

Buku Ajar

ANALISIS FARMASI I

Disusun Oleh:

Lisda Rimayani Nasution, S.Farm., M.Si., Apt.

Prof. Dr. Masfria, Ms., Apt.

Prof. Dr. Muchlisyam, M.Si., Apt.

Dra. Tuti Roida Pardede, M.Si., Apt.

Dra. Sudarmi., M.Si., Apt.

Yade Metri Permata, S.Farm., M.Si., Apt.

Hafid Syahputra, S.Farm., M.Si., Apt.

KATA PENGANTAR

Buku ini disusun untuk melengkapi pengetahuan tentang metode analisis kualitatif dan kuantitatif berbagai bahan obat dengan reaksi kimia sesuai dengan pengalaman kami di laboratorium Analisis Farmasi. Buku ini dapat dijadikan sebagai bahan ajar dalam Analisis Farmasi I. Buku ini disusun atas kesadaran bahwa identifikasi kimia bahan obat maupun obat-obatan secara konvensional masih dibutuhkan, walaupun dengan kemajuan tingkat teknologi analisis kualitatif dan kuantitatif yang modern, tetapi terbatas terutama untuk mengidentifikasi bahan-bahan yang tidak diketahui. Karena teknologi analisis dengan alat yang modern dan canggih membutuhkan biaya yang besar dan waktu yang lama.

Kami menyadari bahwa buku ini masih jauh dari sempurna dan akan berkembang sesuai dengan perkembangan obat baru. Kami mengharapkan saran dan kritik pembaca dalam kesempurnaan bahan ajar ini. Semoga buku ajar ini bermanfaat bagi kita semua. Terima kasih.

Medan, Oktober 2022

Penyusun

DAFTAR ISI

Kata Pengantar	iii	
Daftar Isi	iv	
Bab I.	Pendahuluan	1
	1.1. Teknik Analisis Kualitatif	1
	1.2. Teknik Penggunaan Alat-alat Analisis Kualitatif dan Kuantitatif	2
Bab II.	Analisis Kering.....	15
	2.1. Uji Nyala	15
	2.2. Uji Pirolisa	17
	2.3. Uji Sublimasi.....	17
Bab III.	Analisis Cepat Kation dan Anion	18
	3.1. Analisis Cepat Kation.....	18
	3.2. Analisis Cepat Anion.....	30
Bab IV.	Analisis Gugus Fungsi.....	43
	4.1. Ikatan Tidak Jenuh	44
	4.2. Gugus Alkohol	46
	4.3. Hidrokarbon Aromatis.....	49
	4.4. Gugus Phenol	51
	4.5. Gugus Enol.....	57
	4.6. Gugus Karbonil	58
	4.7. Gugus Metoksi dan Etoksi.....	64
	4.8. Gugus Karboksilat.....	65
	4.9. Gugus Amin	67
	4.10. Gugus Nitro.....	73
	4.11. Gugus Guanidin.....	75
	4.12. Asam α Amino	76
	4.13. Gugus yang Mengandung Sulfur	78
Bab V.	Analisis Inframerah	87
	5.1. Absorpsi Inframerah.....	87
	5.2. Model Vibrasi.....	88
	5.3. Kegunaan dan Aplikasi Spektroskopi Inframerah.....	90
	5.4. Analisa Sampel Cairan	91
	5.5. Analisis Sampel Padatan	92
	5.6. Penafsiran Spektrum Inframerah	93

Bab VI.	Analisis Senyawa Farmasi yang Mempunyai Unsur C H dan O	96
6.1.	Senyawa CHO dengan Hidroksi Alifatis	96
6.2.	Senyawa CHO dengan Hidroksi Aromatis	110
6.3.	Senyawa CHO dengan Gugus Karboksilat	126
6.4.	Senyawa CHO dengan Gugus Karbonil	142
6.5.	Senyawa CHO Hormon Steroid	148
Bab VII.	Analisis Senyawa Farmasi yang Mempunyai Unsur C H O dan N	167
7.1.	Senyawa CHON dengan Nitrogen Heterosiklis	172
7.2.	Senyawa CHON dengan Amin Aromatis	219
7.3.	Senyawa CHON dengan Amin Alifatis	232
7.4.	Senyawa Nitro Aromatis	254
7.5.	Senyawa Barbiturat	256
Bab VIII.	Analisis Senyawa Farmasi yang Mempunyai Unsur C H O N dan S	263
8.1.	Senyawa CHONS dengan Gugus Tiol dan Disulfan	264
8.2.	Senyawa CHONS dengan Gugus Tio Eter	270
8.3.	Senyawa CHONS dengan Gugus Sulfon dan Sulfonat	277
8.4.	Senyawa CHONS dengan Gugus Sulfon Amida	280
8.5.	Senyawa CHONS dengan p-Amino Benzen Sulfonamida	287
8.6.	Senyawa CHONS dengan Gugus Sulfonil Urea	303
8.7.	Senyawa CHONS dengan Nitrogen dan Sulfur Heterosiklis	307
Bab IX.	Analisis Senyawa Farmasi dengan Metode Titrimetri	329
9.1.	Netralisasi	329
9.2.	Asidimetri/alkalimetri	332
9.3.	Argentometri	333
9.4.	Kompleksometri	335
Daftar Pustaka	337

PENDAHULUAN

1.1 Teknik Analisis Kualitatif

Teknik analisis kualitatif dibedakan atas:

1. Cara kering.
2. Cara basah.

Pada cara kering, percobaan dilakukan terhadap sampel padat. Jika sampel berupa cairan/larutan, lebih dahulu harus dikeringkan/diuapkan, yaitu dengan meletakkannya dalam cawan penguap, lalu dipanaskan di atas penangas air sampai kering. Residu/sisa digunakan untuk uji nyala dan pembakaran (pirolisa).

Pada cara basah, percobaan dilakukan terhadap larutan sampel dalam air. Jika sampel tidak larut dalam air, dicoba berturut-turut melarutkannya sebagai berikut :

- a. dilarutkan dalam air dengan pemanasan,
- b. dilarutkan dalam asam asetat encer,
- c. dilarutkan dalam HCl encer dingin atau dengan pemanasan,
- d. dilarutkan dalam HNO₃ encer dingin atau dengan pemanasan,
- e. dilarutkan dalam HNO₃ pekat.

Untuk setiap percobaan digunakan larutan encer sampel dalam air ($\pm 10 - 50$ mg dalam 5 ml); untuk setiap kali melakukan percobaan digunakan hanya sedikit larutan (beberapa tetes sampai $\frac{1}{2}$ ml atau 1ml). Penambahan pereaksi dilakukan tetes demi tetes; jika diperlukan pereaksi berlebihan, penambahannya tidak boleh terlalu banyak.

Untuk reaksi-reaksi yang menghasilkan endapan atau pembentukan gas, percobaan dilakukan dalam tabung reaksi. Reaksi yang menghasilkan endapan dapat diulangi pada objek glass untuk pengamatan bentuk kristal.

Untuk reaksi yang menghasilkan warna, umumnya percobaan lebih baik dilakukan pada plat tetes (*spot plate*), kecuali jika senyawa yang berwarna akan diekstraksi.

Bila diperlukan kertas reagensia untuk menguji gas yang terbentuk pada suatu reaksi, gunakan kertas saring (dengan ukuran sedikit lebih besar dari mulut tabung reaksi) yang sudah dibasahi dengan 1 tetes air.

Jika diperlukan pemisahan endapan, sebaiknya tidak dilakukan penyaringan, melainkan disentrifugasi; dan cairan di atas endapan

diambil dengan pipet tetes (atau dituang dengan hati-hati ke dalam tabung lain, atau dibuang bila tidak diperlukan).

Hasil percobaan yang menggunakan asam-asam pekat, jika akan dibuang harus diencerkan lebih dulu dengan banyak air, dan bak cuci harus disiram dengan air yang banyak.

1.2 Teknik Penggunaan Alat-alat Analisis Kualitatif dan Kuantitatif

A. Analisis Kualitatif

1. Kawat Nikel Krom

Kawat nikrom adalah kawat yang terbuat dari paduan logam nikel dan chrom, biasanya dipakai pada pemanas. kawat ini memiliki resistansi yang cukup besar dibandingkan kawat tembaga. Fungsi kawat nikrom di laboratorium adalah alat yang digunakan untuk melakukan uji nyala api terhadap bahan kimia tertentu. Mengidentifikasi suatu senyawa di dalam bahan kimia memang dapat dilakukan dengan dengan bantuan kawat nikrom laboratorium. Contohnya saja seperti unsur logam alkali.

2. Kawat tembaga

Seperti kawat nikrom, kawat ini juga digunakan untuk uji nyala yaitu uji belstein. Cara menggunakannya dengan meletakkan sampel diatas kawat lalu dibakar di api untuk melihat nyala warna hijau yang akan membuktikan adanya unsur halogen

3. Cincin pirolisa

Cincin kaca yang berfungsi untuk uji analisis kering pirolisa

4. Cawan penguap

Cawan penguap adalah sebuah instrumen peralatan laboratorium yang digunakan sebagai wadah atau tempat penguapan bahan dari bahan yang tidak mudah menguap, seperti garam dapur, gula dan sejenisnya. Cawan ini terbuat dari keramik atau porselen dan biasanya digunakan dalam proses pemisahan campuran atau kristalisasi.

5. Tabung reaksi

Tabung reaksi, adalah peralatan gelas yang umum ada di laboratorium berbentuk tabung sebesar kira-kira jari tangan manusia dewasa, terbuat dari kaca atau plastik, terbuka di

bagian atasnya, biasanya alasnya berbentuk huruf-U. Tabung reaksi banyak digunakan oleh kimiawan untuk menampung, mencampur, atau memanaskan sejumlah kecil bahan kimia padat atau cair, terutama untuk uji kualitatif. Bagian dasarnya yang bulat dan dindingnya yang lurus berfungsi agar kehilangan saat penuangan minimal, mudah dibersihkan, dan mudah melihat isinya. Lehernya yang panjang dan sempit memperlambat penyebaran uap dan gas ke lingkungan.

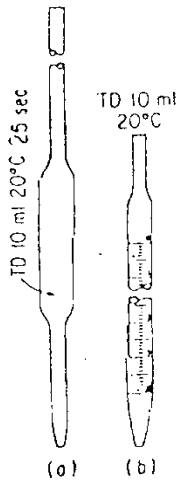
B. Analisis Kuantitatif

1. Pipet

Dikenal beberapa macam pipet antara lain pipet volum dan pipet ukur yang lazim digunakan dalam analisis volumetri.

Pipet Volum dipergunakan untuk memindahkan sejumlah larutan yang diketahui secara teliti volumenya dari satu bejana ke dalam bejana yang lain. Sebelum dipergunakan pipet harus sudah bersih dan harus dibersihkan jika air suling tidak mengering secara merata tetapi meninggalkan titik-titik air yang menempel pada permukaan dalam. Pembersihan dapat dilakukan dengan deterjen atau larutan pencuci. (lihat uraian sebelumnya).

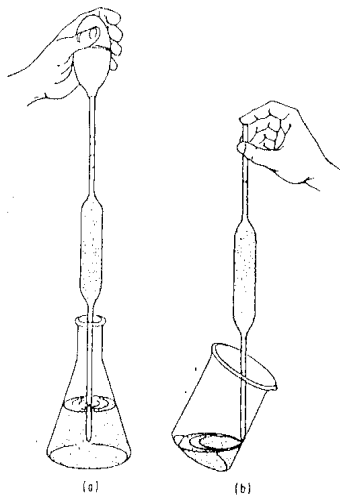
Pengisian pipet dilakukan dengan mengisap larutan secara berhati-hati sampai 2 sentimeter di atas tanda garis goresan atau dengan menggunakan bola pengisap untuk larutan-larutan yang berbahaya, misalnya larutan iodium. Selama pemipetan agar diperhatikan ujung pipet harus terendam cukup dalam dalam larutan. Kedalaman yang kurang akan menyebabkan terisapnya gelembung-gelembung udara. Jari telunjuk kemudian ditempatkan dengan cepat menutupi ujung atas pipet. Pipet diangkat dari larutan dan ujung bawahnya dilap dengan kertas saring/tissue untuk menghilangkan titik-titik air dari permukaan luar. Setelah itu jari telunjuk dibuka sedikit demi sedikit sehingga larutan akan keluar sampai bagian bawah miniskus berimpit dengan garis



Gambar 1.

- a. Pipet volum
- b. Pipet ukur

Volum pipet kemudian dipindahkan keatas erlenmeyer atau beker gelas dan tetesan dikeluarkan perlahan-lahan kedalam bejana yang diinginkan dan dijaga agar tidak memercik. Kedudukan pipet selama mengeluarkan cairan harus tegak lurus. Setelah semua cairan keluar dan pipet menjadi kosong, biarkan selama 30 detik, kemudian ujung pipet disentuhkan pada dinding dalam bejana penampung pada permukaan cairan. Sejumlah volum larutan akan tinggal didalam ujung pipet, tetapi pipet telah ditera untuk memperhitungkan hal ini, maka larutan yang sedikit ini tidak boleh ditiup keluar atau diganggu dengan cara lain.



Gambar 2.

- a. Pipet pengisi cairan dihisap diatas tanda goresan.
- b. Penggunaan jari telunjuk untuk mengatur tinggi cairan di dalam pipet.

Pipet dengan ujung yang rusak tidak boleh dipergunakan. Jika akan memipet larutan baku primer atau sekunder, maka pipet harus dibilas terlebih dahulu sebanyak dua kali dengan larutan tersebut sebelum pemipetan dilakukan.

Biasanya tersedia dalam ukuran 1, 2, 5, 10, 20, 25, 50, dan 100 ml.

Pipet Ukur mempunyai skala seperti halnya buret dan dipergunakan untuk mengukur volum larutan dan lebih tepat dan lebih tepat dipergunakan dari pada dilakukan dengan silinder bersekala. Pipet ukur tidak umum digunakan apabila diperlukan ketepatan tinggi.

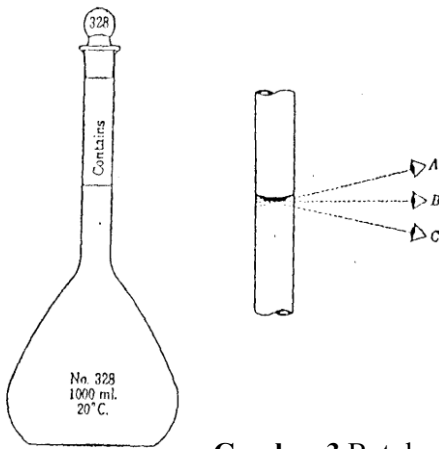
Biasanya tersedia dalam ukuran 1, 5, 10, dan 20 ml.

2. Botol Volumetrik

Botol volumetri disebut juga labu ukur atau labu tentukur. Botol berisi volum yang dinyatakan apabila diisi sedemikian rupa hingga bagian bawah meniskus berimpit dengan garis tanda. Botol volumetrik digunakan apabila diinginkan untuk membuat suatu larutan dengan suatu volum yang diketahui secara teliti. Terutama sekali dipakai untuk pembuatan larutan baku primer atau untuk mengencerkan suatu larutan dengan teliti.

Botol volumetrik mempunyai leher yang sempit, sehingga sedikit perubahan volum akan menaikkan meniskusnya. Kita akan hati-hati sekali dalam penambahan larutan. Jarak antar garis tanda sampai dengan tutupnya cukup besar sehingga memungkinkan ruangan yang cukup untuk mengocok larutan sesudah dicukupkan sampai garis tanda. Biasanya tersedia dalam ukuran 5, 10, 25, 50, 100, 250, 500, 1000 dan 2000 ml.

Apabila suatu padatan akan dilarutkan dalam botol volumetrik, maka padatan yang telah ditimbang teliti (X,XXXX gr) dalam neraca listrik tersebut dimasukkan kedalam botol volumetrik, bilas tempat penimbangan padatan tersebut, tambahkan air suling atau pelarut lain sejumlah tertentu (sedikit lebih setengah volum).



Gambar 3.Botol

Gambar 4 : Kesalahan

- a. Meniskus dibaca terlalu tinggi
- b. Posisi yang benar, tidak ada kesalahan paralitik
- c. Meniskus dibaca terlalu rendah

Kocok sampai semua padatan larut, tambahkan lagi pelarut sampai leher sempit botol volumetrik (sedikit dibawah garis tanda), keringkan bagian dalam leher (diatas garis tanda dengan kertas saring). Penambahan pelarut selanjutnya dilakukan dengan pipet tetes (pipet mata) sampai garis tanda. Kemudian dikocok sampai larutan homogen.

Larutan tidak boleh dipanaskan di dalam botol volumetrik, biarpun terbuat dari gelas pyrex. Ada kemungkinan bahwa botol tidak dapat kembali ke volumenya semula yang tepat setelah didinginkan.

Kebanyakan botol volumetrik mempunyai sumbat dari gelas yang diasah atau terbuat dari polietilen, tutup putar atau tutup pencet plastik. Larutan alkali dapat menyebabkan sumbat gelas " membeku" dan dengan demikian tidak boleh sama sekali disimpan dalam botol yang dilengkapi dengan sumbat yang demikian.

3. Buret

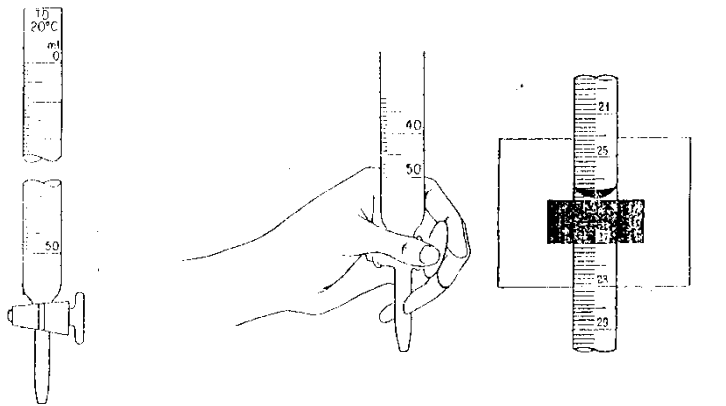
Buret digunakan untuk memberikan volum yang diketahui dengan teliti, tetapi pemakaian yang utama pada titrasi. Buret berupa tabung yang panjang dengan tanda- tanda mililiter. Pda bagian bawah terdapat keran tutup. Sumbat keran tutup dapat terbuat dari gelas ataupun dari Teflon. Kran tutup

teflon tidak memerlukan pelicin tetapi sumbat gelas harus dilumasi dengan pelicin. Pemberian pelumas tidak boleh terlalu banyak, karena akan dapat menyumbat ujung buret. Pelumas harus tampak merata dan jernih serta tidak boleh terdapat partikel pelumas didalam lubang.

Buret harus dibersihkan hati-hati untuk terjaminnya suatu pengeringan larutan yang merata di dalam permukaannya. Dapat dipakai larutan deterjen yang panas dan encer, kemudian dibilas dengan air ledeng dan akhirnya dengan air suling. Jika buretnya masih belum bersih dapat pakai campuran kaliumkromat dan asam sulfat pekat, diamkan selama satu malam ataupun spiritus KOH/NaOH selama 15 menit. Apabila tidak dipergunakan buret harus diisi air suling dan ditutupi untuk mencegah masuknya debu.

Sesudah dipergunakan buret harus dicuci dengan air ledeng dan akhirnya dengan air suling, disimpan diatas rak. Larutan alkali tidak boleh dibiarkan terlalu lama dalam buret karena dapat menyerang gelas, menyebabkan tertutup "membeku" dan buret tidak dapat dipergunakan lagi.

Penting pula diperhatikan pembacaan buret, agar menjadi terbiasa dengan skala yang ada dan mahir dalam memperkirakan pembagian skala. Buret 50 dan 25 ml biasanya berskala dengan interval 0,1 ml, sedangkan buret 10 ml berskala dengan interval 0,05 ml, bahkan ada yang berskala 0,01 ml. Pembacaan harus dilakukan sampai sperseratus mililiter terdekat. Untuk larutan tak berwarna atau berwarna muda pembacaannya dilakukan pada kedudukan bagian bawah meniskus, sedangkan larutan berwarna kuat (gelap) meniskus bawah tidak dapat dilihat, misalnya larutan kaliumpermanganat, maka yang dibaca adalah meniskus atas. Pembacaan yang teliti dilakukan dengan mensejajarkan mata dengan tingginya larutan sehingga tidak terjadi "paralax" dan melontarkan suatu bayangan pada bagian bawah meniskus dengan pertolongan suatu daerah yang dihitamkan pada kertas atau kartu yang dipegang tepat dibelakang buret dengan daerah hitam tadi sedikit dibawah meniskus.



Gambar 6.

Gambar 5. Buret dan cara memegang buret Kartu untuk membaca Meniskus larutan dalam buret

Pengisian buret dilakukan dengan pertolongan suatu corong yang dilakukan pada bagian atas buret dan buret diisi beberapa sentimeter diatas skala nol. Kemudian dilihat apakah terdapat gelembung udara dalam ujung bawah nuret. Gelembung demikian ikut terhitung dalam bagian buret yang berskala sehingga akan menyebabkan kesalahan. Untuk menghilangkan gelembung udara yang mungkin ada, kran buret dibuka besar sehingga larutan akan menolak udara tersebut. Titrasi dimulai sebaiknya dari pentiter yang menunjukkan skala nol. Sebelum pembacaan titik nol dilakukan, maka harus ditunggu selama satu menit setelah pengisian larutan.

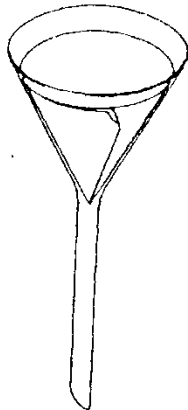
Larutan yang akan dititrasi biasanya dalam suatu botol erlenmeyer atau botol titrasi. Selama titrasi pengaturan pembukaan kran dilakukan dengan tangan kiri dan erlenmeyer titrasi dipegang dengan tangan kanan. Ibu jari dan jari telunjuk diselubungkan pada tangkai tutup kran untuk memutarinya dan digunakan tekanan kedalam untuk mempertahankan kran tutup pada tempatnya. Kedua jari terakhir mendorong pada ujung buret untuk mengimbangi tekanan ke dalam. Titrasi dilakukan dengan mengoyang-goyang secara lembut dan beraturan erlenmeyer titrasi, sementara pentiter diturunkan tetes demi tetes. Jangan menurunkan larutan terlalu cepat. Larutan dari buret jangan dibiarkan menumpuk pada satu bagian saja dari larutan yang akan dititrasi. Oleh karena itu setiap tetesan yang

keluar dan mengenai larutan yang akan dititrasi pada seluruh bagian dengan mengoyang erlenmeyer secara teratur. Ujung buret jangan terlalu jauh dari permukaan larutan yang akan dititrasi, agar tetesan yang turun tidak menyebabkan gemericik.

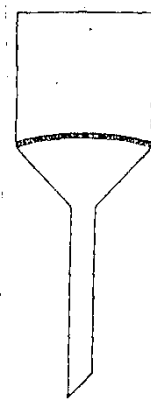
Dekat titik akhir titrasi penetesan dilakukan plan-pelan sekali. Sedikit larutan yang terdapat pada ujung buret dapat ditemukan dengan dinding erlenmeyer dan kemudian dikocok. Kalau pelarutnya air adalah lebih baik mencuci/membilas dinding atas erlenmeyer dengan air suling jika titik akhir titrasi sudah sangat dekat agar tidak terjadi kelebihan larutan pentiter. Titrasi dilakukan dalam cahaya yang cukup tetapi bukan cahaya yang langsung.

4. Corong, Kertas Saring Dan Penyaring Lain

Corong dipakai untuk membantu penyaringan dan besar sudut dengan batangnya 60° . Ukuran corong dilihat dalam diameternya. Dikenal pula corong Buchner yang biasa dipakai untuk menyaring dengan tekanan atau dalam keadaan hampa.



Gambar 7a. Corong



Gambar 7b. Corong Buchner

Dalam penetapan kadar secara gravimetri senyawa yang akan ditetapkan kadarnya dipisahkan dalam bentuk endapan. Endapan kemudian dikumpulkan, dicuci sampai bebas pengotoran yang tidak diharapkan dari larutan induk, dikeringkan dan ditimbang. Atau dikeringkan dan kemudian dipijar sampai beratnya konstant. Ditimbang sebagai endapan sendiri atau telah diubah menjadi bentuk lain. Penyaringan merupakan cara yang umum untuk mengumpulkan endapan.

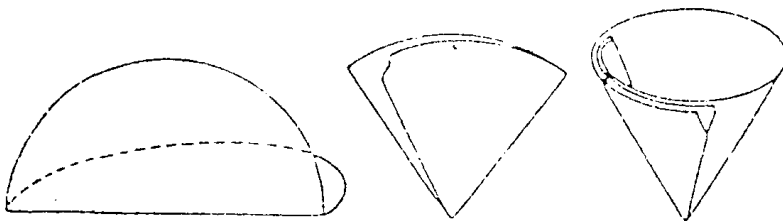
Penyaringan dapat dilakukan dengan corong yang mempunyai kertas saring atau dengan krus saringan.

Penyaringan dengan kertas saring terutama dipakai untuk endapan yang akan dipijar dan beberapa krus saringan untuk temperatur yang tidak terlalu tinggi. Serat selulosa dari kertas saring mempunyai kecenderungan berair untuk mempertahankan lembab dan kertas saring yang memuat suatu endapan tidak dapat dikeringkan dan ditimbang sebagai endapan dengan ketelitian yang memadai.

Selama pembakaran/pemijaran dapat terjadi reduksi oleh karbon dan karbonmonoksida yang terdapat disekeliling endapan. Endapan yang tidak tahan dipijar pada suhu tinggi atau peka terhadap reduksi tidak bisa disaring dengan kertas saring tetapi dengan krus saringan.

Untuk penentuan kuantitatif harus dipergunakan kertas saring yang berkualitas tanpa abu (ash free), berat abunya bisa diabaikan dan untuk pekerjaan sangat teliti dapat dilakukan suatu koreksi. Suatu kertas saring tanpa abu dengan diameter 11 cm akan menghasilkan abu kira-kira 0,0001 gr pada pemijaran. Kertas saring biasa akan meninggalkan banyak abu dan tak dapat dipakai untuk mengumpulkan endapan karena akan menambah berat endapan.

Pada pengeringan kertas saring dilipat sedemikian rupa agar menyediakan ruangan antara kertas saring dan corong. Caranya dapat dilihat dari gambar dibawah ini.



Gambar 8. Cara melipat kertas saring

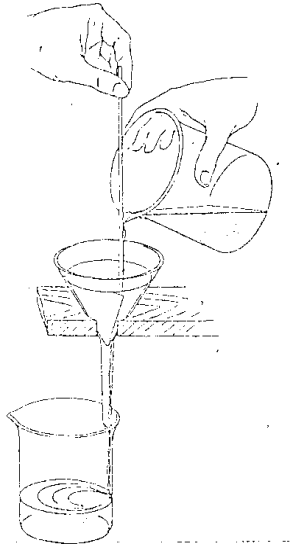
Lipatan kedua dibuat sedemikian rupa sehingga abagian akhir tidak saling mengenai, sepanjang kira-kira 1/8 inci. Kertas saring kemudian dibuka menjadi kerucut. Sudut lipatan sebelah luar pada sisi yang lebih tebal dirobek agar dapat menyesuaikan

kertas dengan corong lebih mudah. Setelah dipasang pada corong, tuangkan air suling, ratakan hati-hati melekatnya kertas (awas sobek). Udara tidak akan masuk kedalam jkalus cairan dan dengan demikian drainase dari tangkai corong akan menimbulkan penghisapan lembut yang akan memudahkan penyaringan. Saringan yang tidak dapat bekerja dengan baik akan menghambat suatu analisa. Akan lebih baik membuiang saringan semacam itu dan membuat yang baru.

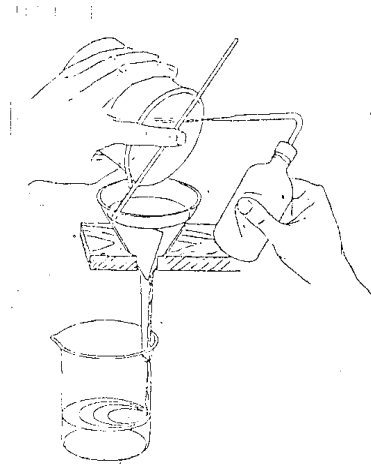
Kertas saring tanpa abu tersedia dalam berbagai ukuran garis tengah. Ukuran man yang akan dipergunakan tergantung dari banyaknya endapan, bukan volum larutan yang disaring. Ukuran kertas saring yang dipakai harus dicocokkan dengan corong yang akan digunakan. Sebaiknya dipakai kertas saring yang kalau dipasang pada corong maka akan berada didalam kerucut sejauh 1 atau 2 cm dari tepi. Endapan yang disaring harus menempati sepertiga kerucut kertas dan tidak boleh lewat dari setengahnya.

5. Pencucian Endapan

Endapan biasanya dicuci dengan air atau dengan larutan lain untuk menghilangkan pengotoran-pengotorannya. Pencucian dilakukan bersama penyaringan. Cara yang lebih baik adalah dengan pegenap tuang (dekantasi). Cairan induk dengan hati-hati dituangkan melalui saringan, sedngkan sebanyak mungkin endapan dipertahankan didalam beker. Setelah cairan induk banyak keluar maka endapan diaduk dengan pencuci di dalam beker gelas dan cairan pencuci dienap tuangkan melalui saringan.



Gambar 9.
Penyaringan dengan kertas saring



Gambar 10.
Penggunaan botol cuci dalam memindahkan endapan.

Pencucian diulang sampai endapan bebas pengotoran. Sisa endapan yang tinggal dalam beker dipindahkan kesaringan dengan pancaran dari botol cuci (botol semprot). Jika endapan melekat pada gelas maka sebaiknya dibersihkan dengan perantaraan karet pembersih.

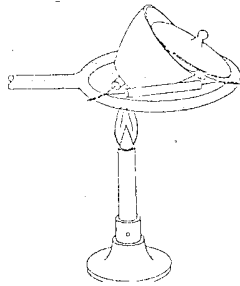
Tangkai corong harus menjulur dengan cukup kedalam bejana yang menerima filtrat dan ujung tangkai corong harus menyentuh permukaan dalam dari bejana untuk menghindari pemercikan filtrat. Filtrat yang keluar harus jernih, adanya kekeruhan menunjukkan sejumlah kecil endapan lari lewat saringan. Kertas saring tidak cocok atau harus dilakukan penyaringan ulang.

Setelah kertas saring mengering di corong, maka bagian atas kertas saring dilipat untuk membungkus endapan dengan sempurna. Pindahkan hati-hati kedalam krus, selanjutnya dilakukan tahap-tahap :

a. Pengeringan endapan dan kertas saring.

Tempatkan krus yang ditutup pada kedudukan miring dalam segitiga dan tempatkan apim kecil di bawah krus kira-kira di tengah-tengah. Nyala api tidak boleh menyentuh krus,

pengeringan terjadi perlahan-lahan dan harus dihindari pemanasan yang terlalu kuat.



Gambar 11. Pemanasan endapan.

b. Pengarangan kertas.

Setelah endapan dan kertas saring kering, tutup krus dalam keadaan terbuka sedikit untuk tempat udara masuk, pemanasan ditingkatkan untuk mengarang kertas dengan membesarkan nyala api. Kertas saring menjadi rapuh dan mengarang tetapi tidak boleh terbakar dengan nyala. Jika kertas menyala, tutuplah krus.

Dalam keadaan ini karbon dapat mereduksi endapan-endapan tertentu dan selama proses pengarangan zat organik menyerupai ter mendestilasi dari kertas, yang terkumpul pada tutup krus. Tetapi ini dapat terbakar pada suhu yang lebih tinggi.

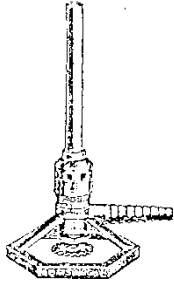
c. Pembakaran habis karbon dari kertas.

Setelah terjadi pengarangan sempurna dari kertas saring, maka besarnya nyala api ditingkatkan sampai dasar krus menjadi merah. Pembesaran dilakukan berangsur-angsur. Sisa karbon dan ter organik terbakar habis pada tahap pembakaran ini. Teruskan pemanasan sampai hilangnya zat berwarna gelap. Sebaiknya krus sekali-sekali diputar-putar, agar semua bagian dipanasi dengan sempurna.

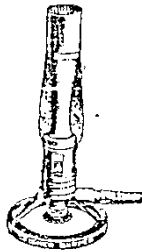
d. Pembakaran tahap akhir.

Pada pembakaran tahap akhir, ambil tutup krus, dan panaskan pada suhu yang sesuai bagi endapan dengan mengatur besarnya api. Pembakar Tirril dan Fisher memberi suhu sekitar 1000°C . Pembakar Meker lebih tinggi lagi, dapat sampai 1200°C . Pembakar ini dipergunakan untuk memijar endapan pada suhu yang lebih tinggi atau untuk merubah suatu senyawa menjadi

bentuk lainnya. Pembakaran tahap akhir dilakukan sampai diperoleh hasil pijar yang bersih tanpa bintik-bintik hitam.



Gambar 12a. Pembakar Tirril



Gambar 12b. Pembakar Meker

Tanur listrik paling banyak dipergunakan pada waktu sekarang dan temprturnya dapat diatur karena diperlengkapi dengan termostat. Mulai dari tempratur rendah sampai tinggi sekitar 1100°C . Zat yang akan dipijar dalam krus dimasukkan kedalam alat ini dan tempratur pelan-pelan dinaikkan sampai tempratur yang dikehendaki. Biarkan selama beberapa waktu sampai didapat sisa pijar yang bersih.

BAB II

ANALISIS KERING

Analisis kering dan reaksi kristal meliputi:

- Uji nyala dengan kawat Ni/Cr dan kawat Cu
- Sublimasi
- Pirolisa

2.1. Uji Nyala

2.1.1. Kawat Ni/Cr.

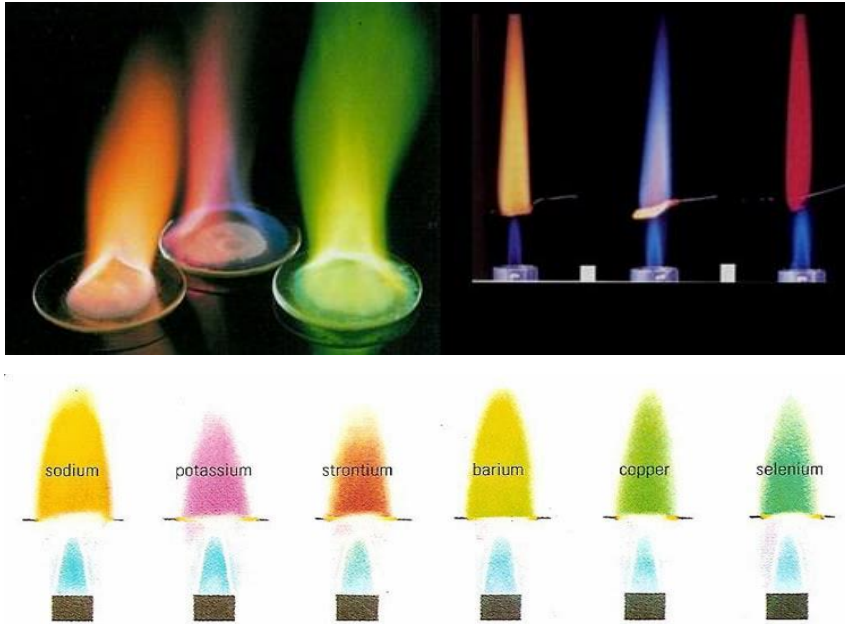
Pada saat suatu atom diberikan energi, seperti energi panas, maka elektron valensi yang berada pada keadaan dasar (*ground energy state*) akan terlempar ke orbital yang energinya lebih tinggi (*excited energy state*) dengan menyerap energi dengan panjang gelombang tertentu, dan pada saat kembali pada keadaan dasar atom tersebut akan melepaskan energi yang sama dengan energi yang diserap dalam bentuk cahaya yang dapat dilihat, panjang gelombang visibel (400-800 nm).

Pengujian menggunakan kawat Ni/Cr dilakukan dengan cara sebagai berikut:

Kawat Ni/Cr dibersihkan dengan cara mencelupkan kawat ke dalam HCl pekat (dalam tabung atau gelas arloji), lalu dibakar. Dilakukan berulang-ulang sampai nyala bunsen pada pembakaran kawat tersebut tidak memberikan warna nyala khusus. Lalu kawat dibasahi dengan HCl pekat dan dicelupkan pada sampel, sehingga ada sedikit sampel melekat pada ujung kawat, lalu dibakar kembali, amati warna nyala dapat dilihat pada gambar 2.1.

Contoh logam yang memberikan reaksi nyala terhadap kawat Ni/Cr dapat dilihat pada tabel berikut.

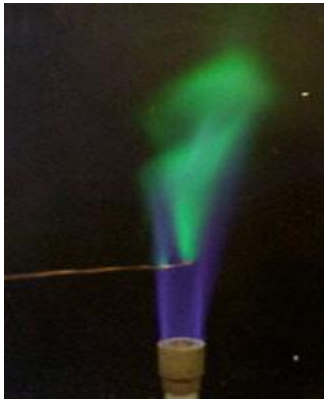
LOGAM	WARNA NYALA
K	Ungu
As	Abu-abu
Ba	Kuning kehijauan
Ca	Merah bata
Na	Kuning keemasan



Gambar 2.1 Uji nyala dengan kawat Ni/Cr

2.1.2. Kawat Cu

Pengujian menggunakan kawat Cu disebut juga dengan *Beilstein Test*. Uji ini dilakukan dengan cara sebagai berikut; kawat tembaga dibersihkan dengan menggosoknya menggunakan kertas pasir, lalu dibakar. Dilakukan berulang-ulang sampai nyala Bunsen pada pembakaran kawat tersebut tidak memberikan warna nyala khusus. Celupkan ujung kawat pada sampel/larutan sampel, bakar dan amati warna nyala. Warna nyala dapat dilihat pada gambar 2.2.



Gambar 2.2 Uji nyala dengan kawat Cu

Unsur yang memberikan nyala terhadap pengujian ini adalah unsur golongan halogenida, yaitu florida, klorida, bromida dan iodida akan memberikan nyala hijau.

2.2. Uji Pirolisa

Uji pirolisa bertujuan untuk mengetahui apakah ada sisa pirolisa atau tidak, jika suatu senyawa anorganik dibakar dan untuk melihat warna sisa pirolisa yang spesifik dari beberapa oksida logam.

Uji ini dilakukan dengan cara berikut:

Sediakan cawan/krus porselin yang bersih. Letakkan sedikit sampel padat dalam cawan, panaskan diatas api, mula-mula dengan api kecil, amati dan catat perubahan warna yang terjadi. Lalu api dibesarkan dan pembakaran diteruskan sampai tidak terjadi perubahan/ tidak ada warna hitam pada cawan. Catat warna sisa pirolisa untuk tiap-tiap sampel .

2.3. Uji Sublimasi

Uji sublimasi bertujuan untuk mengetahui senyawa yang mudah menyublim. Adapun cara melakukannya adalah sebagai berikut:

Sediakan ring sublimasi dan objek glass yang sudah bersih. Letakkan sedikit sampel padat kedalam ring sublimasi yang telah diletakkan di atas objek glass, kemudian tutup ring dengan objek glass lagi dan diatasnya diberi kapas yang telah ditetesi dengan air. Lalu dipanasi dengan api yang tidak terlalu besar. Lihat bentuknya dibawah mikroskop.