL)	+ FeCl <sub>3</sub> 1% 1 ml + Aquades hingga (mL)	Kadar (ppm)	Absorban yang terbaca
1	3	25,0	1.2	0,188
2	7	25,0	2.8	0,255
3	15	25,0	6	0,603

Persamaan Kurva Baku:  **$y = 0.0896x + 0.0499$**   **$R^2 = 0.967$**

Absorbansi sampel: **Replikasi 1, 2,3**

Kadar sampel: **Perhatikan faktor pengenceran.**

### Kurva Baku Asam Salisilat



# Catatan dan Kalkulasi Data

- Pengukuran sampel: **RIVANOL**

**Y**

**X**

Replikasi ke	Ambil sampel (mL)	+ Aqua hingga (mL)	Faktor pengenceran	Absorban yang terbaca	Kadar (ppm)
1		25,0			
2		25,0			
3		25,0			
<b>Kadar rata-rata</b>					

Persamaan Kurva Baku:  **$y = Bx + A$**        **$R^2$ :**

# Catatan dan Kalkulasi Data

- Pengukuran sampel: **ASAM SALISILAT**

**Y**

**X**

Replikasi ke	Ambil sampel (mL)	+ FeCl <sub>3</sub> 1% 1 ml + Aquades hingga (mL)	Faktor pengenceran	Absorban yang terbaca	Kadar (ppm)
1					
2					
3					
<b>Kadar rata-rata</b>					

Persamaan Kurva Baku:  **$y = B x + A$**       **R<sup>2</sup>:**

# Catatan dan Kalkulasi Data

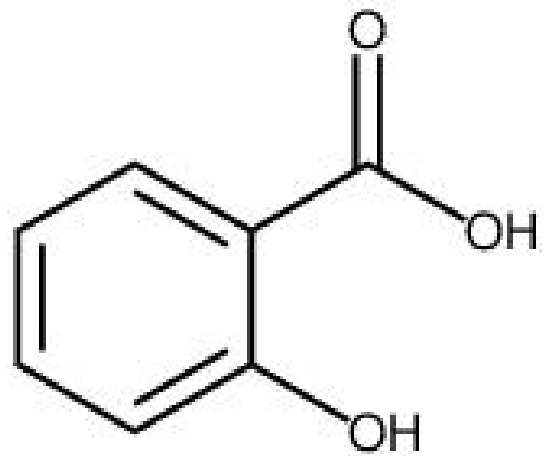
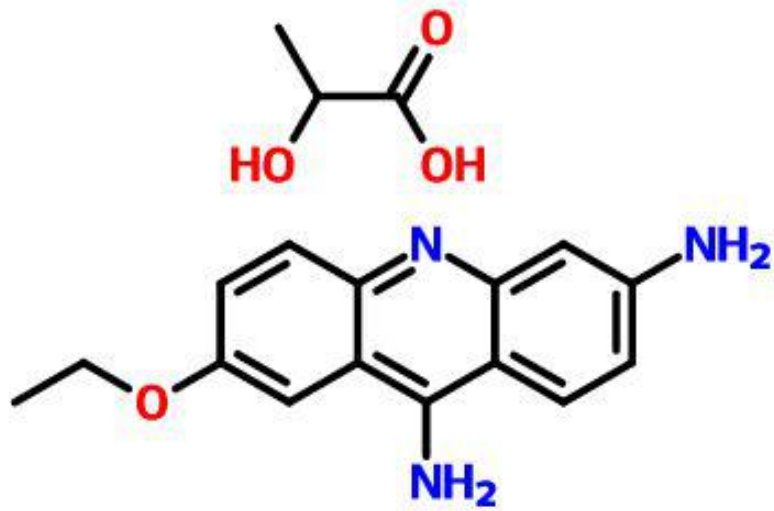
- Bila **SAMPLE RIVANOL**: disiapkan dari sampel larutan antiseptik rivanol.
  - a) Dengan hasil pengukuran kadar yang diperoleh, **berapa kandungan rivanol dalam larutan, nyatakan dalam satuan % b/v?**
- Bila **SAMPEL ASAM SALISILAT**: disiapkan dari sampel larutan callusol.
  - a) Diambil 100 mg larutan callusol, dimasukkan labu takar dalam aqua hingga **100 mL**. Disaring untuk mengeliminasi zat eksipien tablet yang tidak larut.
  - b) Dengan hasil pengukuran kadar yang diperoleh, **berapa kandungan asam salisilat dalam larutan callusol, nyatakan dalam % b/b (g/100 g)?**



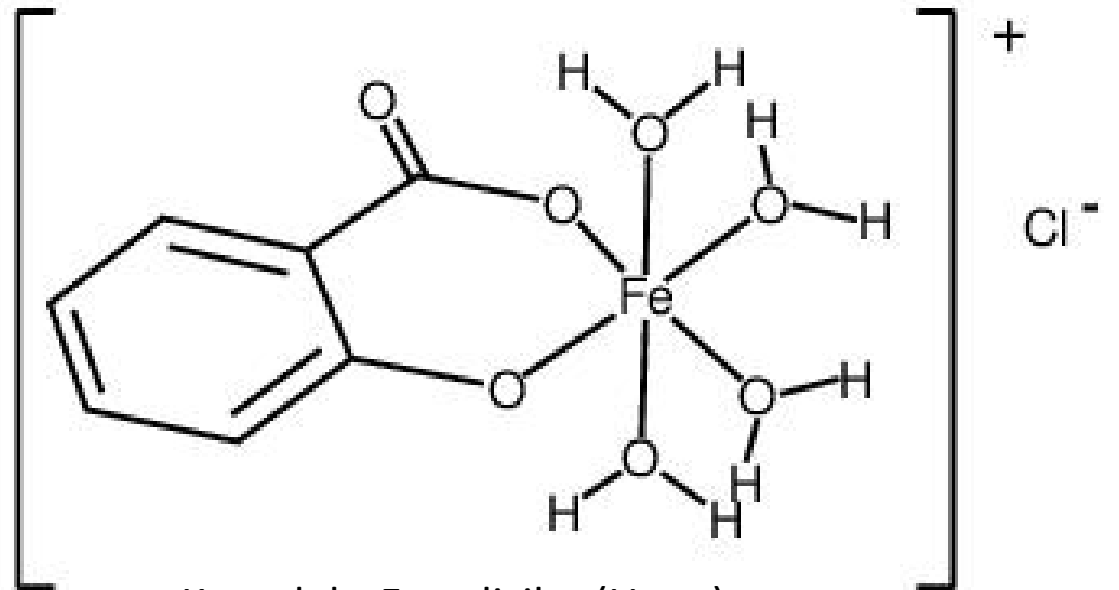
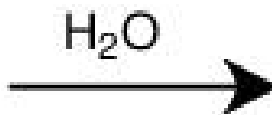
# Data dan Pembahasan

- Catat data, Hitung parameter-parameter
- Bahas Prinsip tahapan proses, misal:
  1. Mengapa **RIVANOL** dan **ASAM SALISILAT** dapat diukur kadarnya dg spektrofotometri VIS?.
  2. Preparasi praktikum apa saja yang dilakukan, mengapa perlu atau mengapa dilakukan demikian?
  3. Mengapa seri kurva baku dibuat dg seri kadar demikian (yg dilakukan pada praktikum)?
  4. Bagaimana cara memperkirakan kadar yang diperlukan untuk membuat seri kadar kurva baku?
  5. Bagaimana hasil pengukuran kurva baku dan sampel?
  6. Apakah pengukuran sampel harus diencerkan? Berapa kali? Bagaimana caranya? Mengapa perlu diencerkan?
  7. Dsb.





+



Kompleks Fe-salisilat (Ungu)

**THE END**

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL  
**SPEKTROFOTOMETRI VISIBEL**

**ANALISIS ASETOSAL - ASAM SALISILAT**  
DENGAN METODE  
**SPEKTROFOTOMETRI**  
**ULTRAVIOLET 2-LAMDA**

Dian Purwita Sari, M.Biotech.  
STIKES NOTOKUSUMO YOGYAKARTA  
November 2020

# PRAKTEK

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL

**SPEKTROFOTOMETRI ULTRAVIOLET 2 LAMDA**

## Spektrofotometri UV

Sampel: **Asetosal**

Solven: Kloroform

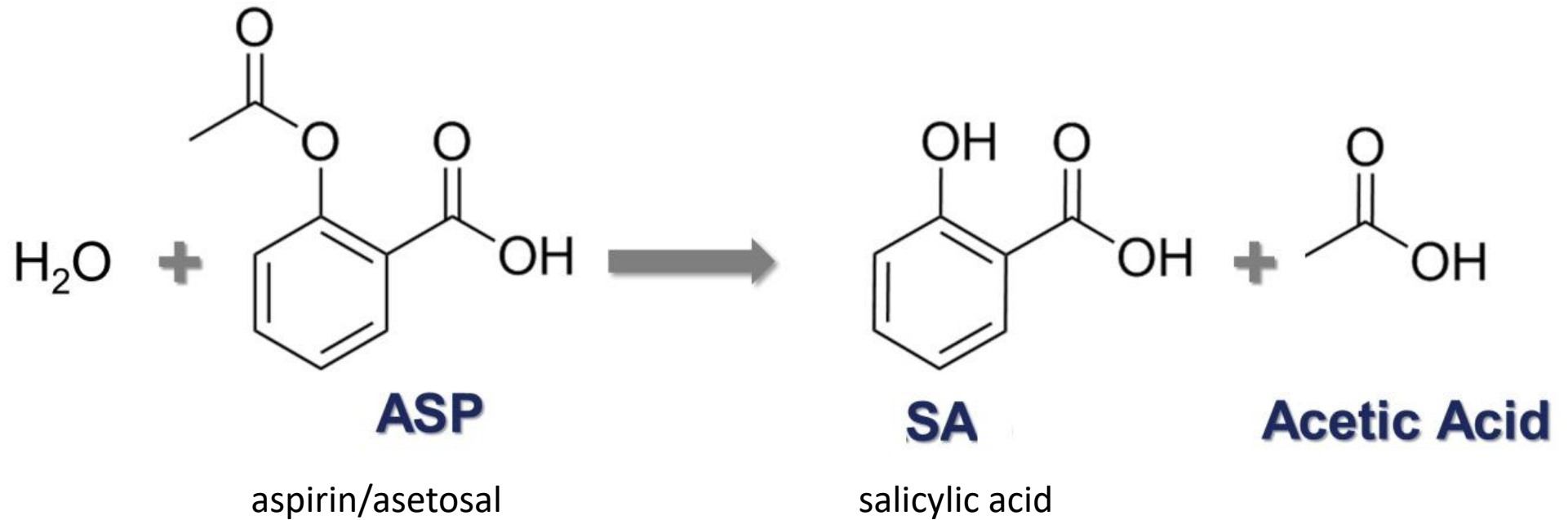
## Spektrofotometri UV

Sampel: **Asam salisilat**

Solven: Kloroform



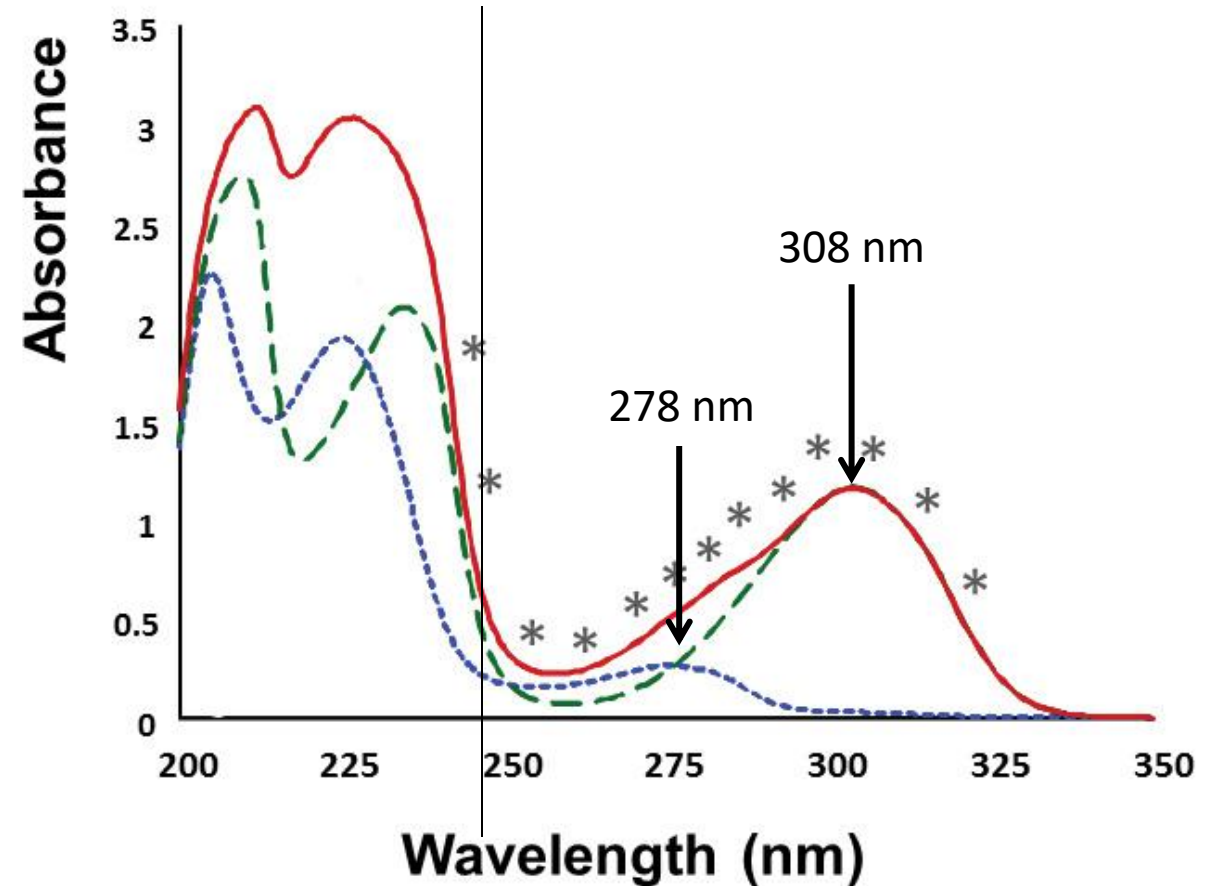
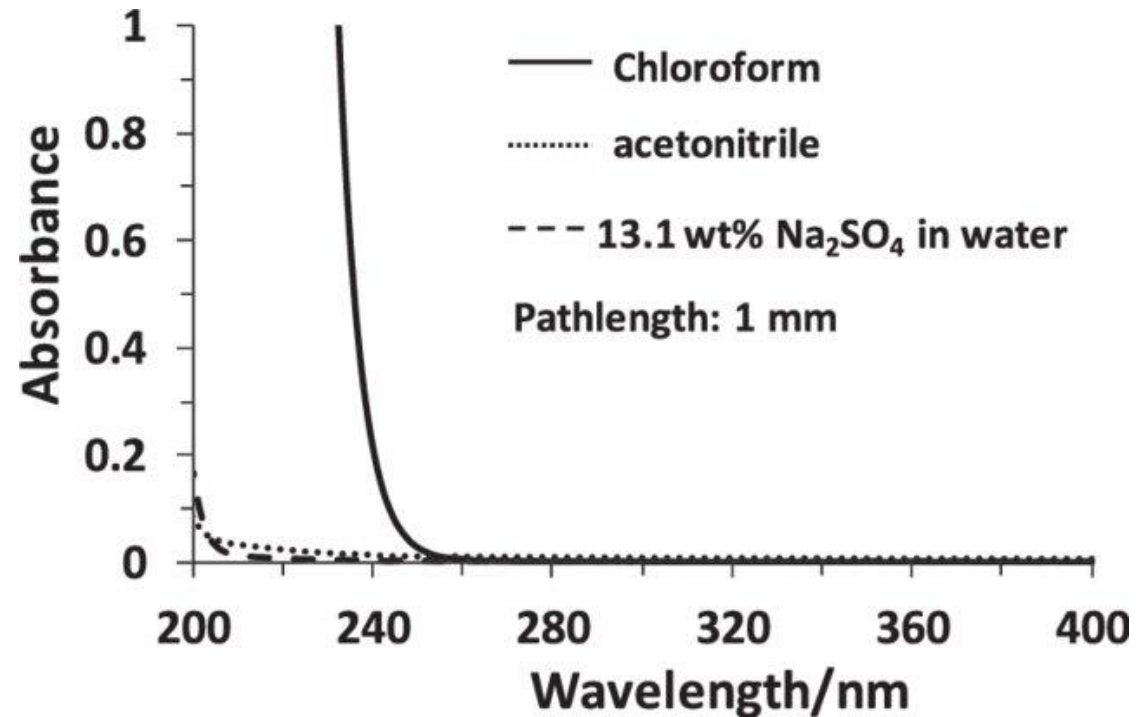
- 1 Scanning lamda maks. @ analit
- 2 Mengukur Baku Pembanding
- 3 Mengukur sampel.



**Analisis pada uji stabilitas obat → masa kadaluarsa obat**

# Catatan dan Kalkulasi Data

- Scanning spektra:
  - Asetosal,  $\lambda_{\text{max}}$ : 278 nm
  - Asam salisilat,  $\lambda_{\text{max}}$ : 308 nm



# Catatan dan Kalkulasi Data

- Scanning spektra:
  - Asetosal,  $\lambda_{\text{max}}$ : 278 nm
  - Asam salisilat,  $\lambda_{\text{max}}$ : 308 nm
- Absorbansi Baku Asetosal (misal konsentrasi: 100 ppm)
  - $\lambda_1$  (278 nm): 0,680
  - $\lambda_2$  (308 nm): 0,085
- Absorbansi Baku Asam Salisilat (misal konsentrasi: 25 ppm)
  - $\lambda_1$  (278 nm): 0,221
  - $\lambda_2$  (308 nm): 0,650
- Absorbansi sampel, pengenceran 25x:
  - $\lambda_1$  (278 nm): 0,607
  - $\lambda_2$  (308 nm): 0,331



# Catatan dan Kalkulasi Data

- Hitung  $\epsilon$  asetosal pada:

$$5,55 \times 10^{-4} \text{ M}$$

- $\lambda_1$  (278 nm), A: 0,680, C: 100ppm  $\rightarrow \epsilon = 1225$
- $\lambda_2$  (308 nm), A: 0,085, C: 100ppm  $\rightarrow \epsilon = 153 /$

- Hitung  $\epsilon$  asam salisilat pada:

- $\lambda_1$  (278 nm), A: 0,221, C: 25 ppm  $\rightarrow \epsilon = 1221$
- $\lambda_2$  (308 nm), A: 0,650, C: 25 ppm  $\rightarrow \epsilon = 3591$

$$1,81 \times 10^{-4} \text{ M}$$

**C: konsentrasi dalam M**

**$\epsilon$  (koefisien ekstinsi molar): /M.cm**

**$\epsilon$  (absorbtivitas molar): /ppm.cm**

$$A_{\text{asetosal}}^{\lambda_1} = \epsilon_{\text{asetosal}}^{\lambda_1} \cdot b \cdot C_{\text{asetosal}}$$

$$A_{\text{asetosal}}^{\lambda_2} = \epsilon_{\text{asetosal}}^{\lambda_2} \cdot b \cdot C_{\text{asetosal}}$$

$$A_{\text{asam salisilat}}^{\lambda_1} = \epsilon_{\text{asam salisilat}}^{\lambda_1} \cdot b \cdot C_{\text{asam salisilat}}$$

$$A_{\text{asam salisilat}}^{\lambda_2} = \epsilon_{\text{asam salisilat}}^{\lambda_2} \cdot b \cdot C_{\text{asam salisilat}}$$

Referensi:

\*) well known ultraviolet absorption band of acetylsalicylic acid in chloroform at 278 nm with a molar absorptivity of 1446.

(CHCl<sub>3</sub>): 277 (E(1%)(cm) 68. **MW: 180,158 g/mol**

<https://pubs.acs.org/doi/pdfplus/10.1021/ac60288a032?src=recsys>; O'Neil, M.J. (ed.). The Merck Index - An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals. Whitehouse Station, NJ: Merck and Co., Inc., 2006., p. 140

\*) UV max (4 mg percent in ethanol): 210, 234, 303 nm (molar extinction coefficient 8343, 5466, 3591). **MW: 138.12 g/mol**

O'Neil, M.J. (ed.). The Merck Index - An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals. Whitehouse Station, NJ: Merck and Co., Inc., 2006., p. 1438

- 100 ppm = ? M BM **180,158**
- $\text{mg/L} = \text{mol/L}$
- $\text{mg/L} = \text{g/BM/L}$
- **$100/1000/180,158 = 5,55 \times 10^{-4} \text{ M}$**
- 
- 25 ppm =  $1,81 \times 10^{-4} \text{ M}$  BM **138.12**

# Catatan dan Kalkulasi Data

- Absorbansi sampel, pengenceran 25x:
  - $\lambda_1$  (278 nm): 0,607
  - $\lambda_2$  (308 nm): 0,331

$$A^{\lambda_1} = A_{\text{asetosal}}^{\lambda_1} + A_{\text{asam salisilat}}^{\lambda_1}$$

$$A^{\lambda_1} = \epsilon_{\text{asetosal}}^{\lambda_1} \cdot b \cdot C_{\text{asetosal}} + \epsilon_{\text{asam salisilat}}^{\lambda_1} \cdot b \cdot C_{\text{asam salisilat}}$$

- Hitung konsentrasi asetosal:  $4,18 \times 10^{-4} \text{M}$  (75,3 ppm)
- Hitung konsentrasi asam salisilat:  $7,41 \times 10^{-5} \text{M}$  (10,2 ppm)

$$A^{\lambda_2} = A_{\text{asetosal}}^{\lambda_2} + A_{\text{asam salisilat}}^{\lambda_2}$$

$$A^{\lambda_2} = \epsilon_{\text{asetosal}}^{\lambda_2} \cdot b \cdot C_{\text{asetosal}} + \epsilon_{\text{asam salisilat}}^{\lambda_2} \cdot b \cdot C_{\text{asam salisilat}}$$

$$0,607 = 1225 \times C_{\text{asetosal}} + 1221 \times C_{\text{as-salisilat}}$$

153

$$92,871 = 187425 \times C_{\text{asetosal}} + 186813 \times C_{\text{as-salisilat}}$$

$$0,331 = 153 \times C_{\text{asetosal}} + 3591 \times C_{\text{as-salisilat}}$$

1225

$$405,475 = 187425 \times C_{\text{asetosal}} + 4398975 \times C_{\text{as-salisilat}}$$

$$0,607 = 1225 \times C_{\text{asetosal}} + 1221 \times C_{\text{as-salisilat}}$$

$$0,331 = 153 \times C_{\text{asetosal}} + 3591 \times C_{\text{as-salisilat}}$$

$$0,607 = 1225 \times C_{\text{asetosal}} + 1221 \times 7,42 \times 10^{-5}$$

$$0,607 - (1221 \times 7,42 \times 10^{-5}) = 1225 \times C_{\text{asetosal}}$$

$$0,607 - (1221 \times 7,42 \times 10^{-5}) / 1225 = C_{\text{asetosal}}$$

$$C_{\text{asetosal}} = 4,21 \times 10^{-4} \text{ M (x25)} = 0,0105 \text{ M} = 1891,66 \text{ ppm}$$

153

1225

$$92,871 = 187425 \times C_{\text{asetosal}} + 186813 \times C_{\text{as-salisilat}}$$

$$405,475 = 187425 \times C_{\text{asetosal}} + 4398975 \times C_{\text{as-salisilat}}$$

$$312,604 = 4212162 C_{\text{as-salisilat}}$$

$$C_{\text{as-salisilat}} = 7,42 \times 10^{-5} \text{ M (x25)} = 0,00186 \text{ M} = 256,90 \text{ ppm}$$

**Asetosal MW: 180,158 g/mol**  
**Asam salisilat MW: 138.12 g/mol**

# Data dan Pembahasan

- Catat data, Hitung parameter-parameter
- Bahas Prinsip tahapan proses, misal:
  1. **Bagaimana prinsip penetapan kadar campuran zat dg spektrofotometri UV?**
  2. **Kegunaan melakukan pengukuran campuran, khususnya asetosal dan asam salisilat? Cari referensi yang relevan sebagai landasan.**
  3. **Preparasi praktikum apa saja yang dilakukan, mengapa perlu atau mengapa dilakukan demikian?**
  4. **Penjelasan apa dan mengapa, langkah-langkah yang dilakukan dalam melakukan analisis campuran dengan spektro UV?**
  5. **Pembahasan data dan hasil.**
  6. Dsb.

**THE END**

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL

**SPEKTROFOTOMETRI ULTRAVIOLET 2 LAMDA**

**ANALISIS RIVANOL, RIBOFLAVIN, SULFADIAZIN,  
ASETOSAL, ASAM SALISILAT**

DENGAN METODE

**KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS**

Dian Purwita Sari, M.Biotech.

STIKES NOTOKUSUMO YOGYAKARTA

November 2020

# PRETEST

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL

**KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS**



- **Siapkan kertas.** Tuliskan: **PRETEST** Praktikum Analisis Instrumental “KLT”.
  - Tulis **Nama, NIM, Hari/Tanggal.**
1. Sebutkan dan jelaskan singkat tentang persyaratan utama kromatografi!
  2. Kromatografi Lapis Tipis, jika diklasifikasikan menurut jenisnya:
    - Fase diam:
    - Fase gerak:
  3. Bahan apa yang digunakan dalam praktikum ini?
    - Fase diam:
    - Fase gerak:
  4. Bagaimana rumus untuk menghitung faktor retardasi?
  5. Bagaimana cara visualisasi hasil elusi, apalagi jika senyawa tidak berwarna?

# PRAKTEK

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL

# KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS

# Paralel

Berbagi tugas tiap kelompok

Siapkan solven, jenuhi chamber

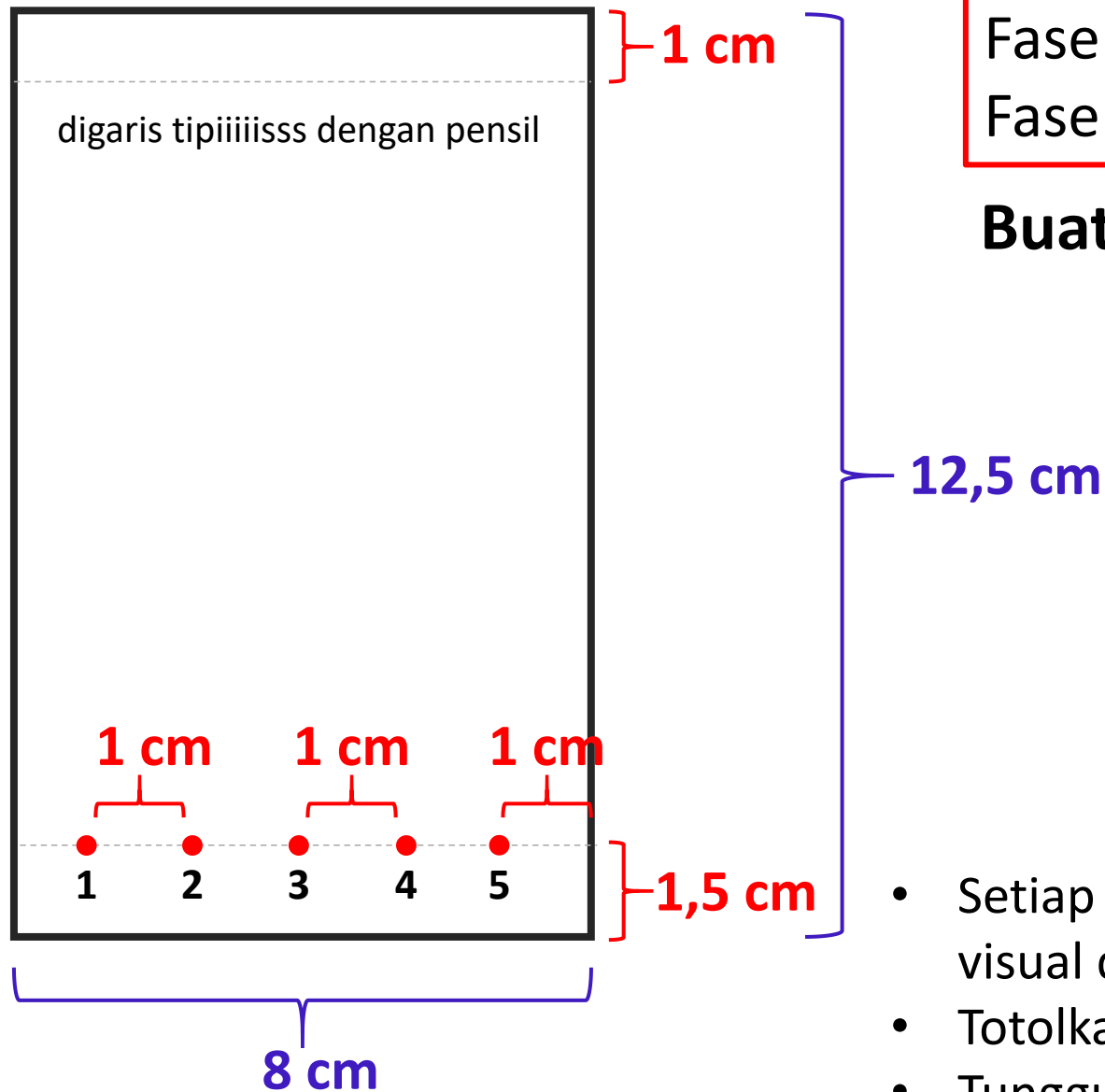


2 Orang saja, perwakilan tiap kelompok

Siapkan plat, totolkan sampel.



## Plat Silica Gel, dipotong



## Sistem Kromatografi

Jenis: Plat (Lapis Tipis)

Fase Diam: Silica Gel GF254

Fase Gerak: Kloroform-Etanol-Air (9:9:1)

**Buat fase gerak sebanyak 100 mL.**

7 Totolan:

1. Rivanol

2. Riboflavin

3. Sulfadiazin

4. Asetosal

5. Asam Salisilat

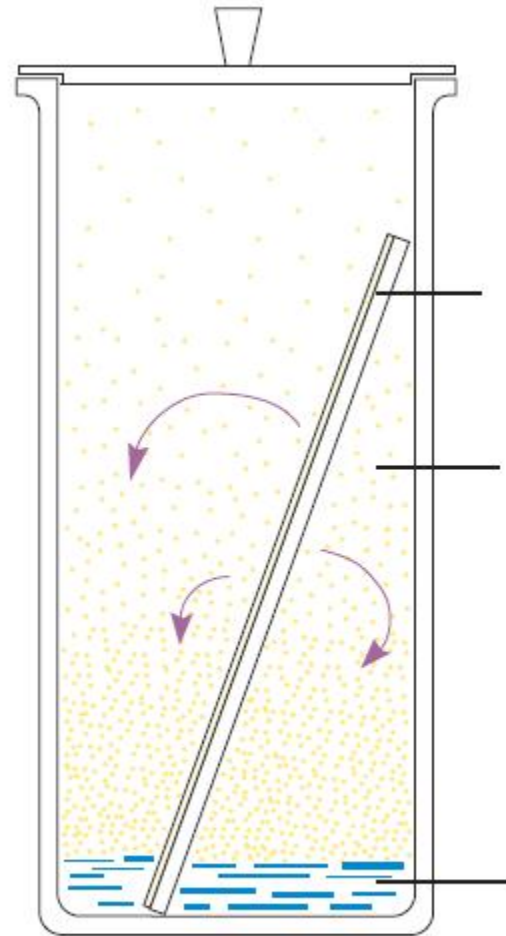
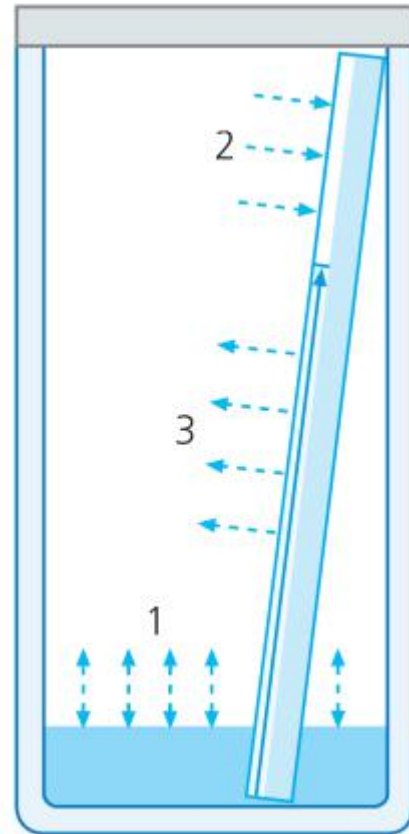
6. Campuran Rivanol-Riboflavin

7. Campuran Sulfa-Asetosal-Salisilat

Standard/  
pembanding

- Setiap totolan dibuat beberapa kali tetesan (5-8), cek visual di bawah lampu UV.
- Totolkan tetes demi tetes sekecil mungkin.
- Tunggu kering, setiap kali menambah totolan.

- Jenuhi chamber dengan uap solven.
- Letakkan kertas saring hingga menjuntai ke luar chamber.
- Biarkan solven bergerak hingga bagian atas kertas saring.



A

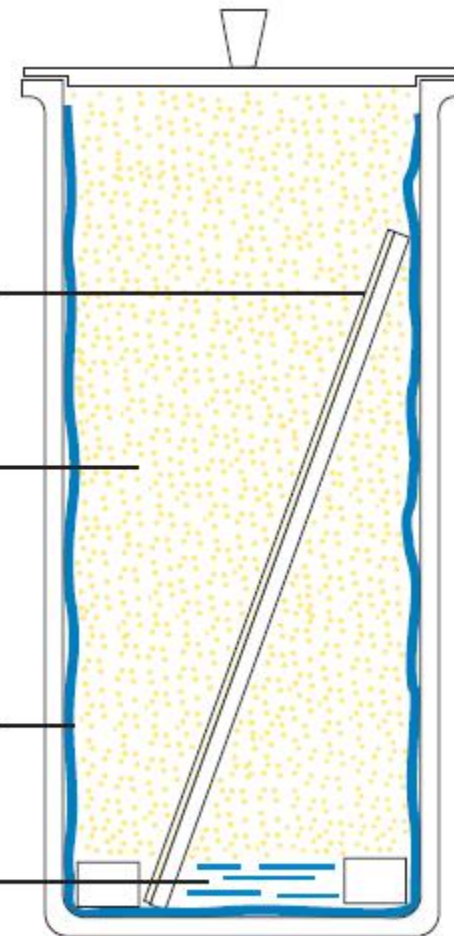
# Elusi

lempeng KLT

uap eluen

kertas saring

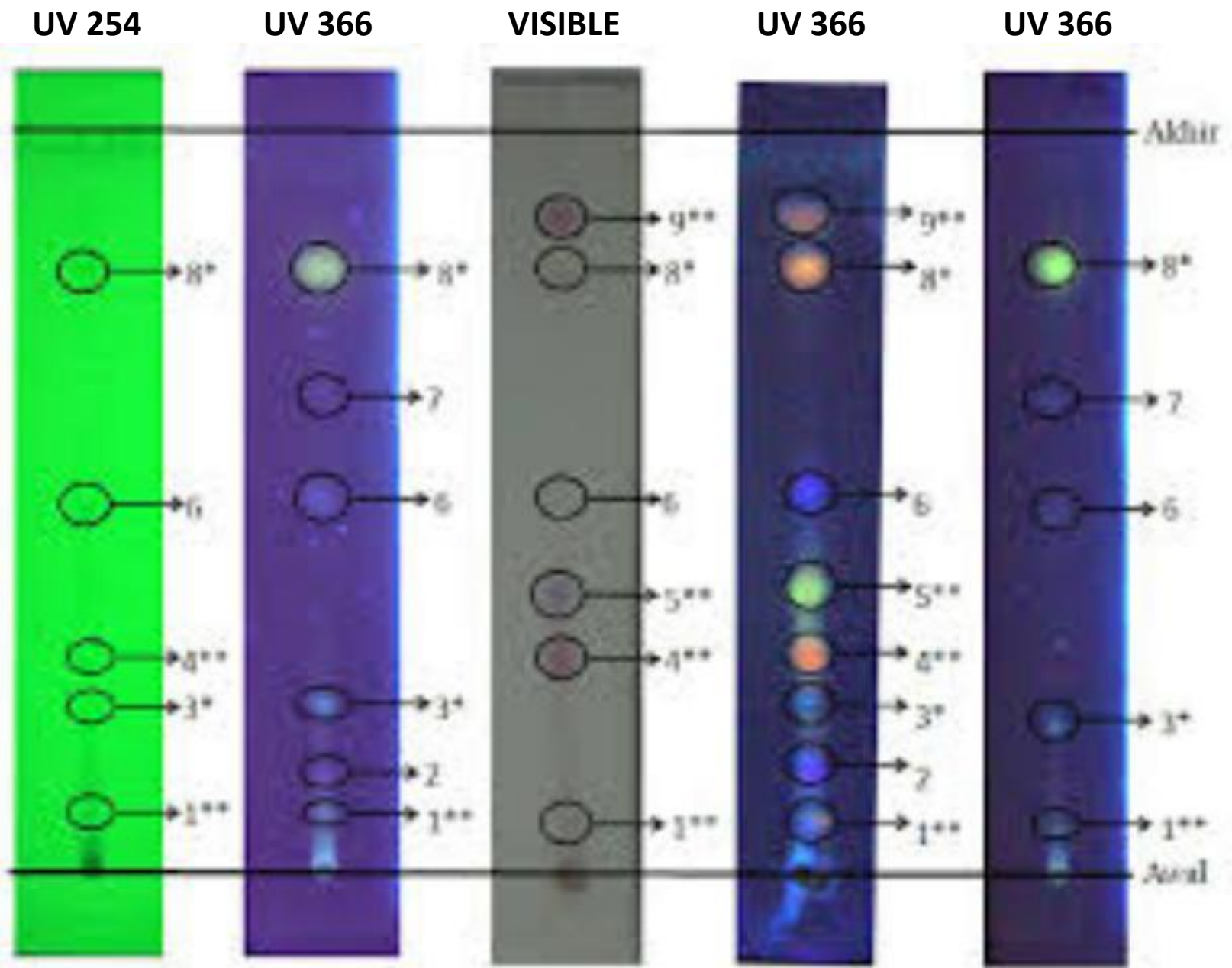
eluen



B

# Visualisasi

# Ukur Faktor Retardasi



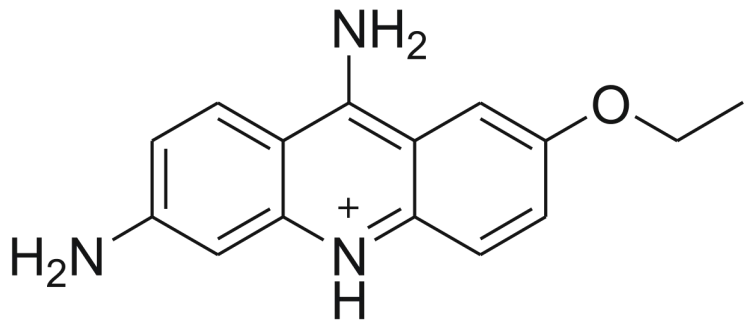
# Catatan Data

# Data dan Pembahasan

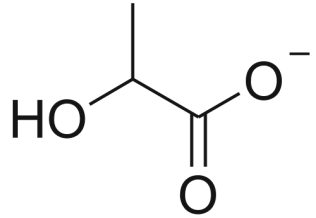
- Catat data
- Hitung parameter-parameter
- Bahas Prinsip tahapan proses, misal:
  - Preparasi apa saja yang dilakukan, mengapa perlu atau mengapa dilakukan demikian?
  - Sistem KLT: Normal phase atukah reverse phase, banyaknya sampel per totolan.
  - Mengapa plat KLT harus didehumidify dengan pemanasan?
  - Mengapa penotolan harus sekecil mungkin? Apa resikonya jika ukuran totolan besar? Bagaimana cara menotolkan sekecil mungkin?
  - Mengapa chamber harus dijenuhi dulu? Bagaimana caranya?
  - Mengapa penotolan diberi jarak?
  - Dsb.



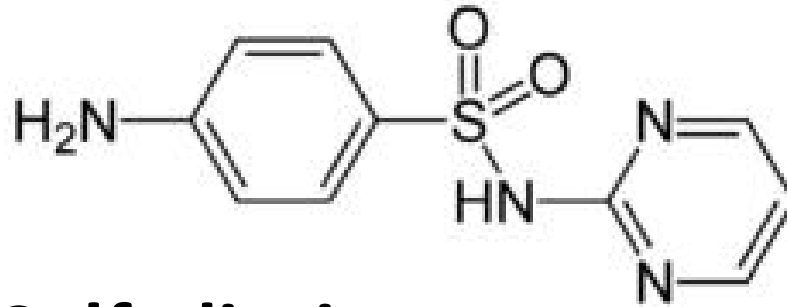




**Rivanol**

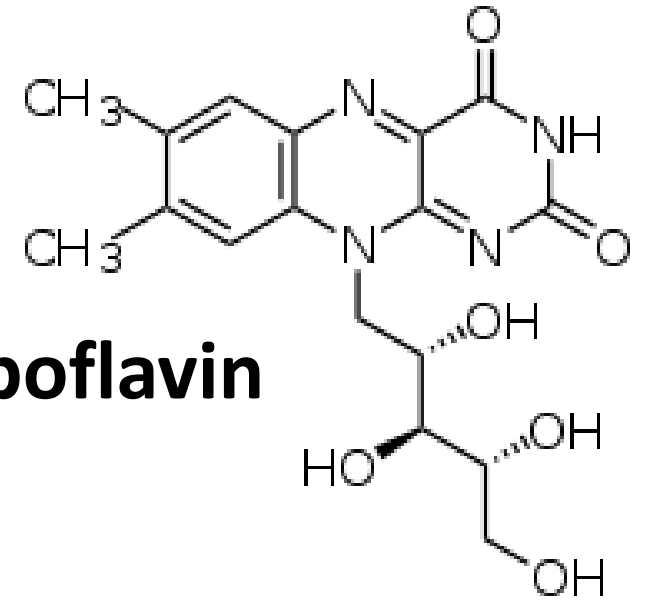


**Asetosal**

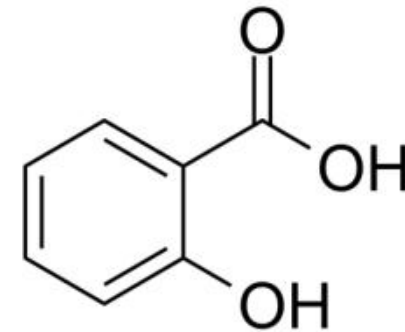


**Sulfadiazin**

**Riboflavin**



**Asam Salisilat**





# POSTEST

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL

**KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS**

- Siapkan kertas. Tuliskan: **POSTEST** Praktikum Analisis Instrumental “**KLT**”.
- Tulis **Nama, NIM, Hari/Tanggal**.

1. Apa arti GF254?
2. Bagaimana sistem KLT yang anda gunakan dalam analisis pada praktikum ini? Normal phase ataukah reverse phase, Fase diam, fase gerak, jarak elusi.
3. Mengapa plat KLT harus didehumidify dengan pemanasan?
4. Mengapa penotolan harus sekecil mungkin? Bagaimana cara menotolan sekecil mungkin? Mengapa penotolan diberi jarak?
5. Mengapa chamber harus dijenuhi dulu? Bagaimana caranya?

**THE END**

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL

**KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS**

**ANALISIS RIVANOL DAN RIBOFLAVIN**  
DENGAN METODE  
**KROMATOGRAFI KOLOM**

Dian Purwita Sari, M.Biotech.  
STIKES NOTOKUSUMO YOGYAKARTA  
November 2020

# PRETEST

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL

**KROMATOGRAFI KOLOM**

**Siapkan kertas.**

Tuliskan: **PRETEST** Praktikum Analisis Instrumental “**KOLOM**”.

Tulis **Nama, NIM, Hari/Tanggal.**



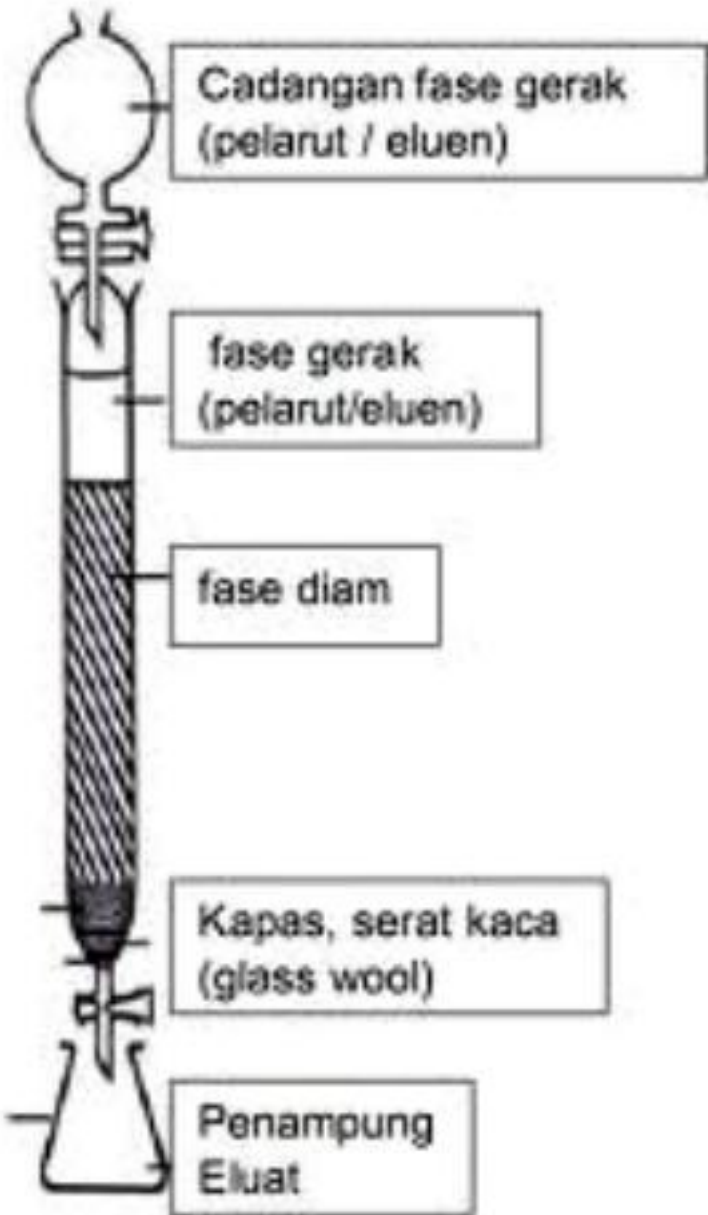
# SOAL PRETEST

1. Apa perbedaan kromatografi kolom dan kromatografi lapis tipis?
2. Bagaimana caranya mengukur waktu retensi?
3. Bagaimana rumus untuk menghitung faktor resolusi?
4. Bahan apa yang digunakan dalam praktikum ini?
  - Fase diam: (nama bahan) jenisnya: (padat/cair)
  - Fase gerak: (nama/komposisi bahan) jenisnya: (padat/cair)
5. Mengapa ujung kolom perlu diberi glasswool/kapas?

# PRAKTEK

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL

**KROMATOGRAFI KOLOM**



## Sistem Kromatografi

Jenis: Kolom

Fase Diam: Alumina

Fase Gerak: Etanol-Air (9:1)

Sampel:

1. Rivanol

2. Riboflavin

# Paralel

Berbagi tugas tiap kelompok

1

Siapkan solven.

@ 200 mL.

2

Siapkan kolom.

Sesuai cara kerja.

Pastikan keran kolom tidak bocor.

# Membuat Kolom

A)

Sand



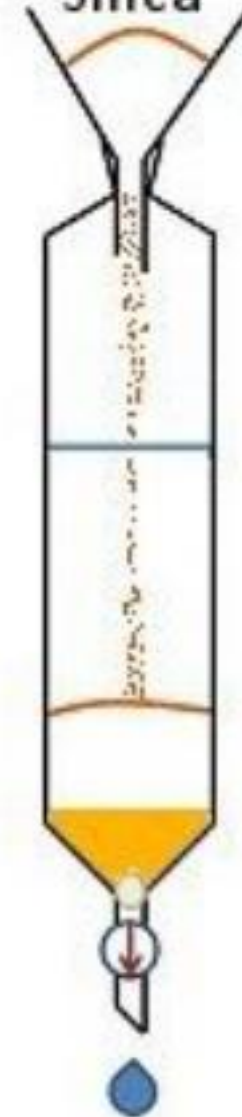
B)

Solvent



C)

Silica



D)

Settle



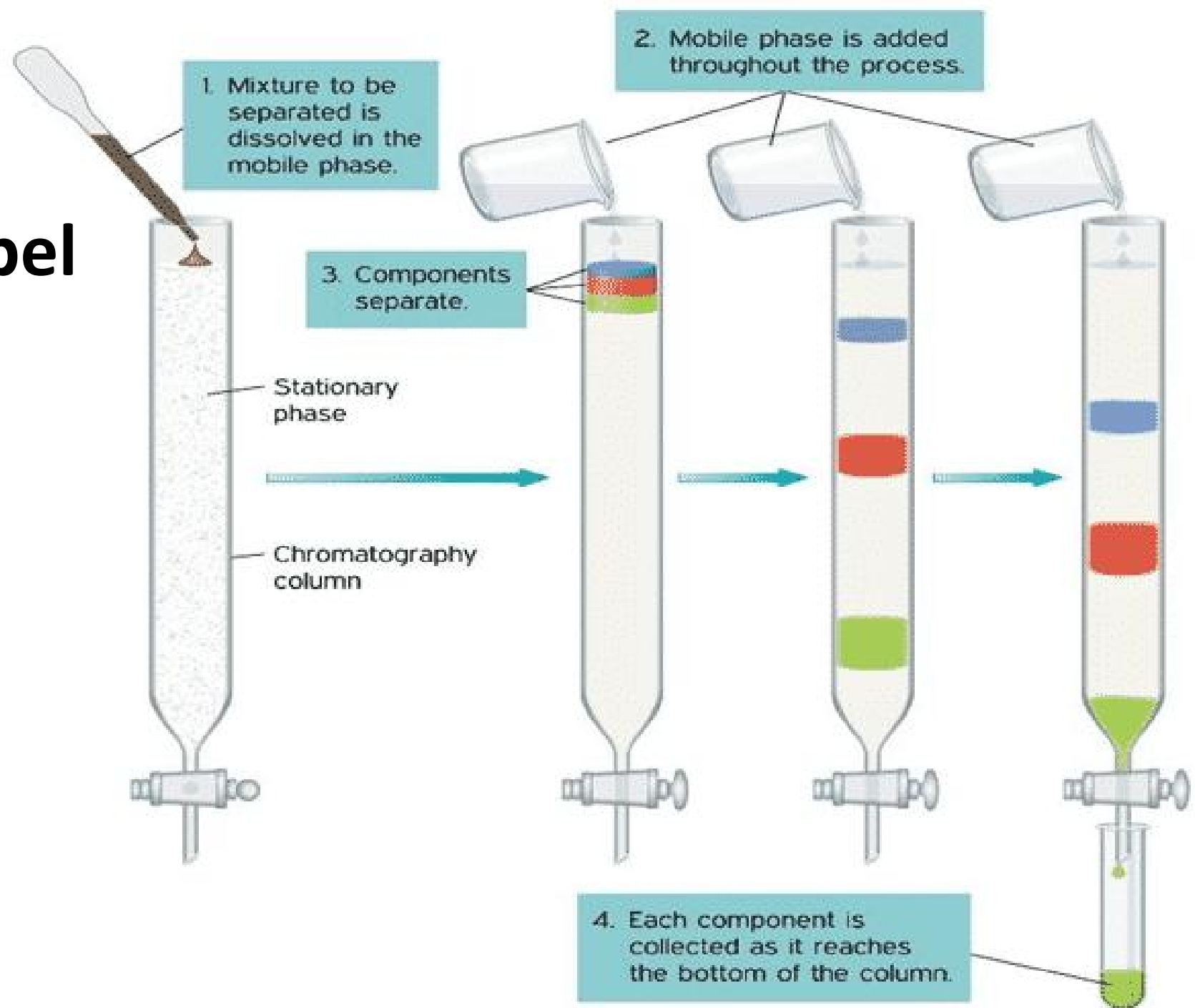
E)

Packed



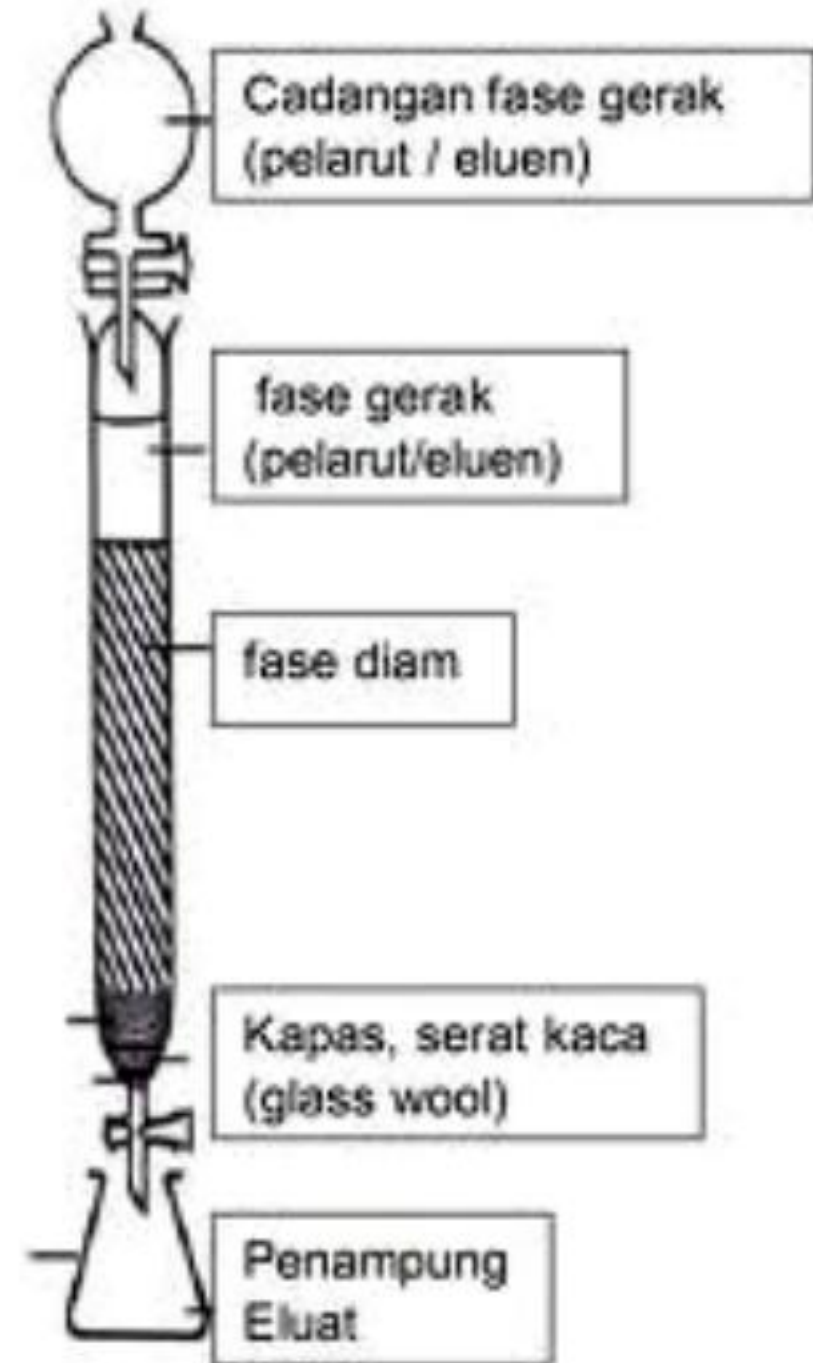
**Top Tip:** Use rubber vacuum tubing or a cork ring to tap the column and help the silica to settle.

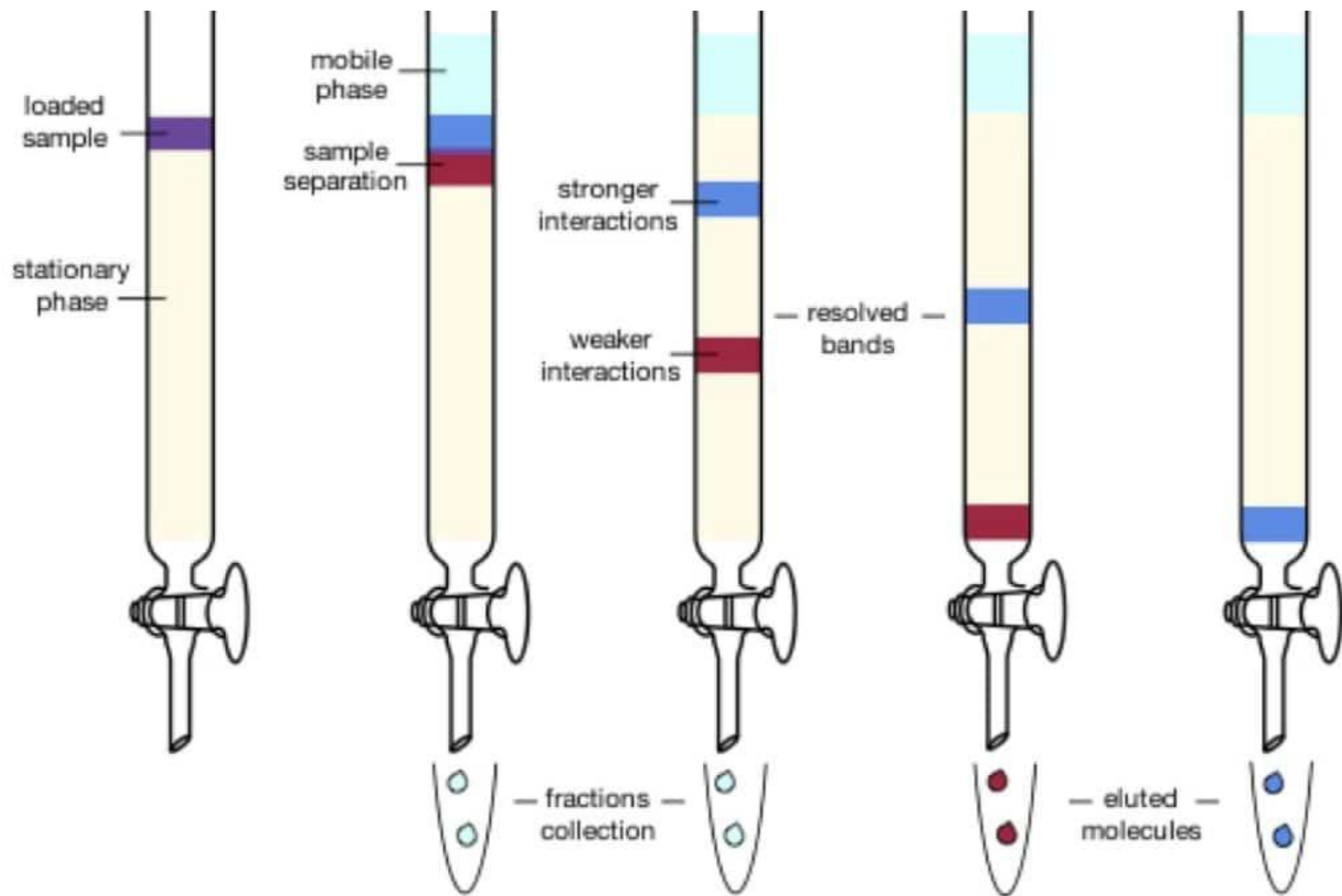
# Masukkan sampel



# Elusi

- **Catat waktu elusi dengan stopwatch.**
- Buka keran, biarkan solven mengalir.
- Selalu tambahkan solven di atas fase diam, sehingga fase diam selalu terendam solven.
- Tampung eluen pada erlenmeyer.
- Apabila analit pertama sudah terelusi dan hampir keluar kolom, ganti penampung dengan erlenmeyer yang baru.
- Tampung hingga analit pertama habis.
- Ganti lagi penampung erlenmeyer.
- Apabila analit kedua hampir keluar kolom, ganti penampung dengan erlenmeyer baru.
- Tampung hingga analit kedua habis.
- **Catat waktu retensi masing-masing analit (titik tengah dari waktu analit keluar awal hingga habis).**





# Catatan Data

- Waktu retensi: Rivanol? Riboflavin?
  - Awal pita analit : :
  - Akhir pita analit : :
  - Jarak waktu retensi : :
  - Waktu retensi : :
- Faktor resolusi

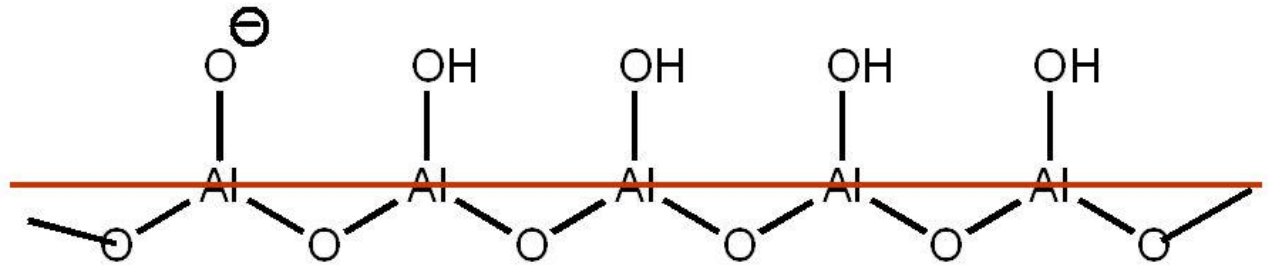


# Data dan Pembahasan

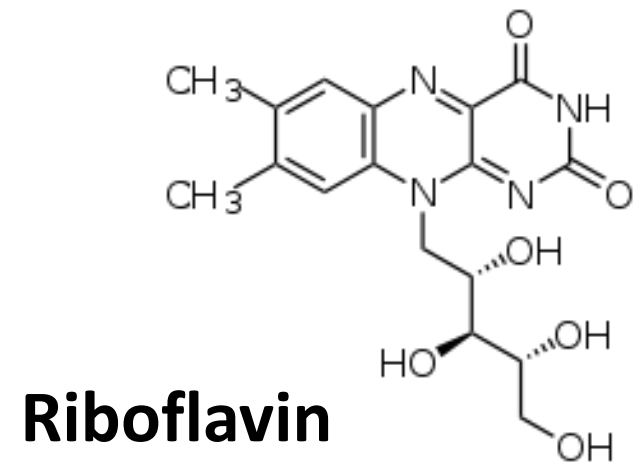
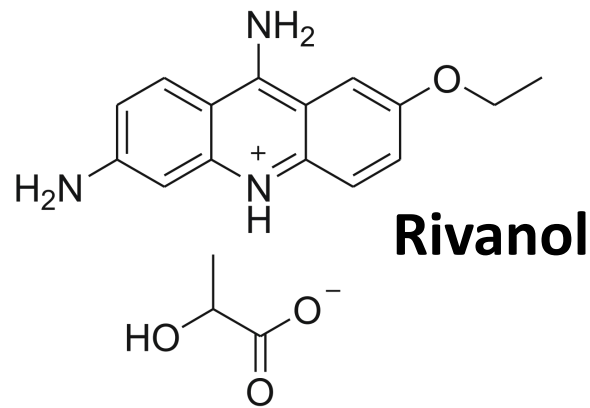
- Catat data
- Hitung parameter-parameter
- Bahas Prinsip tahapan proses, misal:
  - Sistem Kromatografi : Normal phase ataukah reverse phase, banyaknya sampel per toloan.
  - Preparasi apa saja yang dilakukan, mengapa perlu atau mengapa dilakukan demikian?
  - Mengapa saat membuat kolom perlu diketuk-ketuk perlahan?
  - Mengapa pembuatan kolom fase diam harus bebas gelembung udara?
- Dsb.

# Stationary Phase: Alumina

- Bahas mekanisme interaksi kimia antara analit, fase diam dan fase gerak. Gugus-gugus yang berinteraksi yang mana?
- Mengapa bisa terelusi berbeda-beda?
- Mana lebih polar, mana lebih non polar.
- Korelasikan dengan data: faktor retardasi.
- Bahas data lainnya: faktor resolusi, dsb.



**Acidic:** -Al-OH  
**Neutral:** -Al-OH + -Al-O<sup>-</sup>  
**Basic:** -Al-O<sup>-</sup>



# POSTEST

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL

**KROMATOGRAFI KOLOM**

**Siapkan kertas.**

Tuliskan: **POSTEST** Praktikum Analisis Instrumental “**KOLOM**”.

Tulis **Nama, NIM, Hari/Tanggal.**

# SOAL POSTEST

1. Berdasarkan interaksi fase diam dan analit, sistem yang digunakan pada praktikum termasuk jenis kromatografi apa? (adsorpsi)
2. Bagaimana sistem kolom yang anda gunakan dalam analisis pada praktikum ini?
  - Jenis: Normal phase ataukah reverse phase (reverse phase, riboflavin polar ikut FG polar terelusi dulu)
  - Fase diam:
  - Fase gerak:
  - Panjang kolom, diameter kolom:
3. Bagaimana evaluasi pemisahan kromatografi hasil praktikum anda? Jelaskan dengan data atau hasil perhitungan!
4. Bagaimana cara mengukur/mengamati waktu retensi apabila analit tidak memiliki warna?
5. Bagaimana cara mengoptimalkan efisiensi kromatografi?

**THE END**

PRAKTIKUM ANALISIS INSTRUMENTAL  
**KROMATOGRAFI KOLOM**