

## MODUL PRAKTIKUM KIMIA FISIKA FARMASI



Pas foto terkini

**Pemilik buku**

Nama : \_\_\_\_\_  
(huruf cetak)

NRP : \_\_\_\_\_

Kelas : \_\_\_\_\_

Kelompok : \_\_\_\_\_ No. : \_\_\_\_\_

**LABORATORIUM KIMIA FISIKA FARMASI**  
**FAKULTAS FARMASI**  
**UNIVERSITAS SURABAYA**

## KATA PENGANTAR

Modul ini berisi dua hal berikut ini.

1. Kontrak Pembelajaran Praktikum Kimia Fisika Farmasi dengan tujuan untuk memberikan pemahaman kepada mahasiswa mengenai kompetensi yang harus dicapai dan alur pelaksanaan pembelajaran Praktikum Kimia Fisika Farmasi.
2. Modul Praktikum Kimia Fisika Farmasi ini disusun dengan tujuan untuk membantu mahasiswa agar lebih mudah memahami kegunaan pengukuran parameter Kimia Fisika Farmasi, memahami faktor-faktor yang memengaruhi parameter Kimia Fisika Farmasi maupun pengukurannya dalam bidang Farmasi dan membantu mahasiswa agar dapat melakukan pengukuran parameter Kimia Fisika Farmasi dengan benar.

Urutan materi praktikum yang disajikan dalam Buku Modul Praktikum Kimia Fisika Farmasi ini disesuaikan dengan materi kuliah Kimia Fisika Farmasi. Buku modul ini disusun oleh tim pengajar dan pembimbing praktikum, serta divalidasi oleh Kepala Laboratorium Farmasetika. Evaluasi modul praktikum Kimia Fisika Farmasi dilakukan setiap akhir semester yang merupakan hasil diskusi bersama dengan tim. Hal ini ditujukan agar penyempurnaan pada edisi berikutnya dapat meningkatkan proses pencapaian tujuan pendidikan yang diharapkan. Ucapan terima kasih disampaikan kepada seluruh pihak yang memberikan saran pada modul ini, sehingga modul Praktikum Kimia Fisika Farmasi ini dapat digunakan sebagai penunjang pelaksanaan kegiatan praktikum. Buku ini diharapkan dapat bermanfaat dalam membantu memperdalam pemahaman tentang Kimia Fisika Farmasi.

Salam Hormat,

### **Penyusun**

Dr. apt. Christina Avanti, M.Si.

Dr. apt. Agnes Nuniek W., M.Si.

Dr. apt. Ni Luh Dewi Aryani, M.Si.

Dr. apt. Endang Wahyu Fitriani, M.Farm.

apt. Aditya Trias Pradana, M.Si., Ph.D.

Dr. apt. Cynthia Marisca Muntu, M.Farm.

apt. Karina Citra Rani, M.Farm.

apt. Roisah Nawatila, M.Farm.

apt. Astridani Rizky Putranti, M.Farm.

## DAFTAR ISI

KONTRAK PEMBELAJARAN .....	iv
TATA TERTIB PRAKTIKUM .....	vi
MATERI DAN PELAKSANAAN PRAKTIKUM.....	viii
JADWAL PRAKTIKUM KIMIA FISIKA FARMASI.....	ix
MATERI 1: PENGUKURAN PARAMETER REOLOGI DENGAN VISKOMETER KAPILER .....	1
MATERI 2: PENGUKURAN PARAMETER REOLOGI DENGAN VISKOMETER BOLA JATUH (FALLING BALL) .....	8
MATERI 3: PENGUKURAN PARAMETER REOLOGI DENGAN VISKOMETER <i>CUP</i> AND BOB (STORMER) DAN CONE AND PLATE.....	14
MATERI 4: PENGUKURAN PARAMETER REOLOGI DENGAN ROTOVISKOMETER ( <i>BROOKFIELD</i> ) .....	21
MATERI 5: MIKROMERITIKA: MENENTUKAN SEBARAN UKURAN PARTIKEL SEDIAAN SUSPENSI SECARA MIKROSKOPIS .....	27
MATERI 6: MENENTUKAN VOLUME SEDIMENTASI (F) DAN DERAJAT FLOKULASI ( $\beta$ ) SEDIAAN SUSPENSI.....	35
MATERI 7: UJI KELARUTAN BAHAN OBAT .....	41
MATERI 8: UJI STABILITAS (ST-1; ST-2; ST-3): PENGARUH PERUBAHAN pH DAN SUHU TERHADAP STABILITAS KIMIA LARUTAN BAHAN OBAT .....	46
(ST-1) Pembuatan Larutan Dapar .....	48
(ST-2) Uji Stabilitas Pengaruh pH Terhadap Stabilitas Kimia Larutan Amoksisilin Dalam Berbagai Waktu Penyimpanan .....	53
(ST-3) Uji Stabilitas Pengaruh Suhu Terhadap Stabilitas Kimia Larutan Amoksisilin.....	57
BAHAN DISKUSI DAN BELAJAR MANDIRI.....	62

# KONTRAK PEMBELAJARAN

## 1.1 Deskripsi Praktikum Kimia Fisika Farmasi

Praktikum ini merupakan implementasi dari pemenuhan akan kompetensi farmasis dalam penjaminan mutu sediaan farmasi melalui pengenalan berbagai metode penentuan karakteristik fisika sediaan. Dalam praktikum ini mahasiswa akan belajar membuat perencanaan, melaksanakan pengukuran, menganalisis data hasil pengukuran, dan mendiskusikan hasil pengukuran.

Mahasiswa akan melakukan pengukuran viskositas dan penentuan sifat alir sediaan, pengukuran densitas sediaan, pengukuran kelarutan bahan obat, pengukuran partikel kecil, pengukuran laju sedimentasi, pembuatan larutan dapar, pengukuran pH sediaan, dan pengukuran stabilitas sediaan farmasi melalui penentuan orde reaksi, pengaruh suhu terhadap laju peruraian, katalisis asam basa umum. Capaian pembelajaran yang diharapkan setelah mahasiswa mengikuti Praktikum Kimia Fisika Farmasi, meliputi aspek sikap, pengetahuan, keterampilan umum, dan keterampilan khusus.

## 1.2 Tujuan Praktikum Kimia Fisika Farmasi

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

- membuat perencanaan kerja yang efisien dan efektif dalam melaksanakan berbagai pengukuran,
- melaksanakan pengukuran, menganalisis data hasil pengukuran, mendiskusikan hasil pengukuran, mengumpulkan dan memberi saran,
- melakukan pengukuran viskositas dan penentuan sifat alir sediaan, pengukuran densitas sediaan, pengukuran kelarutan bahan obat, pengukuran partikel kecil, pengukuran laju sedimentasi, pengukuran pH sediaan secara mandiri,
- membuat larutan dapar dan menganalisis pengaruhnya terhadap stabilitas sediaan,
- melakukan pengukuran stabilitas sediaan farmasi dan menganalisis pengaruh suhu terhadap stabilitas sediaan.

## 1.3 TATACARA PENILAIAN

### 1.3.1 Karakter

- Karakter yang dinilai tercermin dari perilaku dan akan dinilai oleh teman kerja dan pembimbing secara jujur, adil, dan bijaksana.
- Karakter unggul tercermin dalam perilaku:
  - kedisiplinan dalam mengikuti segala proses dan kegiatan praktikum,
  - bertanggung jawab terhadap diri dan orang lain, disiplin terhadap waktu dan tugasnya, peka terhadap sekitarnya, rela untuk membantu, mampu bekerjasama, mampu mengambil keputusan dengan cepat dan bijaksana, mampu merancang strategi pelaksanaan kerja dan pembagian tugas, mampu berinteraksi dengan baik dengan teman kerja, petugas administrasi laboratorium dan pembimbing, berkomunikasi secara lisan dan tulisan dengan baik, berpikir kritis, berani bertanya, menjawab pertanyaan, dan mengungkapkan ide, mampu mempresentasikan hasil kerja dengan baik dan sistematis.

### 1.3.2 Tugas

- Praktikan mampu menjawab semua pertanyaan diskusi dengan sistematis, lugas, analitis, logis, dan merujuk pada sumber primer maupun sekunder.

### 1.3.3 Pemahaman Materi

- Praktikan melakukan rancang percobaan dalam bentuk bagan.

- Praktikan harus mengerjakan pertanyaan dasar teori untuk diskusi yang terdapat pada masing-masing materi praktikum.
- Praktikan menjawab dengan lengkap pertanyaan diskusi awal yang ada pada modul sesuai topik praktikum yang akan dikerjakan pada minggu tersebut.

#### 1.3.4 Pelaksanaan Praktikum (jika Luring)

- Praktikan bekerja sesuai dengan bagan percobaan yang disetujui oleh dosen pembimbing.
- Praktikan melakukan pengukuran sesuai SOP.
- Praktikan membawa peralatan yang wajib dibawa sendiri: 2 buah serbet dan 2 buah sudip. Peralatan tersebut wajib dibawa selama praktikum.
- Praktikan cepat bertindak untuk mendapatkan solusi saat terjadi masalah dalam praktikum.

#### 1.3.5 Pelaksanaan Praktikum (jika Daring)

- Praktikan akan ditayangkan video yang berkaitan dengan topik praktikum sebagai gambaran simulasi *real* di lab.
- Praktikan akan diberi simulasi data hasil pengukuran sesuai dengan topik praktikum.
- Praktikan mengolah dan menganalisis hasil data simulasi berdasarkan instruksi yang ada.

#### 1.3.6 Diskusi Kelas dan Kuis

- Praktikan mampu menganalisis hasil pengukuran dan menyimpulkan hasil.
- Praktikan mampu menjawab pertanyaan diskusi yang diberikan oleh dosen pembimbing.
- Praktikan mampu menjawab pertanyaan kuis mengenai topik praktikum yang dikerjakan.

#### 1.3.7 Nilai

- Penilaian praktikum Kimia Fisika Farmasi meliputi komponen sebagai berikut.

##### a. Nilai harian praktikum = 25%

Komponen nilai harian praktikum terdiri atas:

No	Komponen Penilaian Harian Praktikum	Persentase (%)
I	Karakter ( <i>attitude, knowledge, skill</i> )	25%
II	Tugas	15%
III	Pemahaman Materi	25%
IV	Pelaksanaan Praktikum	35%

##### b. Diskusi kelas dan kuis = 25%

Diskusi kelas dan kuis untuk materi percobaan 1 s/d 4 dilaksanakan pada minggu ke-6.

Diskusi kelas dan kuis untuk materi percobaan 5 s/d 8 dilaksanakan pada minggu ke-13.

##### c. Nilai ujian praktikum (UTS/UAS) = 50%

Ujian Tengah Semester (UTS) praktikum adalah ujian tertulis (pemahaman materi) dan penilaian *skill* terkait materi percobaan 1 s/d 4.

Ujian Akhir Semester (UAS) praktikum adalah ujian tertulis (pemahaman materi) dan penilaian *skill* terkait materi percobaan 5 s/d 8.

- Nilai UTS/UAS semester adalah gabungan nilai praktikum dan nilai teori dengan rumus:

$$\frac{(4 \times \text{nilai teori}) + (1 \times \text{nilai praktikum})}{5}$$

- Nilai Semester adalah gabungan dari nilai UTS (40%) dan nilai UAS (60%)

## TATA TERTIB PRAKTIKUM

### Setiap praktikan wajib memperhatikan hal-hal berikut ini.

1. Praktikan membaca dan mempelajari materi percobaan dari kuliah/ pustaka dan mengerjakan tugas teori untuk diskusi yang terdapat pada masing-masing materi praktikum.
2. Hadir tepat pada waktunya (toleransi keterlambatan 15 menit masih berlaku namun berimbas pada nilai 0 dalam poin karakter. Keterlambatan 15 menit hanya ditoleransi maksimal tiga kali, bila sudah terlambat 15 menit sebanyak tiga kali maka berdampak pada pengurangan nilai kehadiran, diskusi awal, dan karakter menjadi 0, serta tidak diperkenankan mengikuti praktikum.
3. Hadir dan berpartisipasi aktif dalam pengarahannya, diskusi, penambahan wawasan dan lain-lain yang terjadwal. **Praktikan dapat mengikuti kegiatan praktikum sesuai jadwal apabila sudah memahami konsep materi yang ada di pertanyaan diskusi awal dan membuat rancang bagan secara lengkap yang terdapat di modul (sesuai topik praktikum yang akan dikerjakan) dan mempelajari modul praktikum.**
4. Pada saat praktikum luring, memakai jas praktikum dan topi pelindung rambut selama praktikum, membawa modul, dan membawa perlengkapan lain (2 buah serbet, 2 buah sudip, ballpoint tinta biru). Praktikan yang tidak mengenakan kelengkapan jas praktikum, sarung tangan, dan topi pelindung rambut; atau tidak membawa perlengkapan akan dikenakan sanksi pada pengurangan poin karakter.
5. Praktikan menyiapkan rancang percobaan dalam bentuk bagan sebelum mulai praktikum.
6. Praktikan menyelesaikan instruksi praktikum dengan seksama dan sesuai ketentuan waktu dalam modul praktikum Kimia Fisika Farmasi.
7. Jika tidak selesai, kelompok wajib menyelesaikan percobaan tersebut sebelum berpindah ke percobaan selanjutnya dan sesuai kesepakatan bersama dosen pembimbing.
8. Praktikan meminta persetujuan hasil olah data kepada pembimbing dan selanjutnya dibuat laporan pengolahan data praktikum dalam tempat yang tersedia dalam modul praktikum.

### CATATAN:

- a. Praktikan wajib mengganti peralatan yang dipecahkan/ dirusakkan ketika terjadi saat praktikum luring berlangsung.
- b. Praktikan wajib menyelesaikan dan mempunyai pengalaman dalam ke-8 percobaan dan diskusi praktikum (**100 % kehadiran praktikum**). Bila karena alasan tertentu praktikan izin tidak bisa mengikuti praktikum **sesuai peraturan Rektor Universitas Surabaya** yang berlaku, praktikan tersebut wajib **melapor kepada Koordinator Praktikum Kimia Fisika Farmasi dan harus mengikuti praktikum pengganti pada jadwal yang disetujui oleh Koordinator Praktikum dan dosen pembimbing praktikum**. Apabila praktikan izin tidak mengikuti praktikum karena sesuatu hal yang **di luar ketentuan izin yang diatur dalam peraturan Rektor Universitas Surabaya**, maka sebagai penggantinya **praktikan harus membuat makalah sesuai topik**

**praktikum tersebut, dan harus melapor kepada Koordinator Praktikum untuk mengganti praktikum, dan tidak diperkenankan presensi pada presensi ADMIK (hanya boleh presensi pada presensi yang merupakan arsip laboratorium).**

- c. Praktikan wajib menulis hasil praktikum pada bagian yang telah disediakan pada modul dan “di acc” oleh dosen pembimbing praktikum.
- d. Praktikan wajib menguasai MS. Excel dan MS. Word.

**Setiap praktikan berhak:**

- a. memperoleh penjelasan/bimbingan tentang pelaksanaan percobaan sesuai metode *Student Centered Learning* (SCL),
- b. memperoleh penjelasan penolakan/perbaikan/pembatalan pengurangan nilai dari pembimbing.
  - Pengulangan percobaan, dikenakan denda senilai harga bahan yang dibutuhkan (ketika praktikum luring).
  - Jika daring, apabila terpaksa keluar dari zoom saat praktikum daring berlangsung untuk keperluan apapun, wajib meminta izin pembimbing, dan melapor kembali kepada pembimbing setelah kembali melalui *private chat* ke pembimbing.

# MATERI DAN PELAKSANAAN PRAKTIKUM

## A. Urutan percobaan/materi (bukan judul percobaan)

1. Pengukuran Parameter Reologi Dengan Viskometer Kapiler (Ostwald)
2. Pengukuran Parameter Reologi Dengan Viskometer Bola Jatuh (*Falling-sphere viscometer*)
3. Pengukuran Parameter Reologi Dengan Viskometer *Cup and Bob* (*Stormer*) dan *Cone and Plate*
4. Pengukuran Parameter Reologi Dengan Rotoviskometer (*Brookfield*)
5. Penentuan Sebaran Ukuran Partikel Sediaan Suspensi Secara Mikroskopis
6. Penentuan Volume Sedimentasi dan Derajat Flokulasi Sediaan Suspensi
7. Pengujian Kelarutan Bahan Obat
8. Pengujian Stabilitas Larutan Bahan Obat:
  - a. pembuatan larutan dapar,
  - b. pengaruh perubahan derajat keasaman/pH,
  - c. pengaruh perubahan suhu.

## B. Pelaksanaan

- Sampai dengan UTS (7 minggu praktikum) wajib menyelesaikan 4 (empat) jenis percobaan dan diskusi kelas untuk percobaan materi 1 s/d 4.
- Antara UTS s/d UAS (7 minggu praktikum) wajib menyelesaikan 4 (empat) jenis percobaan dan diskusi kelas untuk percobaan materi 5 s/d 8.

## C. Jadwal Praktikum dan Pedoman Penilaian

Materi percobaan untuk tiap kelompok di setiap minggu dan lembar penilaian dapat dilihat pada halaman IX.

## JADWAL PRAKTIKUM KIMIA FISIKA FARMASI

### Jadwal Praktikum minggu ke-1 s/d ke-7 (periode UTS)

KELOMPOK	Minggu ke:						
	1	2	3	4	5	6	7
1	Penjelasan awal dan latihan penggunaan instrumen untuk materi 1-4	KP	BJ	CB	RV	Diskusi akhir materi 1-4 dan kuis	Evaluasi dan umpan balik praktikum
2		KP	BJ	CB	RV		
3		BJ	CB	RV	KP		
4		BJ	CB	RV	KP		
5		CB	RV	KP	BJ		
6		CB	RV	KP	BJ		
7		RV	KP	BJ	CB		
8		RV	KP	BJ	CB		

### Jadwal Praktikum minggu ke-8 s/d ke-14 (periode UAS)

KELOMPOK	Minggu ke:						
	8	9	10	11	12	13	14
1	Penjelasan awal, pelatihan pengolahan data dengan excel, dan penggunaan instrumen untuk materi 5-8	SD-MK	ST1	ST2-3	KL	Diskusi akhir materi 5-8 dan kuis	Evaluasi dan umpan balik praktikum
2		SD-MK	ST1	ST2-3	KL		
3		KL	SD-MK	ST1	ST2-3		
4		KL	SD-MK	ST1	ST2-3		
5		ST1	ST2-3	SD-MK	KL		
6		ST1	ST2-3	SD-MK	KL		
7		ST1	ST2-3	KL	SD-MK		
8		ST1	ST2-3	KL	SD-MK		

#### Keterangan materi percobaan:

KP = Viskometer kapiler (*Ostwald*)

BJ = Bola jatuh (*Falling-sphere viscometer*)

CB = Viskometer *Cup and Bob* (*Stormer*)

RV = Rotoviskometer (*Brookfield*)

SD-MK= Sedimentasi dan Mikromiretik (materi 5 dan materi 6)

KL = Uji Kelarutan

ST-1= Pembuatan larutan dapar

ST-2= Uji Stabilitas → Pengaruh pH terhadap stabilitas

ST-3= Uji Stabilitas → Pengaruh suhu terhadap stabilitas

*\*ST2-3 pembagian pengerjaannya adalah kelompok genap mengerjakan ST2 dan kelompok ganjil mengerjakan ST3. Data keduanya dipakai bersama.*

**FORM PENILAIAN HARIAN PRAKTIKUM KIMIA FISIKA FARMASI**

**MATERI** : VISKOMETER KAPILER  
**KELAS** :  
**KELOMPOK** :

ASPEK	NILAI (Nama dan NRP)				
<b>1. KARAKTER (25)</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Kehadiran (tidak terlambat lebih dari 15 menit, jika terlambat maka poin karakter semuanya nol)</li> <li>• <i>Attitude, knowledge, skill</i> selama mengikuti praktikum</li> </ul>					
<b>2. TUGAS (15) DIISI OLEH PENGOREKSI JURNAL DAN LAPORAN</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Praktikan mampu menyusun dan mengerjakan semua pertanyaan dasar teori, perhitungan analisis data, pertanyaan pembahasan, hingga kesimpulan dan saran dengan sistematis, lugas, dan logis didasarkan pada literatur</li> </ul>					
<b>3. PEMAHAMAN MATERI (25)</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Memahami bagan rancang percobaan (5)</li> <li>• Memahami pertanyaan dasar teori (10)</li> <li>• Menjawab pertanyaan saat berdiskusi dengan dosen dengan baik (10)</li> </ul>					
<b>4. PELAKSANAAN PRAKTIKUM (35)</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Mencatat suhu dan kelembaban ruang praktikum (5)</li> <li>• Memahami <i>skill</i> pengukuran viskositas cairan dengan viskometer <i>Ostwald</i> (15)</li> <li>• Memahami <i>skill</i> penentuan berat jenis cairan dengan piknometer (15)</li> </ul>					
<b>TOTAL NILAI (MAKS 100)</b>					

## LEMBAR PERSETUJUAN KONTRAK PEMBELAJARAN

Kontrak pembelajaran disetujui oleh:

Nama / kelas	Tanda tangan	Nama / kelas	Tanda tangan	Nama / kelas	Tanda tangan
/A		/D		/G	
/B		/E		/H	
/C		/F			

Saya yang bertanda tangan di bawah ini,

Nama:

NRP:

No. HP:

Email *student*:

Email pribadi:

telah memahami, menyetujui dan bersedia untuk menjalankan Praktikum Kimia Fisika Farmasi sesuai dengan kontrak pembelajaran.

Mengetahui,

**apt. Roisah Nawatila, S.Farm., M.Farm**  
**PJMK**

**Praktikan**

# MATERI 1

## PENGUKURAN PARAMETER REOLOGI DENGAN VISKOMETER KAPILER

### Beberapa Dasar Teori Untuk Diskusi:

- Sebutkan parameter reologi yang ada di pustaka!
- Bagaimanakah persamaan viskositas secara umum?
- Apakah yang dimaksud dengan viskositas 1 *poise*?
- Bagaimanakah prinsip kerja pengukuran viskositas dengan viskometer kapiler?
- Mengapa viskometer Ostwald dikategorikan sebagai *one point instrument*? Apa bedanya dengan *multi point instrument*?
- Apa saja keterbatasan viskometer kapiler dalam mengidentifikasi parameter reologi suatu bahan?
- Apakah bisa melakukan perhitungan viskositas suatu cairan dengan viskometer kapiler tanpa cairan pembanding?
- Mengapa pada saat pengukuran viskositas dengan viskometer kapiler harus dipastikan tidak ada gelembung atau partikel kecil pada pipa kapiler?
- Pada percobaan penentuan viskositas dengan viskometer kapiler, manakah yang merupakan *shearing stress* dan manakah yang merupakan *rate of shear*?
- Apakah viskometer Ostwald dapat digunakan untuk menentukan suatu cairan memiliki sifat alir Newtonian atau non-Newtonian?

### 1. CAPAIAN PEMBELAJARAN

- Praktikan mampu melakukan pengukuran densitas dengan piknometer sesuai *standart operating procedure* (SOP).
- Praktikan mampu melakukan pengukuran viskositas dengan viskometer kapiler.
- Praktikan mampu menganalisa pengaruh perbedaan komposisi larutan terhadap waktu alir dan viskositas.

### 2. TEORI

Viskometer kapiler merupakan salah satu viskometer yang tergolong sebagai alat ukur satu titik (*one point instrument*) karena penggunaan viskometer kapiler hanya dapat menghasilkan satu titik parameter reologi yaitu viskositas.

Pengukuran viskositas dengan viskometer ini didasarkan pada persamaan *Poiseuille* untuk aliran zat cair melalui tabung kapiler, yang dinyatakan dalam persamaan matematis sebagai berikut:

$$\eta = \frac{\pi r^4 t \Delta P}{8 l V}$$

dengan ketentuan  $\eta$  menyatakan viskositas cairan,  $r$  menyatakan jari-jari tabung kapiler,  $t$  menyatakan waktu alir,  $\Delta P$  menyatakan perbedaan tekanan ujung atas dan ujung bawah pipa kapiler pada saat cairan mengalir,  $l$  menyatakan panjang pipa kapiler, dan  $V$  menyatakan volume cairan.

Bila jari-jari kapiler dan panjang kapiler bersifat konstan sehingga volume cairan yang mengalir pada viskometer juga konstan, maka persamaan Poiseuille dapat dinyatakan menjadi:

$$\eta = K t \Delta P$$

K (tetapan alat) sebanding dengan  $\frac{\pi r^4}{8 l V}$

Perbedaan tekanan tergantung pada densitas cairan, percepatan gravitasi bumi, dan perbedaan tinggi cairan pada kedua lengan viskometer, sedangkan percepatan gravitasi bumi bersifat konstan. Bila digunakan bahan yang sudah diketahui densitasnya ( $=\rho_0$ ) serta viskositasnya ( $=\eta_0$ ) sebagai standar, dan dilakukan pengukuran pada viskometer kapiler yang sama maka dapat ditentukan viskositas relatif cairan lainnya dengan persamaan:

$$\eta_{rel} = \frac{\eta_1}{\eta_0} = \frac{K \rho_1 t_1 g}{K \rho_0 t_0 g} = \frac{\rho_1 t_1}{\rho_0 t_0}$$

Viskometer kapiler atau viskometer Ostwald digunakan untuk menentukan viskositas cairan Newtonian.

Viskositas larutan ideal yang terbentuk dari campuran dua atau lebih cairan Newtonian, bila tidak saling berinteraksi maka **secara teoretis viskositas campurannya** dapat dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\frac{1}{\eta_{gab.}} = \frac{1}{\eta_1} V_1 \text{ (rasio)} + \frac{1}{\eta_2} V_2 \text{ (rasio)}$$

dengan ketentuan  $\eta_{gab.}$  merupakan viskositas larutan gabungan, sedangkan  $V$  menyatakan fraksi volume cairan masing-masing.

### 3. PERCOBAAN

#### a. Bahan

Bahan yang dipakai dalam praktikum ini, meliputi:

1. *Aquadest*
2. Etanol p.g
3. Aqua : etanol 1:3
4. Aqua : gliserin 4:1

#### b. Alat

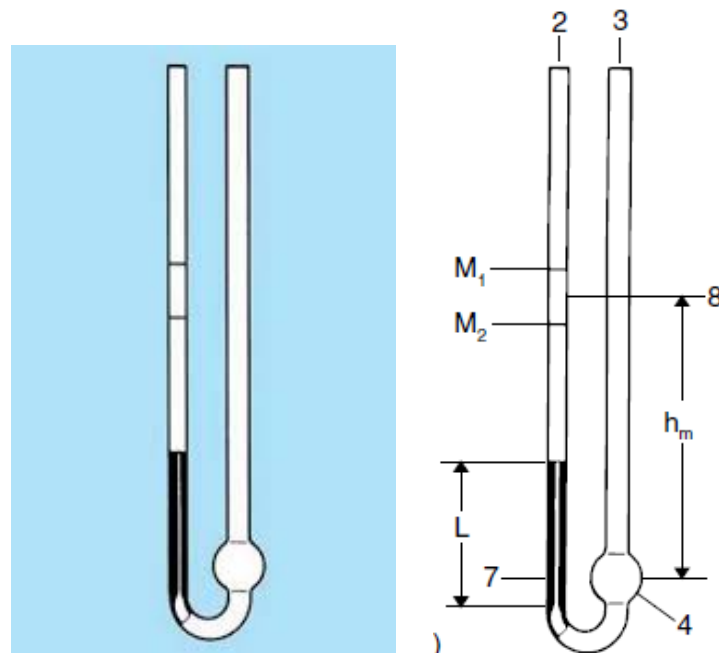
Alat yang dipakai dalam praktikum ini, adalah:

- Viskometer kapiler ► *Catat Nama, Merk dan Spesifikasi alat*
- Tiang penyangga dan penjepit
- Karet penghisap (*ball filler*)
- Pipet volume 3 mL
- Piknometer
- Gelas ukur
- Gelas piala
- Corong
- Batang Pengaduk
- *Stopwatch*

c. Cara Kerja

► *Catat suhu ( $T$ ) dan kelembaban udara ( $RH$ ) ruang praktikum.*

1. Posisikan viskometer dengan tegak pada tiang penyangga dan dijepit dengan penjepit.
2. Pipet cairan sebanyak 3,0 ml, dan masukkan ke dalam pipa lengan viskometer yang lebar.
3. Hisap cairan di dalam viskometer dengan karet penghisap (*ball filler*) hingga melewati batas atas pada pipa kapiler.
4. Nyalakan *stopwatch* pada saat meniskus menyinggung batas atas dan matikan pada saat meniskus menyinggung batas bawah pipa kapiler pada viskometer.
5. Catat waktu yang diperlukan oleh cairan untuk melewati dua batas tersebut ( $M_1$  dan  $M_2$  pada gambar 1)  $\rightarrow t_1$
6. ulangi percobaan  $\rightarrow t_2; t_3$
7. tentukan massa jenis cairan menggunakan piknometer sesuai dengan SOP yang terdapat pada halaman 7.



**Gambar 1.** Viskometer kapiler (*Ostwald*)

## ***STANDARD OPERATING PROCEDURE (SOP) PENENTUAN DENSITAS DENGAN PIKNOMETER***

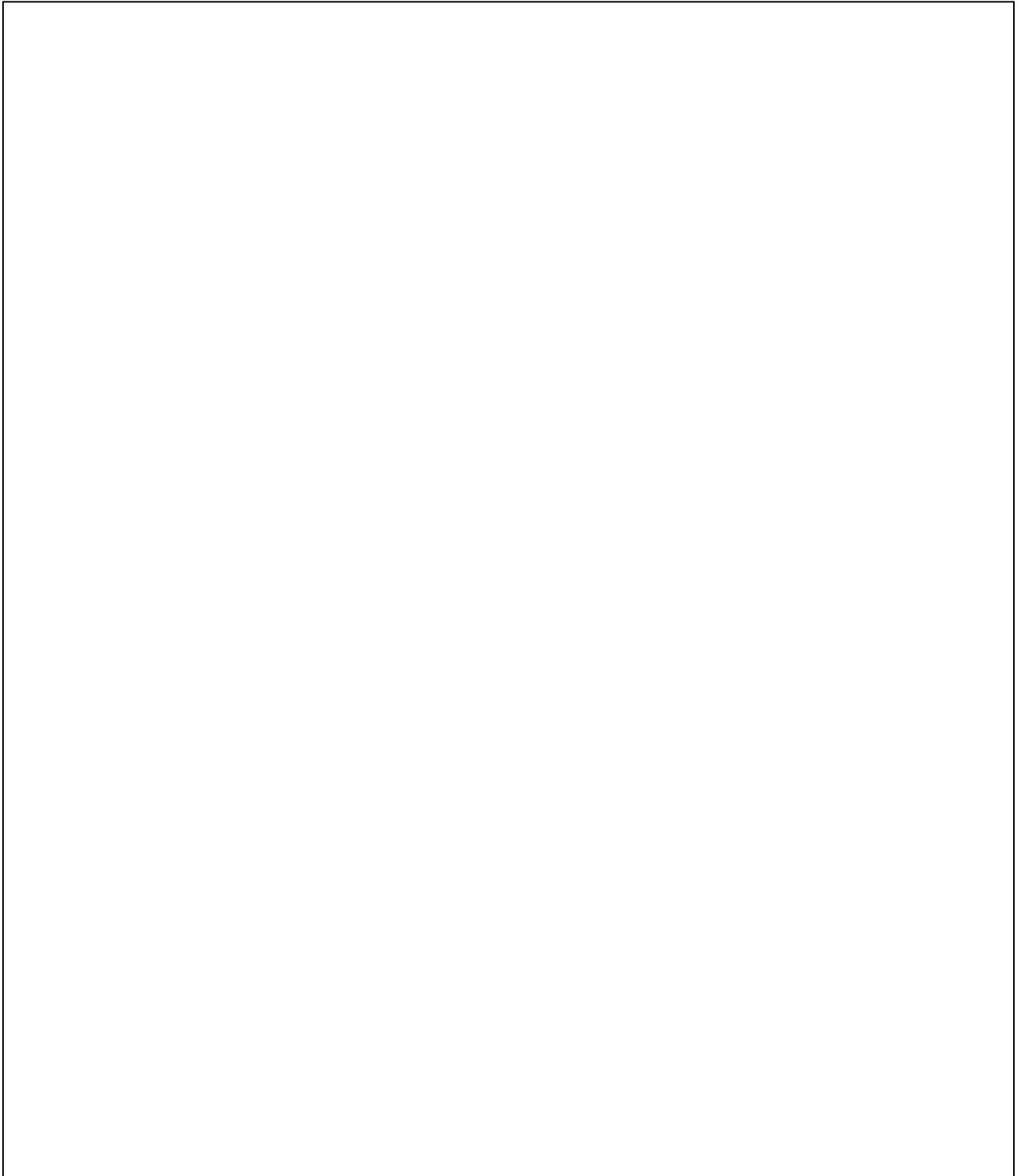
1. Piknometer dibersihkan dan dikeringkan.
2. Timbang secara akurat piknometer tersebut, dan catat beratnya = **m**.
3. Lepaskan bagian penutup dari tabung/kapiler.
4. Sampel didinginkan hingga mencapai suhu 1-3° lebih rendah dari suhu yang ditentukan (T° C).
5. Isi piknometer dengan sampel tersebut secara hati-hati, hindari adanya gelembung udara.
6. Diamkan di suhu kamar sampai suhu pada termometer naik dan menunjukkan suhu yang ditentukan (...°C), apabila terdapat cairan sampel mencapai di atas “tanda”, maka ambil bagian sampel yang berada di atas “tanda” melalui sisi lengan pikno dengan bantuan sudip, kemudian pasang kembali bagian penutupnya, pastikan tidak ada gelembung udara.
7. Bersihkan bagian permukaan secara menyeluruh.
8. Timbang secara akurat, catat beratnya = **m1**.
9. Hitung densitas menggunakan persamaan seperti berikut:

$$\rho = \frac{m1 - m}{V}$$



**Gambar 2.** Piknometer

#### 4. BAGAN RANCANG PERCOBAAN



5. DATA DAN PERHITUNGAN

Pencatatan suhu dan kelembaban ruang

Suhu:

Kelembaban:

Tabel 1.1 Densitas Berbagai Larutan Percobaan

Parameter	Aqua purificata	Etanol p.g.
$m_{\text{pikno+bahan}}$		
$m_{\text{pikno}}$		
$m_{\text{bahan}}$		
$V_{\text{pikno}}$		
$\rho_{\text{bahan}}$		

Tabel 1.2 Densitas Berbagai Campuran Larutan Percobaan

Parameter	Aqua: Etanol =1:3	Aqua: Gliserin = 4:1
$m_{\text{pikno+bahan}}$		
$m_{\text{pikno}}$		
$m_{\text{bahan}}$		
$V_{\text{pikno}}$		
$\rho_{\text{bahan}}$		

**PENGUKURAN VISKOSITAS CAIRAN UJI DENGAN VISKOMETER KAPILER**

Tipe viskometer kapiler yang digunakan: .....

Diameter pipa kapiler: .....

Tabel 1.3 Pengaruh Perbedaan Komposisi Larutan Terhadap Waktu Alir dan Viskositas

Bahan	Waktu alir (detik)			$t_{\text{rata2}}$	$\eta_{\text{rel}}$	$\eta_{\text{abs}}$	$\eta_{\text{kinematis}}$
	$t_1$	$t_2$	$t_3$				
Aqua purificata							
Etanol p.g							
Aq: Etanol =1:3							
Aq:Gliserin=4:1							

Menurut pustaka besarnya viskositas masing-masing cairan tersebut adalah:

1. Aqua purificata: ..... pada suhu ..... (pustaka .....)
2. Etanol p.g: ..... pada suhu ..... (pustaka .....)
3. Gliserin p.g: ..... pada suhu ..... (pustaka .....)

## 6. PEMBAHASAN

### Pertanyaan penuntun:

- a. Manakah diantara H<sub>2</sub>O, Gliserin, dan EtOH 90% yang viskositasnya lebih besar, coba saudara urutkan dan jelaskan mengapa bahan yang satu dapat memiliki viskositas yang lebih besar daripada bahan yang lain!
- b. Bagaimanakah hasil perhitungan viskositas **campuran** bahan secara teoretis (perhitungan dengan rumus) bila dibandingkan dengan hasil percobaan, mengapa terjadi kesamaan atau perbedaan ? Coba saudara jelaskan!
- c. Berdasarkan *manual book* viskometer kapiler (Ostwald) terdapat beberapa tipe kapiler dengan ukuran diameter kapiler yang berbeda. Mengapa viskometer kapiler (Ostwald) didesain dalam beberapa tipe dengan diameter kapiler yang berbeda?
- d. Uraikanlah yang Saudara ketahui terkait viskositas kinematik, viskositas absolut, dan viskositas relatif! Sebutkan satuannya!

## 7. KEPUSTAKAAN

Sinko PJ, 2012, *Physical Pharmacy and Pharmaceutical Sciences* 6<sup>th</sup> ed., Lippincott Williams and Wilkins.

## MATERI 2

### PENGUKURAN PARAMETER REOLOGI DENGAN VISKOMETER BOLA JATUH (*FALLING BALL*)

#### Beberapa Dasar Teori Untuk Diskusi:

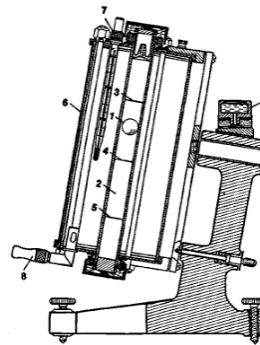
- a. Bagaimanakah prinsip kerja pengukuran viskositas dengan viskometer bola jatuh?
- b. Mengapa viskometer bola jatuh dikategorikan sebagai *one point instrument*?  
Apa bedanya dengan *multi point instrument* ?
- c. Sebutkan beberapa keterbatasan viskometer bola jatuh dalam mengidentifikasi parameter reologi suatu bahan!
- d. Sebutkan kelebihan viskometer bola jatuh apabila dibandingkan dengan viskometer kapiler!
- e. Bagaimana cara kerja viskometer bola jatuh dikaitkan dengan rumus viskositas?
- f. Berapakah syarat validitas waktu yang dipersyaratkan untuk pemilihan bola? Mengapa harus demikian?
- g. Pada percobaan ini, manakah yang berperan sebagai *shearing stress* dan *rate of shear*?
- h. Mengapa sebelum melakukan pengukuran viskositas suatu cairan, tabung pada viskometer bola jatuh harus terbebas dari gelembung udara?
- i. Apakah viskometer bola jatuh dapat digunakan untuk menentukan suatu cairan memiliki sifat alir Newtonian atau non-Newtonian?

#### 1. CAPAIAN PEMBELAJARAN

- a. Praktikan dapat melakukan pengukuran viskositas menggunakan viskometer bola jatuh.
- b. Praktikan dapat membedakan sifat alir Newtonian dan non-Newtonian menggunakan viskometer bola jatuh.
- c. Praktikan dapat menganalisa pengaruh densitas bola terhadap waktu jatuh bola.
- d. Praktikan dapat menganalisa pengaruh densitas cairan terhadap waktu jatuh bola dan viskositas.

#### 2. TEORI

Viskometer bola jatuh merupakan salah satu viskometer yang dipakai untuk mengukur cairan jernih yang bersifat Newtonian. Pada viskometer ini sebuah bola kaca atau baja menggelanding ke bawah di dalam cairan percobaan yang ditempatkan dalam tabung gelas. Tabung gelas tersebut dipasang pada posisi tegak dengan kemiringan tertentu dan suhu percobaan diatur konstan.



**Gambar 3.** Viskometer *Falling Ball*

Hasil percobaan dinyatakan sebagai viskositas dinamis dengan menggunakan satuan standar absolut internasional, yaitu mili Pascal detik (**mPa. det = centi Poise = cP**).

Adapun perhitungan viskositas bahan yang diperiksa dinyatakan dalam persamaan matematik sebagai berikut:

$$\eta = t (S_b - S_f) B$$

dengan ketentuan:

$\eta$  = viskositas cairan

$t$  = waktu jatuh bola di antara dua garis tanda teratas dan terendah (detik)

$S_b$  = massa jenis bola ( $\text{g/cm}^3$ )

$S_f$  = massa jenis cairan ( $\text{g/cm}^3$ )

$B$  = tetapan bola ( $\text{mPas.cm}^3/\text{g.s}$ )

### 3. PERCOBAAN

#### a. Bahan

Bahan yang dipakai dalam praktikum ini, meliputi:

1. Sorbitol p.g
2. Sirup

#### b. Alat

Alat yang dipakai dalam praktikum ini, meliputi:

- Viskometer bola jatuh → *Catat Nama, Merk dan Spesifikasi*
- Mikrometer sekrup
- Gelas piala
- Cawan porselin
- Gelas ukur
- Timbangan gram dan miligram
- Batang Pengaduk
- Piknometer
- Corong
- *Stopwatch*
- Batang pembersih alat

#### c. Cara Kerja

► *Catat suhu (T) dan kelembaban udara (RH) ruang praktikum.*

1. Ambil cairan yang akan diukur.
2. Posisikan viskometer di atas meja dengan gelembung udara tepat di tengah tanda.
3. Bukalah penutup jaket (*area water mantel*), isilah dengan *Aquadest* hingga penuh dan tutuplah kembali.
4. Buka tutup tabung gelas di tengah, masukkan sumbat pada bagian bawah, tutuplah bagian bawah (pastikan sudah rapat), isikan cairan yang akan diperiksa sampai penuh → *catat suhu water mantel.*
5. Pastikan tidak boleh ada gelembung udara di dalam tabung gelas.

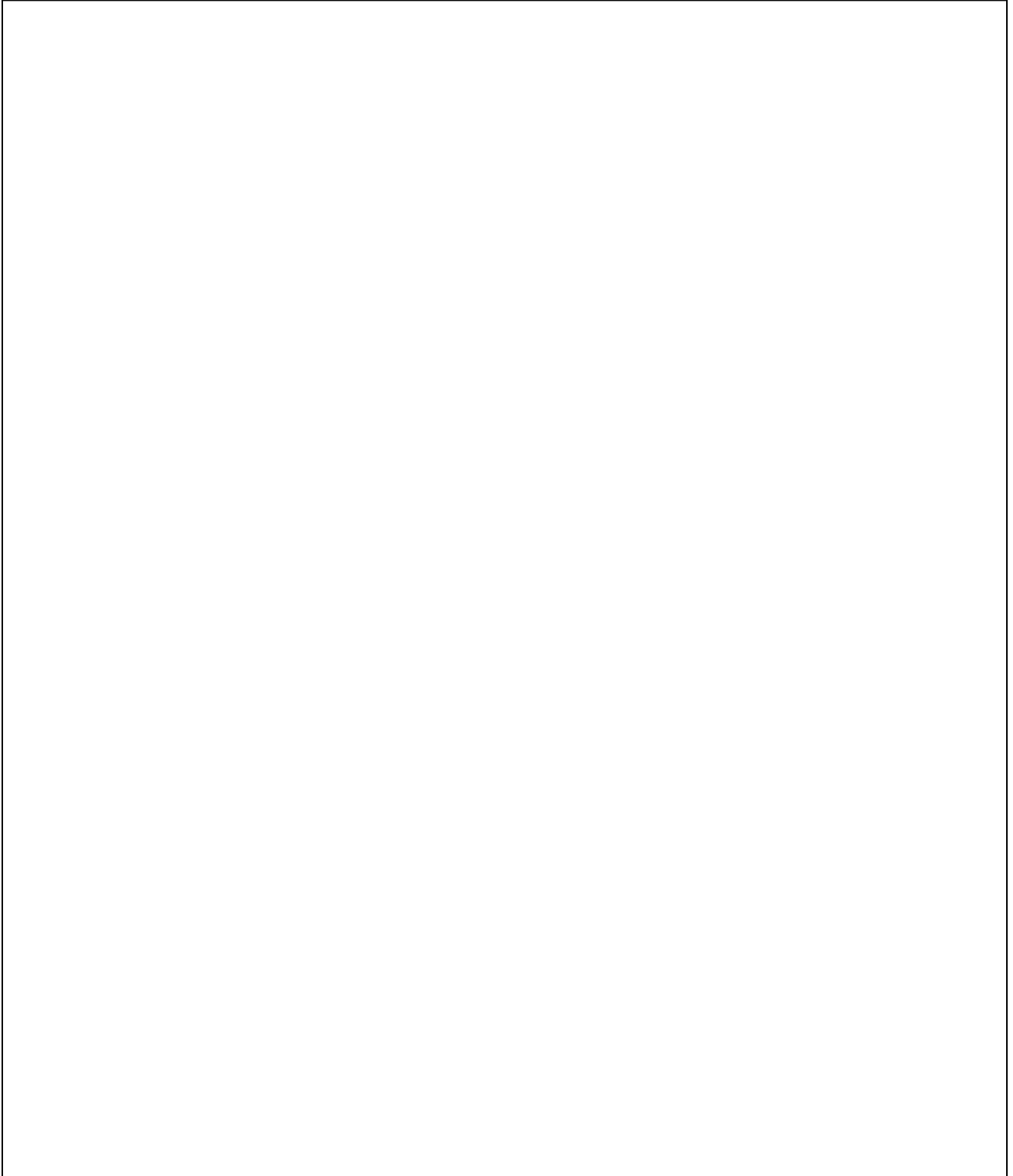
6. Pemilihan bola

Gunakan bola yang sesuai untuk setiap cairan. Masukkan bola dan amatilah waktu jatuh bola di antara batas teratas dan terbawah (waktu tempuh bola diantara 2 batas tersebut harus **lebih besar dari 30 detik**), tutuplah dengan sumbat anti gelembung dan tutuplah dengan penutup tabung.

CATATAN: Jika tidak memenuhi ketentuan (waktu bola untuk melewati batas tAnda kurang dari 30 detik), keluarkan bola dan masukkan kembali cairan kemudian gantilah dengan bola yang lain sampai diperoleh bola yang memenuhi syarat.

7. Catat waktu jatuh bola diantara dua tAnda paling atas dan paling bawah (**t1**).
8. Balikkan posisi tabung gelas ditengah, amati waktu jatuh bola (**t2**) dan lakukan hal yang sama untuk **t3**.
9. Keluarkan bola, masukkan lagi cairan yang sama, pilihlah bola yang berbeda massa jenisnya dengan penagamatan bola pertama, dan amati waktu jatuhnya (**t4**).
10. Lakukan hal yang sama untuk semua cairan yang akan diperiksa.
11. Bersihkan viskometer dengan *Aquadest* dan jika perlu etanol. Gunakan batang pembersih.

#### 4. BAGAN RANCANG PERCOBAAN



## 5. DATA DAN PERHITUNGAN

Tabel 2.1 Waktu Jatuh Bola Pada Berbagai Cairan Percobaan

Bahan Percobaan	Waktu jatuh bola (detik)				Konstanta B (Bola pertama $t_1-t_3$ )	Konstanta B (Bola kedua $t_4$ )
	Bola pertama			Bola kedua		
	$t_1$	$t_2$	$t_3$	$t_4$		

Tabel 2.2 Densitas Pada Berbagai Cairan Percobaan

Parameter	Sorbitol	Sirup
$M_{\text{pikno+bhn}}$		
$M_{\text{pikno}}$		
$M_{\text{bahan}}$		
$V_{\text{pikno}}$		
$\rho_{\text{bahan}}$		

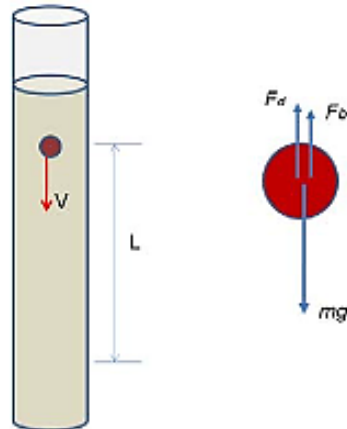
Tabel 2.3 Viskositas Berbagai Cairan Percobaan

Bahan	Viskositas( cPs)			
	Bola pertama ( $t_1-t_3$ )			Bola kedua ( $t_4$ )
	$\eta_1$	$\eta_2$	$\eta_3$	$\eta_4$

## 6. PEMBAHASAN

Pertanyaan penuntun:

- Manakah di antara cairan yang diperiksa yang viskositasnya lebih besar? Coba Saudara urutkan dan jelaskan mengapa cairan yang satu dapat memiliki viskositas yang lebih besar daripada cairan yang lain.
- Bagaimanakah hasil perhitungan viskositas cairan setelah diganti dengan bola yang massa jenisnya berbeda, adakah perbedaan harga viskositas yang berarti dibandingkan dengan viskositas yang diperoleh dari perhitungan dengan  $t_4$ ?
- Pelajarilah fungsi masing-masing bagian viskometer bola jatuh (*Falling Ball*) dan fungsinya!
- Uraikan mekanisme penentuan viskositas cairan uji dengan viskometer *falling ball* berdasarkan gambar di bawah ini. Jelaskan gaya apa sajakah yang terlibat dalam fenomena tersebut dan kaitkan dengan Hukum Stokes. Turunkan persamaan Hukum Stokes tersebut hingga menjadi persamaan untuk menentukan viskositas pada viskometer *falling ball* (nyatakan dalam persamaan matematis)!



- e. Apabila seluruh bola yang tersedia tidak ada yang sesuai (tidak memenuhi syarat validitas waktu), apakah upaya yang Anda rekomendasikan?

7. KEPUSTAKAAN

Sinko PJ, 2012, Physical Pharmacy and Pharmaceutical Sciences 6<sup>th</sup> ed., Lippincott Williams and Wilkins.

Remington The Science and Practice of Pharmacy 2011

Handbook of Pharmaceutical Excipients 7<sup>th</sup> edition

Farmakope Indonesia VI, 2020

# MATERI 3

## PENGUKURAN PARAMETER REOLOGI DENGAN VISKOMETER *CUP AND BOB (STORMER)* DAN *CONE AND PLATE*

### Beberapa Dasar Teori Untuk Diskusi:

- a. Jelaskan prinsip kerja viskometer Stormer!
- b. Jelaskan penjabaran rumus perhitungan viskositas menurut *Stormer* dengan menjabarkan rumus viskositas menurut *Hukum Newton*!
- c. Bagaimanakah upaya yang harus dilakukan untuk membedakan antara bahan yang bersifat dilatan dengan bahan yang bersifat tiksotropi dengan menggunakan viskometer Stormer?
- d. Sebutkan kelebihan dan kekurangan viskometer Stormer apabila dibandingkan dengan viskometer lainnya!
- e. Berapakah syarat validitas waktu yang dipersyaratkan?
- f. Pada percobaan ini, manakah yang merupakan *shearing stress* dan manakah yang merupakan *rate of shear*?
- g. Mengapa digunakan gliserin dalam percobaan ini untuk menentukan tetapan alat (Kv)?

### 1. CAPAIAN PEMBELAJARAN

- a. Praktikan mampu menjelaskan kaidah dasar, prinsip kerja dan parameter reologi dengan viskometer *Cup and Bob (Stormer)*.
- b. Praktikan mampu mengukur viskositas cairan dengan menggunakan viskometer *Cup and Bob (Stormer)*.
- c. Praktikan mampu menguraikan faktor-faktor yang memengaruhi pengukuran parameter reologi dengan viskometer *Cup and Bob (Stormer)*.

### 2. TEORI

Viskometer *Stormer* merupakan salah satu viskometer *cup and bob* yang tergolong sebagai alat ukur banyak titik (*multi point instrument*) pada viskometer karena mampu bekerja pada bermacam-macam laju dan tekanan geser.



**Gambar 4.** Viskometer *Stormer*

Pengukuran viskositas dengan viskometer *Stormer* didasarkan pada viskometer *Cup and Bob* tipe *Searle* yang *cup*-nya diam dan *bob*-nya berputar. **Prinsip viskometer ini adalah mengamati besarnya hambatan yang dialami oleh *bob* yang berputar di dalam sediaan yang diperiksa sebagai akibat pemberian tekanan geser yang berupa beban.**

Viskositas dihitung berdasarkan rumus:

$$\eta = K_v \frac{W}{\text{rpm}}$$

dengan ketentuan: ► *perhatikan satuan tiap parameter*

$\eta$  : viskositas bahan atau sediaan yang diperiksa

$K_v$  : tetapan alat

$w$  : beban yang diberikan sebagai tekanan geser

rpm : jumlah putaran bob tiap menit (1 putaran penuh pada alat senilai 100 putaran)



**Gambar 5.** *DVE Viscometer (with enhanced UL adapter)*

### 3. PERCOBAAN

#### a. Alat dan instrumen:

- Viskometer Stormer → *Catat Nama, Merk dan Spesifikasi alat*
- Viskometer VT-04F → *Catat Nama, Merk dan Spesifikasi alat*
- Viskometer DVE → *Catat Nama, Merk dan Spesifikasi alat*
- Viskometer *Cone and Plate* → *Catat Nama, Merk dan Spesifikasi alat*
- Beaker gelas dan batang pengaduk
- *Stop watch*

#### b. Bahan:

- Gliserin p.a.
- Sediaan sirup merah

c. Cara Kerja:

► *Catat suhu (T) dan kelembaban udara (RH) ruang praktikum*

**1. Mengukur viskositas sampel (gliserin p.a)** dengan viskometer VT-04F atau dengan menggunakan *DVI digital viscometer enhanced UL adapter*.

**2. Menentukan nilai tetapan Kv viskometer**

- letakkan viskometer pada posisi yang benar,
- isilah *water mantel* dengan aquadem secukupnya,
- masukkan gliserin p.a. ke dalam *cup* sampai batas **tanda**,
- naikkan posisi *cup* beserta penyangganya sampai *bob* tercelup seluruh permukaannya,
- siapkan stopwatch, pasang beban, lepaskan rem dan lakukan pengamatan waktu yang diperlukan untuk menempuh 100 putaran,
- tambahkan beban dan lakukan pengamatan dengan cara yang sama,
- lakukan penambahan beban berikutnya dan diamati sampai diperoleh 9 titik pengamatan,
- hitung rpm-nya dan tentukan Kv nya dari harga viskositas gliserin p.a. yang diketahui.

**3. Menentukan sifat alir gliserin p.a**

Pengamatan di atas dilanjutkan dengan mengurangi beban yang diberikan secara bertahap dan diamati pada berat beban yang sama mulai dari beban kedua yang paling berat yang digunakan sampai beban yang paling ringan yang digunakan.

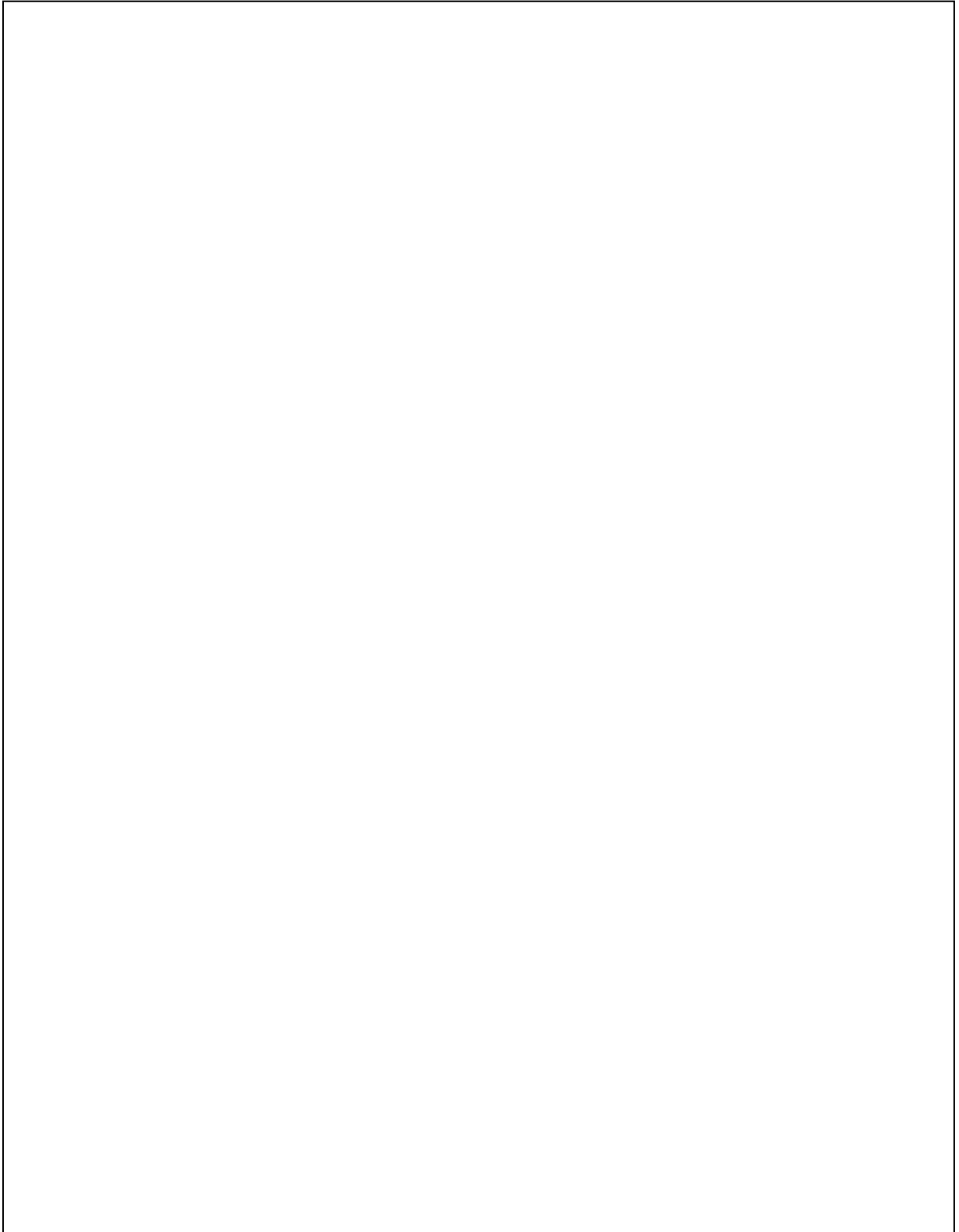
**4. Lakukan percobaan penentuan sifat alir bahan (sirup merah) yang diperiksa dengan Viskometer Stormer**

Lakukan dengan menggunakan prosedur cara kerja nomor 2 di atas (dengan susunan berat beban yang bisa jadi berbeda) dan dengan menggunakan harga Kv yang diperoleh pada percobaan cara kerja 1 tentukan viskositas dan sifat alir bahan yang diperiksa.

**5. Lakukan percobaan penentuan sifat alir bahan (sirup merah) yang diperiksa dengan Viskometer *Cone and Plate***

Lakukan sesuai dengan SOP yang ada, kemudian tentukan viskositas dan sifat alir bahan yang diperiksa.

#### 4. BAGAN RANCANG PERCOBAAN



5. DATA DAN PERHITUNGAN

1) Menentukan viskositas gliserin dengan viskometer VT-04 atau DVE

Viskometer VT-04:

Volume sampel untuk pengukuran = ..... ml

Nomor rotor yang digunakan = .....

Pembacaan skala = .....

Viskositas gliserin = ..... cps

Viskometer DVE:

Volume sampel untuk pengukuran = ..... ml

Tipe rotor yang digunakan = .....

RPM yang digunakan = .....

%Torsi yang terbaca = .....

Viskositas gliserin = ..... cps

2) Menentukan tetapan Kv viskometer Stormer dengan gliserin p.a. ( $\eta$  gliserin = .....cps)

Tabel 3.1 Harga Tetapan Kv Viskometer Stormer

Berat beban (g)	t 100 putaran (detik)	rpm	Harga Kv
Harga Kv rata-rata =			

3) Penentuan viskositas dan sifat alir sirup merah menggunakan viskometer stormer

Tabel 3.2 Viskositas dan Sifat Alir Sirup Merah dengan Viskometer Stormer

Berat beban (g)	t 100 putaran (detik)	rpm	Viskositas (cps)

- 4) **Penentuan viskositas dan sifar alir sirup merah menggunakan viskometer *cone and plate***  
 Tabel 3.3 Viskositas dan Sifat Alir Sirup Merah dengan Viskometer *Cone and Plate*. Buat kurva hubungan %Torsi terhadap Viskositas dari data di bawah ini (manual atau excel)!

RPM	%Torsi	Viskositas

- 5) **Buatlah 2 kurva** (menggunakan Excel atau manual), yaitu hubungan **w (beban)** terhadap **RPM** dan **RPM** terhadap **Viskositas** untuk masing-masing bahan dan berdasarkan kurva tersebut tentukan:

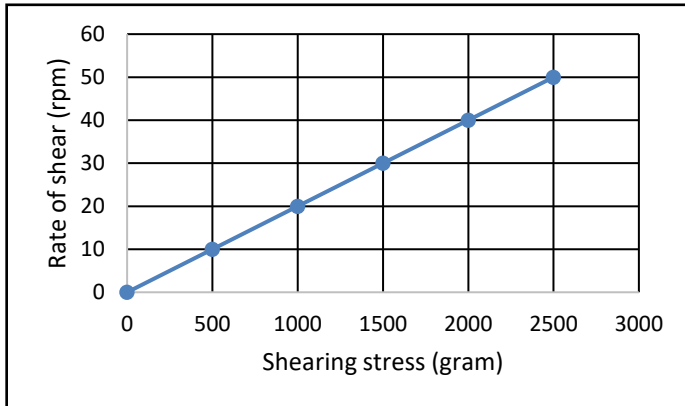
a. Sifat alir Gliserin p.a.: .....  
 Gambar kurva:

b. Sifat alir sediaan sirup merah: .....  
 Gambar kurva:

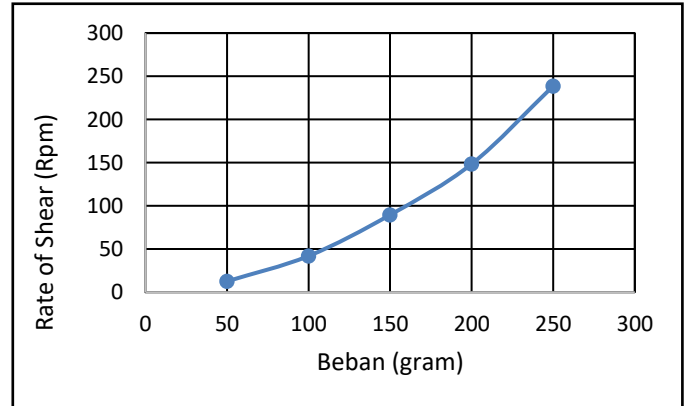
## 6. PEMBAHASAN

Pertanyaan penuntun:

1. Bagaimanakah pendapat Saudara tentang kurva hubungan  $w$  (beban) terhadap RPM dari data yang diperoleh untuk masing-masing bahan?
2. Bagaimanakah pendapat Saudara tentang kurva hubungan RPM terhadap Viskositas dari data yang diperoleh untuk masing-masing bahan?
3. Berdasarkan studi pustaka yang Anda lakukan, gambarkan skema **kurva shearing stress vs rpm** dan **kurva rpm vs viskositas** dari bahan-bahan yang memiliki sifat alir:
  - a. Plastis
  - b. Pseudoplastis
  - c. Dilatan
4. Berikut ini merupakan grafik **shearing stress vs rate of shear** dari dua jenis cairan (Cairan A dan Cairan B) yang dilakukan pengukuran dengan viskometer *Stormer*. Tentukan berapakah viskositas dari masing-masing cairan (cairan A dan cairan B) apabila diketahui nilai KV sebesar 15!



(A)



(B)

## 7. KEPUSTAKAAN

Sinko PJ, 2012, Physical Pharmacy and Pharmaceutical Sciences 6<sup>th</sup> ed., Lippincott Williams and Wilkins.

Remington The Science and Practice of Pharmacy 2011

Handbook of Pharmaceutical Excipients 7<sup>th</sup> edition

Farmakope Indonesia VI, 2020

## MATERI 4

### PENGUKURAN PARAMETER REOLOGI DENGAN ROTOVISKOMETER (*BROOKFIELD*)

**Beberapa Dasar Teori Untuk Diskusi:**

- a. Jelaskan prinsip kerja viskometer Brookfield!
- b. Bagaimanakah upaya yang harus dilakukan untuk membedakan antara bahan yang bersifat dilatan dengan bahan yang bersifat tiksotropi dengan menggunakan viskometer Brookfield?
- c. Sebutkan kelebihan dan kekurangan viskometer Brookfield apabila dibandingkan dengan viskometer lainnya!
- d. Bagaimanakah cara menentukan besarnya *thixotrophy breakdown coefficient*?
- e. Bagaimanakah cara menentukan indeks tiksotropi?
- f. Pada percobaan ini, manakah yang merupakan *shearing stress* dan *rate of shear*?

#### 1. CAPAIAN PEMBELAJARAN

- a. Praktikan mampu mengukur parameter reologi dengan *multi point instrument*.
- b. Praktikan mampu melakukan pengukuran parameter reologi (viskositas dan sifat alir) dengan menggunakan rotoviskometer (*Brookfield*).
- c. Praktikan mampu menentukan pengaruh suhu terhadap viskositas.
- d. Praktikan mampu menentukan pengaruh waktu pengadukan terhadap viskositas (*thixotropy/rheopeksi*)

#### 2. TEORI

Viskometer *Brookfield* merupakan salah satu rotoviskometer yang tergolong sebagai alat ukur banyak titik (*multi point instrument*) karena mampu bekerja pada bermacam-macam laju dan tekanan geser. Pengukuran viskositas dengan viskometer *Brookfield* didasarkan seperti pada viskometer *Cup and Bob* tipe *Searle* yang *cup*-nya diam dan *bob*-nya berputar. Pada *Brookfield*, *bob* disebut sebagai spindel.



**Gambar 6. Rotoviskometer Brookfield**

Prinsip viskometer ini adalah mengamati besarnya hambatan yang dialami oleh *spindle* yang berputar di dalam sediaan yang diperiksa sebagai akibat pemberian laju geser. Sedangkan, besarnya viskositas dihitung berdasarkan rumus:

$$\eta = \text{hasil pembacaan skala} \times \text{faktor spindel}$$

dengan ketentuan:

- $\eta$  : viskositas bahan atau sediaan yang diperiksa
- hasil pembacaan skala : hasil pembacaan skala pada piringan yang ditunjuk oleh penunjuk
- faktor spindel : tetapan spindel yang besarnya tergantung pada macam viskometer, spindel, dan laju geser yang diberikan.

### 3. PERCOBAAN

#### a. Alat dan instrumen:

- Viskometer *Brookfield* → *Catat Nama, Merk dan Spesifikasi instrument*
- *Beaker* gelas
- Batang pengaduk

#### b. Bahan:

Bahan-bahan yang dipakai dalam praktikum ini, meliputi:

- Sediaan gel putih

#### c. Cara Kerja

► *Catat suhu (T) dan kelembaban udara (RH) ruang praktikum.*

##### 1. Tentukan **viskositas dan sifat alir sediaan**:

- letakkan viskometer pada posisi yang benar dengan mengatur letak gelembung udara tepat di tengah lingkaran,
- pilihlah spindel yang kira-kira sesuai dengan viskositas bahan yang diperiksa,
- masukkan spindel ke dalam sediaan, hubungkan dengan rotor dengan cara mengencangkan uliran,
- turunkan posisi spindel beserta rotornya sampai batas tanda tercelup pada spindel,
- siapkan rpm yang dikehendaki, mulailah dari rpm paling rendah,
- tekan rem dan nyalakan putaran rotor, lepaskan rem perlahan-lahan, biarkan sampai mencapai 3-5 kali putaran,
- tekan rem, pada saat penunjuk tampak pada piringan matikan rotor dengan rem tetap ditekan, baca skala pada piringan, catat dan lepaskan rem,
- lakukan hal yang sama dengan menaikkan besarnya rpm.

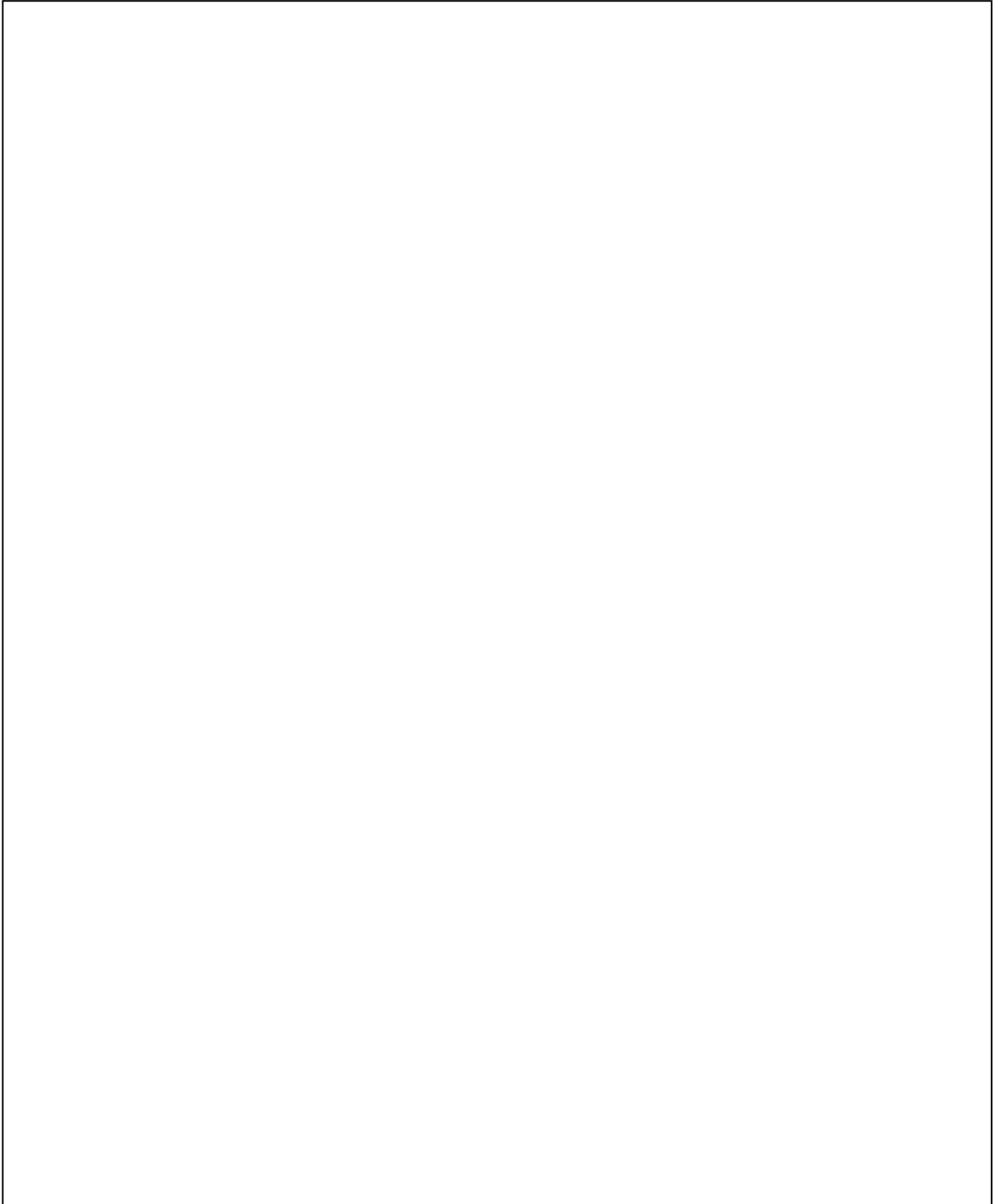
##### 2. Tentukan **pengaruh lamanya pengadukan** terhadap viskositas sediaan.

Berdasarkan data percobaan di atas dipilih satu harga rpm yang hasil pembacaan skalanya mendekati 100, kemudian dengan macam dan nomer spindel yang sama dan rpm yang sesuai dengan kriteria tersebut dilakukan pengamatan pengaruh lamanya pengadukan terhadap viskositas dengan lama pengadukan yang berbeda-beda. Penghitungan lamanya pengadukan sejak awal percobaan dilakukan secara kumulatif.

##### 3. Tentukan **pengaruh suhu** terhadap viskositas sediaan.

Lakukan percobaan seperti cara kerja nomor 2 di atas tetapi dilakukan dengan mengamati sediaan yang suhunya telah berubah sebagai akibat pemanasan sesuai suhu yang dikehendaki. Lama pengadukan untuk masing-masing pengamatan pada saat viskometer dijalankan dibuat konstan berkisar 3-5 putaran spindel.

#### 4. BAGAN RANCANG PERCOBAAN



5. DATA DAN PERHITUNGAN

1. Penentuan viskositas dan sifat alir sediaan ....

Tabel 4.2 Viskositas Sediaan .....Pada berbagai RPM

Tipe viskometer	rpm	nomer spindel	faktor spindel	hasil pembacaan skala	viskositas	% kesalahan*

\*Keterangan:

$$\% \text{ kesalahan} = \frac{\text{Faktor spindel}}{\text{viskositas}} \times 100\%$$

2. Penentuan sifat tiksotropi /reopeksi sediaan ....

Tabel 4.3 Viskositas Sediaan ..... Pada Berbagai Waktu Pengadukan

Tipe viskometer	rpm	nomer spindel	faktor spindel	waktu (menit)	hasil pembacaan skala	viskositas
				1		
				5		
				10		
				15		
				20		

3. Penentuan pengaruh suhu terhadap viskositas sediaan.....

Tabel 4.4 Viskositas Sediaan ..... Pada Berbagai Suhu

Tipe viskometer	rpm	nomer spindel	faktor spindel	suhu (°C)	hasil pembacaan skala	viskositas
				50		
				45		
				40		
				35		
				30		



7. KEPUSTAKAAN

Sinko PJ, 2012, Physical Pharmacy and Pharmaceutical Sciences 6<sup>th</sup> ed., Lippincott Williams and Wilkins.

Remington The Science and Practice of Pharmacy 2011

Handbook of Pharmaceutical Excipients 7<sup>th</sup> edition

Farmakope Indonesia VI, 2020

# MATERI 5

## MIKROMERITIKA

### MENENTUKAN SEBARAN UKURAN PARTIKEL SEDIAAN SUSPENSI SECARA MIKROSKOPIS

**Beberapa Dasar Teori Untuk Diskusi:**

- a. Apakah kegunaan pengukuran partikel pada sediaan suspensi atau emulsi?
- b. Sebutkan metode apa saja yang bisa digunakan untuk mengukur ukuran partikel! Jelaskan dengan singkat prinsip-prinsip pengukuran partikel pada metode tersebut yang ada di pustaka!
- c. Apakah keuntungan dan kerugian penentuan ukuran partikel dengan metode mikroskopi?
- d. Apakah kegunaan pengukuran diameter, mengapa harus ditentukan ukuran partikelnya?
- e. Berapakah syarat jumlah partikel yang harus diamati untuk penentuan sebaran ukuran partikel menggunakan metode mikroskopis?

1. CAPAIAN PEMBELAJARAN

- a. Praktikan mampu dan terampil menggunakan mikroskopi optik untuk menentukan ukuran partikel dan distribusinya.
- b. Praktikan mampu menghitung parameter-parameter yang berhubungan bentuk dan ukuran partikel.

2. TEORI

Mikromeritik adalah ilmu yang mempelajari bentuk dan ukuran partikel. Dimensi partikel serbuk dapat ditentukan menurut sifat-sifatnya, seperti luas permukaan, volume, daerah proyeksi atau kecepatan sedimentasinya. Sekumpulan partikel biasanya bersifat heterogen (polidispers). Bentuk dan ukurannya sangat bervariasi, sehingga dalam menentukan ukuran sekumpulan partikel perlu diperkirakan interval (jarak) ukuran partikel yang ada dan fraksi jumlah atau bobot dari setiap interval ukuran partikel. Selanjutnya, dibuat kurva distribusi ukuran partikel dan dari kurva tersebut dapat ditentukan rata-rata ukuran diameter partikel dari sekumpulan partikel tersebut. Metode mikroskopis optik ini merupakan salah satu metode yang digunakan untuk menentukan ukuran partikel. Selain metode ini, juga terdapat metode *sieving, coulter counter, particle size analyser, pipet Andreasen, laser light scattering*.

Berikut ini beberapa parameter yang digunakan dalam mikromeritika untuk menghitung diameter rata-rata ukuran partikel.

1. Diameter nilai tengah angka-panjang ( $d_{ln}$ )

$$d_{ln} = \frac{\sum nd}{\sum n}$$

2. Diameter nilai tengah angka-permukaan ( $d_{sn}$ )

$$d_{sn} = \sqrt{\frac{\sum nd^2}{\sum n}}$$

3. Diameter nilai tengah angka-volume ( $d_{vn}$ )

$$d_{vn} = \sqrt[3]{\frac{\sum nd^3}{\sum n}}$$

4. Diameter nilai tengah panjang-permukaan atau panjang terbobot ( $d_{sl}$ )

$$d_{sl} = \frac{\sum nd^2}{\sum nd}$$

5. Diameter nilai tengah volume-permukaan/permukaan terbobot ( $d_{vs}$ )

$$d_{vs} = \frac{\sum nd^3}{\sum nd^2}$$

6. Diameter nilai tengah momen-berat / volume terbobot ( $d_{wm}$ )

$$d_{wm} = \frac{\sum nd^4}{\sum nd^3}$$

### 3. CARA KERJA

a. Bahan:

- Amylum solani
- Aquadest

b. Alat :

- Mikroskop optik
- Gelas objek dan gelas penutup
- Mikrometer okuler dan objektif

c. Cara kerja

► *Catat suhu (T) dan kelembaban udara (RH) ruang praktikum.*

1. Kalibrasi mikrometer okuler terhadap objektif:

- mikrometer okuler yang akan dikalibrasi dipasang di dalam lensa okuler,
- mikrometer objektif di pasang di bawah lensa objektif,
- skala 0,0 pada mikrometer objektif dihimpitkan hingga segaris dengan salah satu skala pada skala okuler,
- sejumlah skala pada skala objektif yang segaris dengan sejumlah skala pada skala okuler dicatat, lakukan 3 replikasi,

- mikrometer objektif dilepas.
- 2. Pembuatan preparat
  - *amylum solani* + *Aquadest* diaduk hingga homogen
  - teteskan pada gelas objek, tutup dengan cover gelas (hindari gelembung udara)
- 3. Amati ukuran partikel sebanyak 300 kali dan catat pada tabel yang sudah disediakan (ubah dalam satuan mikron).
- 4. Tentukan jumlah kelas menggunakan rumus **aturan Sturges** (hasil dibulatkan ke atas):

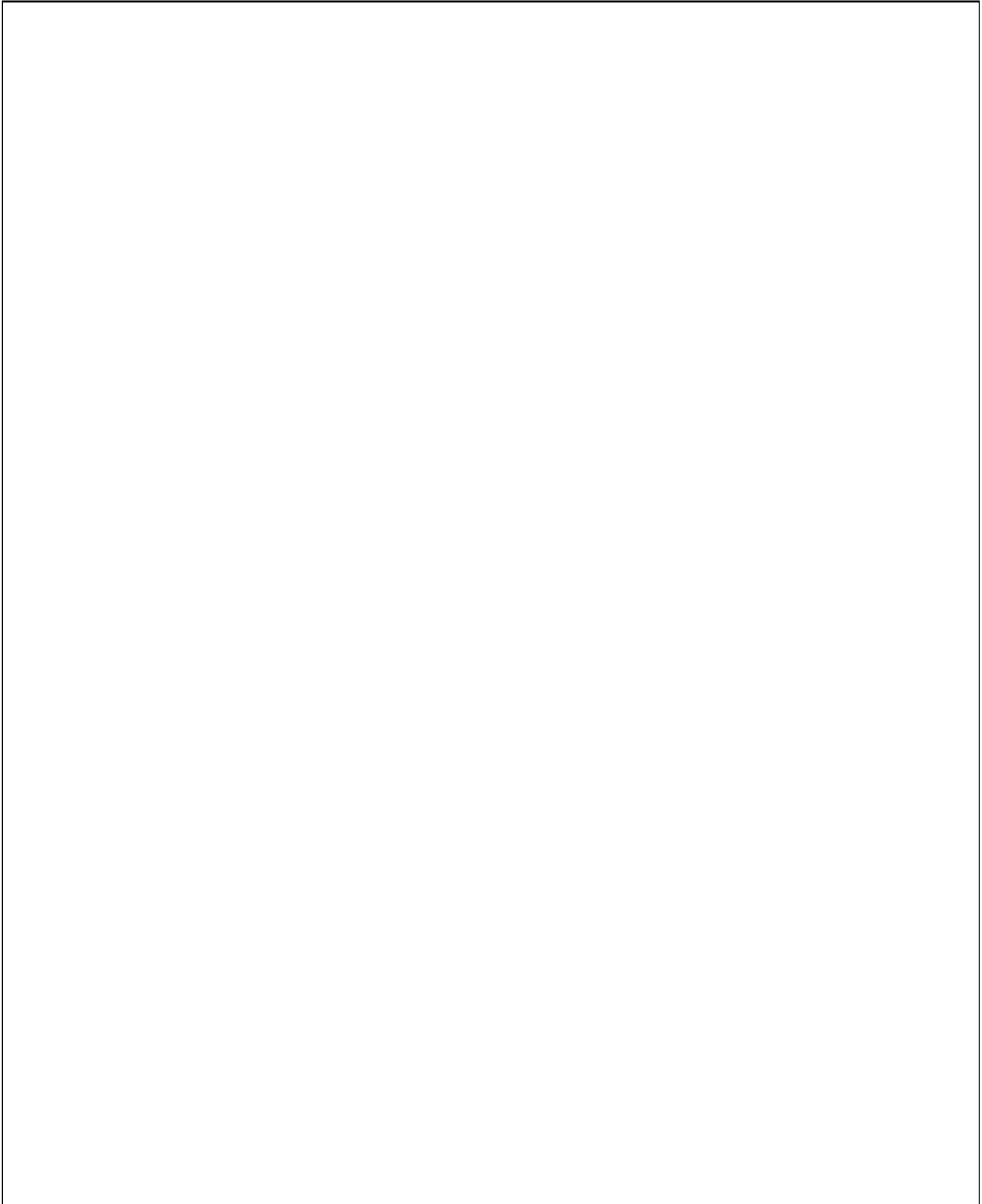
$$\text{Jumlah kelas} = 1 + 3,3 \log n \rightarrow n = \text{jumlah total partikel}$$

- 5. Catat ukuran partikel terbesar dan terkecil untuk menentukan interval kelas (panjang kelas) dengan cara (hasil dibulatkan ke atas):

$$\text{Interval kelas} = \frac{\text{Ukuran partikel terbesar} - \text{ukuran partikel terkecil}}{\text{Jumlah kelas}}$$

- 6. Hitung rata-rata diameter tengahnya, seperti  $d_{ln}$ ,  $d_{sn}$ ,  $d_{vn}$ ,  $d_{sl}$ ,  $d_{vs}$ , dan  $d_{wm}$ .
- 7. Buatlah kurva histogram distribusi ukuran partikel hubungan antara ukuran partikel terhadap jumlah partikel.

#### 4. BAGAN RANCANG KERJA



5. HASIL PENGAMATAN

a. Hasil kalibrasi skala okuler dengan menggunakan skala obyektif

- Perbesaran lensa okuler = ..... kali
- Perbesaran lensa objektif = ..... kali
- Ukuran standar yang tertera pada alat mikrometer objektif:  
..... skala obyektif = .....  $\mu\text{m}$
- Pengamatan 3 kali replikasi (setelah skala okuler dan skala objektif dihipitkan pada skala 0,0):

.....skala okuler = .....skala obyektif

.....skala okuler = .....skala obyektif

.....skala okuler = .....skala obyektif

- Perhitungan 1 skala okuler berapa mikron:  
1 skala okuler = ..... skala obyektif  
1 skala okuler = .....  $\mu\text{m}$

b. Hasil pengamatan ukuran partikel 300 data, lampirkan juga dalam Excel

Tabel 5.1 Ukuran Partikel Sampel yang Diamati

Ukuran partikel dengan skala okuler / satuan .....											
No.	1	2	3	4	5	No.	1	2	3	4	5
1						31					
2						32					
3						33					
4						34					
5						35					
6						36					
7						37					
8						38					
9						39					
10						40					
11						41					
12						42					
13						43					
14						44					
15						45					
16						46					
17						47					
18						48					
19						49					
20						50					
21						51					
22						52					
23						53					
24						54					
25						55					
26						56					
27						57					
28						58					
29						59					
30						60					



6. PEMBAHASAN

Pertanyaan penuntun

- a. Apakah bedanya masing-masing nilai tengah diameter yang Anda ukur?
- b. Apakah yang Anda dapatkan dari kurva distribusi ukuran partikel tersebut?
- c. Parameter diameter manakah yang sangat berkaitan dengan bidang kefarmasian? Sertakan alasannya!

7. KEPUSTAKAAN

Sinko PJ, 2012, Physical Pharmacy and Pharmaceutical Sciences 6<sup>th</sup> ed., Lippincott Williams and Wilkins.

Remington The Science and Practice of Pharmacy 2011

Handbook of Pharmaceutical Excipients 7<sup>th</sup> edition

Farmakope Indonesia VI, 2020

## MATERI 6

# MENENTUKAN VOLUME SEDIMENTASI (F) DAN DERAJAT FLOKULASI ( $\beta$ ) SEDIAAN SUSPENSI

### Beberapa Dasar Teori Untuk Diskusi:

- a. Bagaimanakah upaya yang dilakukan untuk membedakan suspensi flokulasi dan suspensi deflokulasi?
- b. Bagaimanakah cara membedakan volume sedimentasi dan derajat flokulasi?
- c. Apakah yang dimaksud volume akhir sedimen pada suspensi flokulasi maupun pada suspensi deflokulasi?
- d. Apakah artinya  $\beta = 2$  dan  $\beta = 0,9$ ? Berikan penjelasan apabila perlu dengan gambar!

### 1. CAPAIAN PEMBELAJARAN

- a. Praktikan mampu memahami dan mengamati faktor-faktor dan parameter-parameter yang memengaruhi stabilitas suatu suspensi.
- b. Praktikan mampu memahami pengaruh penambahan *suspending agent* pada sediaan suspensi.
- c. Praktikan mampu memahami perbedaan antara sistem suspensi terflokulasi dan terdeflokulasi.
- d. Praktikan mampu melakukan pengukuran laju sedimentasi pada sistem terflokulasi dan terdeflokulasi.

### 2. TEORI

Suspensi dalam farmasi adalah dispersi kasar dengan partikel padat yang tidak larut terdispersi dalam medium cair. Diameter partikelnya antara 10-50  $\mu\text{m}$ . Aspek utama dalam stabilitas fisika suatu suspensi adalah mencegah fasa terdispersi mengendap terlalu cepat dan mencegah fasa terdispersi mengendap pada dasar wadah membentuk “*cake*” yang keras, dan dapat segera terdispersi kembali menjadi campuran yang homogen ketika dikocok.

Faktor-faktor yang memengaruhi stabilitas suspensi:

1. ukuran partikel,
2. viskositas sediaan,
3. perbedaan masa jenis fase terdispers dan pendispers,
4. konsentrasi *suspense*,
5. jumlah partikel yang bergerak,
6. suhu,
7. tolak menolak antar partikel karena adanya muatan listrik (*zeta potential*).

Dua parameter sedimentasi adalah volume sedimentasi (F) dan derajat flokulasi ( $\beta$ ). Volume sedimentasi adalah hasil perbandingan volume akhir sedimentasi ( $V_u$ ) terhadap volume awal suspensi ( $V_o$ ):

$$F = \frac{V_u}{V_o}$$

Derajat flokulasi adalah suatu parameter yang lebih mendasar, karena menghubungkan volume sedimen dalam sistem flokulasi dengan volume sedimen pada sistem deflokulasi:

$$\beta = \frac{\text{Volume akhir endapan dari sistem flokulasi (V}_u\text{)}}{\text{Volume akhir endapan dari sistem deflokulasi (V}_\sim\text{)}}$$

Secara umum laju sedimentasi dinyatakan dalam **Hukum Stokes**, dengan persamaan:

$$v = \frac{d^2 (\rho_s - \rho_0) g}{18 \eta_0}$$

dengan ketentuan:

v = laju sedimentasi (cm/det)

d = diameter partikel (cm)

$\rho_s$  = massa jenis fasa terdispers

$\rho_0$  = massa jenis medium pendispers

g = percepatan gravitasi

$\eta_0$  = viskositas medium pendispers

Laju sedimentasi juga dapat ditentukan dengan persamaan

$$v = \frac{h}{t}$$

v = laju sedimentasi

h = selisih batas atas dan bawah

t = waktu

### 3. CARA KERJA

#### a. Bahan

- Sulfa
- Propilen glikol
- CMC Na
- *Aquadest*

#### b. Alat

- Gelas ukur 25 ml sebanyak 6 buah
- Beaker glass
- Mortir dan stamper
- Pengaduk gelas
- Aluminium foil

c. Cara kerja

► *Catat suhu (T) dan kelembaban udara (RH) ruang praktikum.*

**1. Komposisi bahan pada 6 tabung dapat diamati pada tabel 6.1**

Tabel 6.1 Komposisi Bahan

BAHAN	GELAS UKUR KE :					
	1	2	3	4	5	6
Sulfa dan/atau $\text{Al}(\text{OH})_3$	0,5 g	0,5 g	0,5 g	0,5 g	0,5 g	0,5 g
$\text{Na}_2\text{HPO}_4$	-	1 %	-	-	0.5 %	1 %
CMC Na	-	-	0.25 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %
Propilen glikol	-	-	5 ml	5 ml	5 ml	5 ml
<i>Aquadest</i>	ad 25 ml	ad 25 ml	ad 25 ml	ad 25 ml	ad 25 ml	ad 25 ml

**2. Pembuatan suspensi, untuk gelas ukur 1:**

- Timbang Sulfa 0,5 g dan digerus ad halus dalam mortar,
- a + *Aquadest* sedikit demi sedikit dan aduk secukupnya sampai dapat dituang,
- b masukkan ke dalam gelas ukur + *Aquadest* hingga 25 ml, tutup dengan aluminium foil, kocok sampai homogen.

**3. Pembuatan suspensi, untuk gelas ukur 2:**

- Timbang Sulfa 0,5 g dan digerus ad halus dalam mortar,
- Serbuk  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  + *Aquadest* ad larut di dalam beker gelas,
- b dituang ke dalam mortir yang berisi sulfa yang telah halus dan aduk ad homogen
- c + *Aquadest* sedikit demi sedikit dan aduk secukupnya sampai dapat dituang
- d masukkan ke dalam gelas ukur + *Aquadest* sisa hingga 25 ml, tutup dengan aluminium foil, kocok sampai homogen.

**4. Pembuatan suspensi, untuk gelas ukur 3 dan 4:**

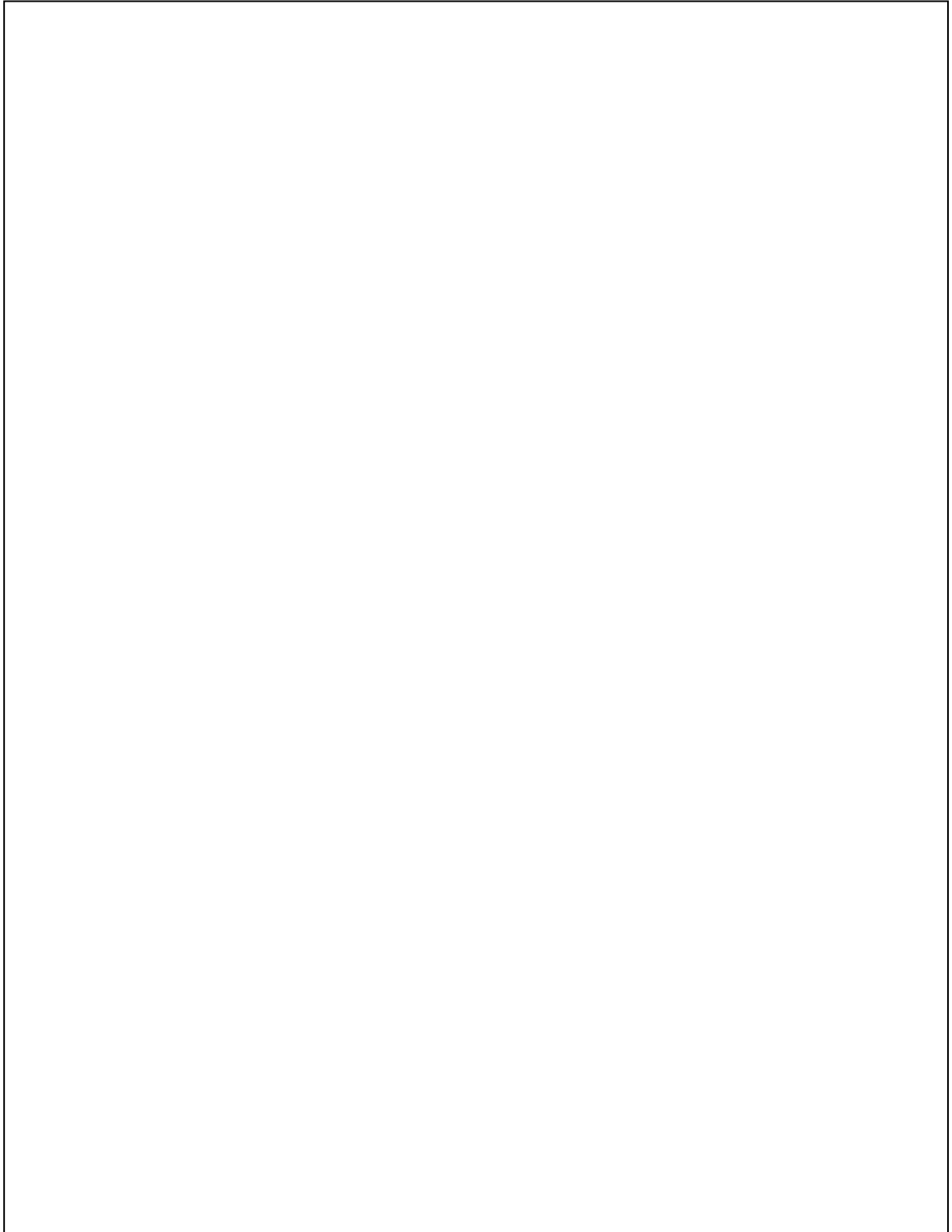
- Mengembangkan CMC-Na → tuang air panas ke dalam mortir sebanyak 20 kali jumlah bobot CMC-Na. Taburkan serbuk CMC-Na di atasnya dan tunggu sampai CMC-Na mengembang (5-10 menit) → aduk ad terbentuk mucilage,
- Sambil menunggu → timbang Sulfa 0,5 g dan digerus ad halus dalam mortar,
- b + propilen glikol dan aduk ad terbasahi dan homogen,
- a + c sedikit demi sedikit → aduk ad homogen,
- d + *Aquadest* sedikit demi sedikit dan aduk ad homogen dan sampai terbentuk suspensi yang dapat dituang,
- e masukkan ke dalam gelas ukur + *Aquadest* sisa hingga 25 ml, tutup dengan aluminium foil, kocok sampai homogen.

**5. Pembuatan suspensi, untuk gelas ukur 5 dan 6:**

- Mengembangkan CMC-Na → tuang air panas ke dalam mortir sebanyak 20 kali jumlah bobot CMC-Na. Taburkan serbuk CMC-Na di atasnya dan tunggu sampai CMC-Na mengembang (5-10 menit) → aduk ad terbentuk mucilage,
- Sambil menunggu → timbang Sulfa 0,5 g dan digerus ad halus dalam mortar,
- b + propilen glikol dan aduk ad terbasahi dan homogen,
- a + c sedikit demi sedikit → aduk ad homogen,
- Serbuk  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  + *Aquadest* ad larut di dalam beker gelas,
- d + e → aduk ad homogen,
- f + *Aquadest* sedikit demi sedikit dan aduk ad homogen dan sampai terbentuk suspensi yang dapat dituang,
- e masukkan ke dalam gelas ukur + *Aquadest* sisa hingga 25 ml, tutup dengan aluminium foil, kocok sampai homogen.

**!! Semua gelas ukur dikocok bersama, dan nyalakan stopwatch untuk diamati tinggi sedimen pada waktu (t) tertentu, yaitu menit ke-5, 10, 15, 30 dan hari kedua (atau pendiaman lebih dari 3 jam).**

#### 4. BAGAN RANCANG KERJA

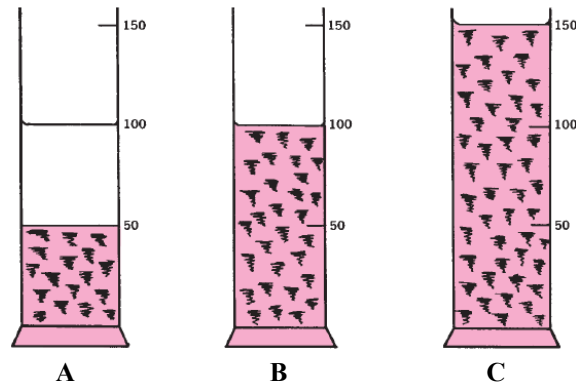




## 6. PEMBAHASAN

Pertanyaan penuntun

- Manakah di antara keenam gelas ukur yang laju sedimentasinya paling besar? Coba Anda prediksi dan urutkan dari hasil data volume sedimentasi dan derajat flokulasi!
- Apakah kegunaan CMC Na, propilien glikol dan  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  dalam pembuatan suatu sediaan suspensi ini?
- Manakah di antara keenam gelas ukur yang suspensinya paling stabil? Mengapa?
- Gambar di bawah ini adalah gambar tiga formula suspensi yang disimpan dalam gelas ukur. Pada gelas ukur manakah yang menunjukkan nilai  $F < 1$ ,  $F = 1$ ,  $F > 1$ ? Jelaskan kemungkinan yang terjadi pada ketiga gelas ukur tersebut!



- Sistem seperti apakah yang diharapkan oleh formulator untuk mendapatkan sediaan yang paling stabil? Jelaskan!

## 7. KEPUSTAKAAN

Sinko PJ, 2012, Physical Pharmacy and Pharmaceutical Sciences 6<sup>th</sup> ed., Lippincott Williams and Wilkins.  
Remington The Science and Practice of Pharmacy, 2011

# MATERI 7

## UJI KELARUTAN BAHAN OBAT

### Beberapa Dasar Teori Untuk Diskusi:

- a. Jelaskan apa yang dimaksud dengan konsep *like dissolve like* pada kelarutan suatu bahan!
- b. Jelaskan cara yang dapat dilakukan untuk mempercepat kelarutan suatu obat!
- c. Jelaskan cara yang dapat dilakukan untuk meningkatkan kelarutan suatu obat!
- d. Apa yang dimaksud dengan teknik kosolvensi?
- e. Apa yang dimaksud dengan koefisien partisi?
- f. Sebutkan contoh bahan organik dan anorganik yang termasuk dalam golongan elektrolit kuat dan lemah!
- g. Apakah kelarutan dari elektrolit kuat dan lemah dipengaruhi oleh pH? Jelaskan!

### 1. CAPAIAN PEMBELAJARAN

- a. Praktikan mampu menghitung, menganalisis, dan menyimpulkan hasil kelarutan suatu obat dalam suatu pelarut tertentu.
- b. Praktikan mampu menerapkan konsep kelarutan dan faktor-faktor yang memengaruhinya (pH, suhu, jenis pelarut, waktu, dan kecepatan pengadukan).
- c. Praktikan mampu menganalisa kasus kelarutan bahan obat pada dua pelarut yang tidak saling campur (koefisien partisi).
- d. Praktikan mampu menganalisa kasus pengaruh pH pada kelarutan obat asam dan basa lemah.

### 2. TEORI

Secara kuantitatif, kelarutan didefinisikan sebagai jumlah senyawa terlarut yang membentuk larutan jenuh pada suhu tertentu. Sedangkan secara kualitatif, kelarutan merupakan interaksi spontan dari dua atau lebih senyawa membentuk disperse molekular yang homogen. Suatu larutan dinyatakan sebagai larutan jenuh apabila fase terlarut berada pada kondisi kesetimbangan dengan fase padatan dalam larutan yang bersangkutan.

Kelarutan dapat dinyatakan dengan berbagai cara. Menurut Farmakope Indonesia, pernyataan kelarutan zat dalam bagian gram tertentu pelarut kecuali dinyatakan lain menunjukkan bahwa 1 bagian bobot zat padat atau 1 bagian volume zat cair dalam bagian volume tertentu pelarut. Kelarutan secara kuantitatif juga dapat dinyatakan dalam satuan % b/v, miliequivalen, molalitas, molaritas, atau fraksi molar.

Kelarutan suatu zat (*solute*) dalam *solven* tertentu digambarkan sebagai *like dissolves like* (senyawa atau zat yang strukturnya menyerupai akan saling melarutkan). Penjelasan pernyataan tersebut adalah kelarutan didasarkan atas polaritas antara *solven* dan *solute* yang dinyatakan dengan tetapan dielektrikum, atau momen dipol, ikatan hidrogen, ikatan *Van der Waals* (London) dan ikatan elektrostatik yang lain.

### 3. PERCOBAAN

#### a. Bahan

- Parasetamol
- *Aquadest*

#### b. Alat

- Erlenmeyer 100 ml
- *Magnetic stirrer*
- Sduit injeksi 5 ml
- Pipet volume
- Kertas saring
- Tabung reaksi
- Labu ukur



**Gambar 7.** Proses pelarutan bahan aktif parasetamol dalam air)

#### c. Cara Kerja

1. Timbang 1,5 gram parasetamol.
2. Masukkan parasetamol pada Erlenmeyer 100 ml, tambahkan dengan *Aquadest* **hingga** 60,0 ml (ditutup aluminium foil).
3. Aduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan suhu kamar.
4. Lakukan pengambilan sampel melalui pipa sampel pada menit ke 15, 30, 45, 60 dan 90 sebanyak 5 ml menggunakan sduit injeksi, kemudian saring sampel menggunakan kertas saring ke dalam tabung reaksi. Segera setelah ambil sampel, masukkan kembali sejumlah 5 ml aquadest ke dalam Erlenmeyer melalui pipa sampel.
5. Lakukan pengenceran sampel sesuai kebutuhan (pengenceran pertama 1 ml ad 100,0 ml, kemudian diencerkan lagi 1 ml ad 50 ml, pengenceran akhir adalah 5 ppm), tentukan kadar parasetamol terlarut menggunakan spektrofotometer UV-Vis.
- 6. Buat grafik hubungan kelarutan parasetamol terhadap waktu!**
7. Tentukan nilai kelarutan parasetamol dalam air!

#### 4. BAGAN RANCANG KERJA



## 5. DATA DAN PERHITUNGAN

Tabel 7.1 Persamaan kurva baku parasetamol dalam *Aquadest*

KADAR	ABSORBAN
2,030 ppm	0,240
4, 060 ppm	0,365
6,090 ppm	0, 474
8,120 ppm	0,632
10,150 ppm	0,718
12,180 ppm	0,840

Persamaan kurva baku  $\rightarrow y = 0,0594 x + 0,1231$  ( $r^2 = 0,9963$ )

Tabel 7.2 Kadar parasetamol terlarut dalam *Aquadest*

Waktu (menit)	Absorban	Kadar (ppm)		Parasetamol terlarut (g/60 ml)
		Kadar sesudah pengenceran	Kadar sebelum pengenceran	
15				
30				
45				
60				
90				

## 6. PEMBAHASAN

Pertanyaan Penuntun:

- Jelaskan pengaruh waktu pengadukan terhadap **proses melarutnya** parasetamol dalam *Aquadest*!
- Jelaskan hasil percobaan yang Anda dapatkan, apakah telah mencapai kondisi jenuh? Berikan bukti di bagian mana dari kurva tersebut yang menunjukkan kondisi jenuh!
- Berdasarkan percobaan di atas, berapakah kelarutan parasetamol dalam pelarut *Aquadest* bila dituliskan sesuai dengan ketentuan Farmakope Indonesia?
- Bandingkan dengan kelarutan parasetamol hasil percobaan Anda dengan yang ada di pustaka (sama atau berbeda)!
- Berdasarkan nilai kelarutan yang didapat, tentukan kategori kelarutan parasetamol sesuai dengan tabel kelarutan yang tercantum pada Farmakope Indonesia!

## 7. STUDI KASUS

- Apakah 100 mg parasetamol larut dalam 5 ml campuran pelarut air dan propilenglikol, bila diketahui perbandingan campuran tersebut adalah 8:2 (air: propilenglikol)? Carilah kelarutan parasetamol dalam air dan kelarutannya dalam propilenglikol! (Cantumkan pustakanya!)
- Berikut ini secara singkat proses percobaan untuk menentukan koefisien partisi dari bahan obat Asam Salisilat dalam dua pelarut yang tidak saling campur air dan parafin.:  
Asam Salisilat 1 gram dimasukkan dalam corong pisah yang berisi 150 ml air dan 150 ml paraffin. Kemudian, *dishaker* dengan kecepatan tertentu dan dibiarkan sampai terjadi pemisahan. Selanjutnya, dilihat kadar asam salisilat yang terlarut dalam air pada berbagai waktu sampai kadarnya konstan, yang berarti sudah dalam keadaan seimbang (yaitu laju

perpindahan molekul salisilat dalam air ke parafin sama dengan laju molekul salisilat dalam parafin ke air).

Dari penjelasan di atas, jawablah soal-soal berikut ini.

- 1) Diketahui, apabila pada keadaan konstan dan seimbang, kadar asam salisilat dalam air tersebut sebesar 100 mg, tentukan berapakah koefisien partisi (P) asam salisilat tersebut! Kaitkan nilai P dari yang sudah Anda hitung tersebut dengan nilai kelarutan asam salisilat dalam air dan kelarutannya dalam minyak (parafin)!
  - 2) Diketahui suatu zat X memiliki nilai koefisien partisi (P) =13 dan zat Y nilai P = 9, manakah di antara dua zat tersebut yang lebih polar? Jelaskan!
  - 3) Diketahui, nilai log koefisien partisi suatu zat yang bisa menembus lapisan stratum korneum yang ada pada lapisan epidermis kulit adalah 1-3. Apabila diketahui harga log P zat X = 0,2 bagaimana karakteristiknya dalam hal penetrasi di membran kulit (bisa menembus atau tidak)? Jelaskan!
- c. Kelarutan Teofilin dipengaruhi oleh pH. Teofilin memiliki kelarutan dalam air 1:120. Teofilin umumnya tersedia dalam bentuk larutan oral dan akan meningkat kelarutannya pada pH 4,6 (pH optimum untuk sediaan larutan Teofilin). Hitung dan buktikan bahwa kelarutan Teofilin akan meningkat pada pH 4,6 dengan menggunakan rumus berikut!
- $$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \left[ \frac{S - S_0}{S_0} \right]$$
- Diketahui: BM Teofilin = 198 gram/mol; pKa1 = 1; pKa2 = 8,6.

#### 8. KEPUSTAKAAN

Sinko, P.J., 2006, *Martin's Physical Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 5<sup>th</sup> Ed., Lippincott Williams & Wilkins, Philadelphia.

O'Neil, M.J., 2006, *The Merck Index*, John Wiley and Son, Philadelphia.

Farmakope Indonesia Edisi VI, 2020.

The Pharmaceutical Codex edisi 11 th.

# MATERI 8

## UJI STABILITAS (ST-1; ST-2; ST-3)

### PENGARUH PERUBAHAN pH DAN SUHU TERHADAP STABILITAS KIMIA LARUTAN BAHAN OBAT

#### Beberapa Dasar Teori Untuk Diskusi ST-1, ST-2, ST-3:

- a. Bagaimanakah rumus persamaan *Handerson-Hasselbach*?
- b. Bagaimanakah cara kerja katalis dalam meningkatkan laju suatu reaksi?
- c. Mengapa pada pH tertentu suatu larutan bahan obat dapat memiliki stabilitas kimia optimal?
- d. Bagaimanakah pengaruh asam basa umum dan asam basa spesifik terhadap stabilitas kimia bahan obat?
- e. Bagaimanakah cara membedakan suatu hasil percobaan stabilitas kimia bahan yang diperiksa dipengaruhi oleh katalisis asam basa umum dan asam basa spesifik?
- f. Apakah syarat uji stabilitas dipercepat?
- g. Batasan atau ketentuan apakah yang harus dipenuhi pada uji stabilitas dipercepat?
- h. Mengapa pada uji stabilitas dipercepat tidak boleh digunakan pengamatan pada suhu tinggi? Apa yang dimaksud dengan *Climatic chamber*?
- i. Bagaimanakah pengaruh  $E_a$  pada reaksi peruraian?
- j. Rumus Arrhenius hanya berlaku pada kondisi yang seperti apa?
- k. Cara apa sajakah yang dapat dipakai untuk menentukan batas kadaluwarsa sediaan farmasi?

#### 1. CAPAIAN PEMBELAJARAN

- a. Praktikan mampu menentukan tetapan laju peruraian bahan obat pada suhu tertentu.
- b. Praktikan mampu menentukan pengaruh perubahan suhu terhadap stabilitas suatu bahan obat.
- c. Praktikan mampu menghitung pengaruh energi aktivasi dalam peruraian suatu bahan obat karena pengaruh perubahan suhu.
- d. Praktikan mampu menganalisa peranan katalis dalam proses peruraian suatu bahan obat dalam bentuk larutan.
- e. Praktikan mampu membedakan proses dekomposisi yang terjadi, apakah dikatalisa asam-basa umum atau dikatalisa asam-basa spesifik.

#### 2. TEORI

Laju suatu reaksi dapat dipengaruhi oleh adanya suatu katalis. Katalis merupakan senyawa yang dapat memengaruhi laju reaksi namun senyawa katalis tidak mengalami perubahan kimia. Keberadaan katalis dapat mempercepat atau memperlambat laju reaksi. Katalis yang dapat memperlambat laju reaksi disebut katalis negatif atau inhibitor. Oleh karena katalis tetap tidak mengalami perubahan pada akhir reaksi, maka energi bebas reaksi:

$$\Delta G^\circ = - RT \ln K$$

tidak mengalami perubahan pada posisi keseimbangan reaksi bolak-balik.

- A. Sejumlah larutan bahan obat mengalami percepatan dekomposisi/degradasi dengan penambahan asam atau basa. Apabila larutan yang didapar mengalami percepatan dekomposisi yang **dipengaruhi oleh konsentrasi ion hidrogen atau konsentrasi ion hidroksil** maka reaksinya dinyatakan sebagai reaksi yang *dikatalisa oleh asam-basa spesifik*.

$$k_{\text{obs}} = k_0 + k_1(\text{H}^+) + k_2(\text{OH}^-)$$

B. Percepatan dekomposisi suatu reaksi yang **dipengaruhi oleh satu atau lebih komponen dapar** dinyatakan sebagai reaksi yang *dikatalisa asam umum atau basa umum*.

$$k = k_0 + \sum k_i c_i$$

Peningkatan suhu biasanya menambah laju reaksi, oleh karena itu peruraian suatu bahan obat biasanya meningkat dengan kenaikan suhu. Hubungan antara laju reaksi peruraian (k) terhadap suhu (T) dinyatakan dalam **persamaan Arrhenius**:

$$k = A \cdot e^{-E_a/RT}$$

atau

$$\log k = \log A - \frac{E_a}{2,303 R} \frac{1}{T}$$

dengan ketentuan:

k = tetapan laju reaksi, nilainya diperoleh dari perhitungan berdasarkan persamaan orde reaksinya

A = faktor frekuensi

E<sub>a</sub> = energi aktivasi

R = tetapan gas (= 1,987 kal/mol.K)

T = suhu absolut (Kelvin)

Berdasarkan persamaan tersebut dapat dibuat kurva antara 1/T terhadap log k sehingga diperoleh persamaan garis lurus dan harga k pada suhu kamar dapat dihitung untuk memprediksi batas kadaluarsa suatu bahan obat.

### 3. PERCOBAAN:

#### a. Alat dan instrumen

Alat yang dipakai dalam percobaan ini, meliputi:

- |                 |                   |                        |
|-----------------|-------------------|------------------------|
| - botol timbang | - pipet volume    | - corong (kalau perlu) |
| - kaca arloji   | - batang pengaduk | - labu ukur            |
| - tabung reaksi | - aluminium foil  |                        |
| - gelas ukur    | - beker gelas     |                        |

Instrumen : - Spektrofotometer UV-Vis ► *Catat Nama, Merk, dan Spesifikasi*  
pH meter ► *Catat Nama, Merk, dan Spesifikasi*

#### b. Bahan

Bahan-bahan yang dipakai dalam percobaan ini, meliputi:

- Amoksisilin
- Asam sitrat. 1 H<sub>2</sub>O      ◀ *perhatikan jumlah air kristal bhn yang ditimbang*
- NaH<sub>2</sub>sitrat. anhidrat      ◀ *perhatikan jumlah air kristal bhn yang ditimbang*
- Na<sub>2</sub>Hsitrat. 1,5 H<sub>2</sub>O      ◀ *perhatikan jumlah air kristal bhn yang ditimbang*
- Na<sub>3</sub>sitrat. 2 H<sub>2</sub>O      ◀ *perhatikan jumlah air kristal bhn yang ditimbang*
- Etanol
- *Aquadest*

c. Cara Kerja ST-1, ST-2, dan ST-3:

**(ST-1) Pembuatan Larutan Dapar**

Sebelumnya tentukan jumlah komponen dapar (terdiri dari komponen asam dan komponen garam yang akan ditimbang dengan menggunakan persamaan *Handerson-Hasselbach*.

Pembuatan dapar sitrat yang dibutuhkan:

pH = 3,5 sebanyak 250 ml ► *Hitung komponen dapar yang dibutuhkan*

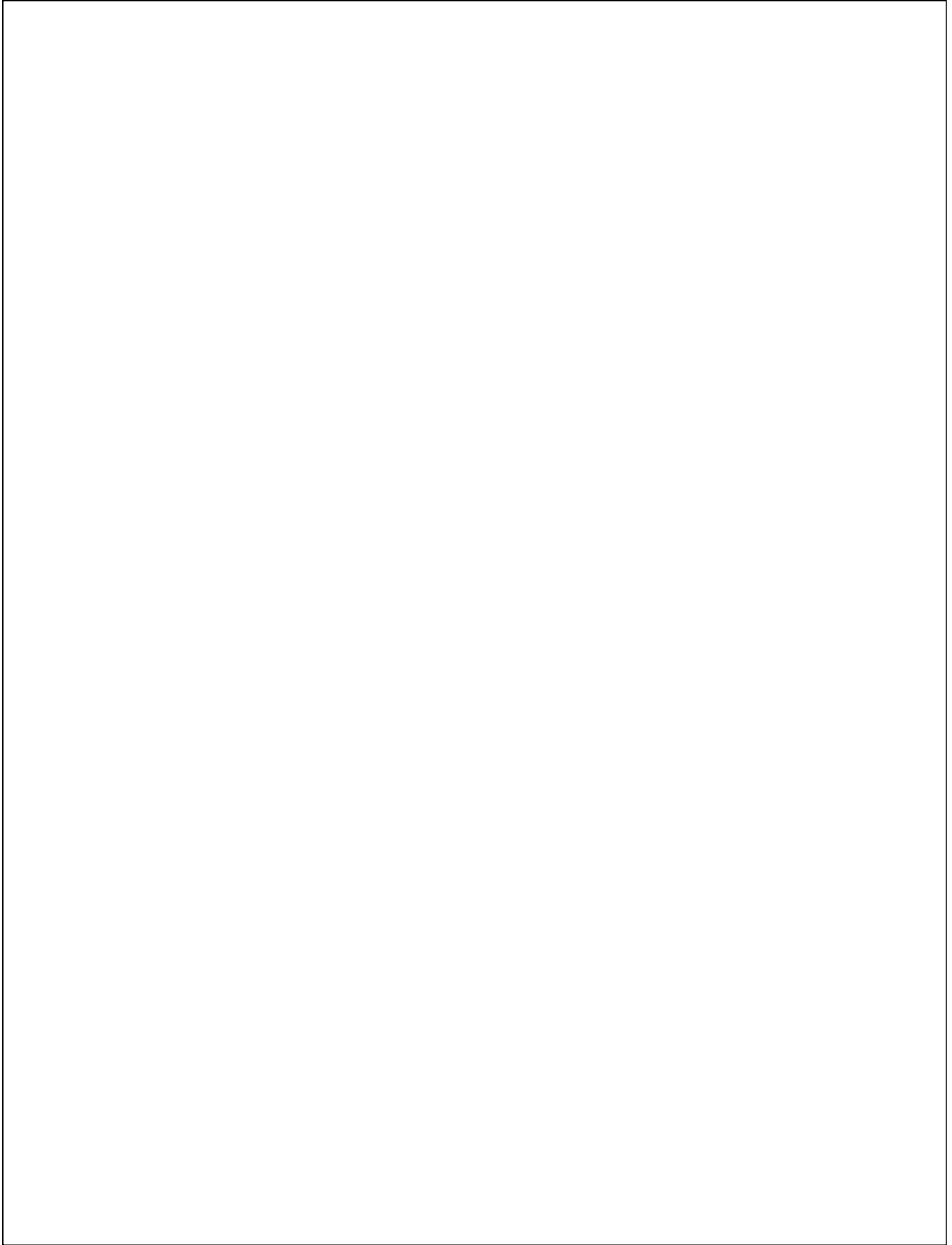
pH = 5,0 sebanyak 250 ml ► *Hitung komponen dapar yang dibutuhkan*

pH = 6,0 sebanyak 250 ml ► *Hitung komponen dapar yang dibutuhkan*

1) **LANGKAH KERJA**

- a. Timbang masing-masing komponen dapar sesuai dengan pH yang ditentukan (perhatikan kandungan air kristal dalam bahan yang ditimbang → hal ini akan mempengaruhi bobot yang akan ditimbang).
- b. Larutkan komponen dapar yang telah ditimbang ke dalam *Aquadest* secukupnya, untuk proses melarutkan dapar tersebut gunakan *magnetic stirrer*.
- c. Campurlah kedua larutan tersebut di dalam beker gelas dan tambahkan *Aquadest* sampai volume 250 ml, aduk sampai homogen.
- d. Kalibrasi pH meter (amati prosedurnya pada *manual book*).
- e. Tentukan pH larutan dapar yang telah dibuat dengan pH meter yang sudah dikalibrasi.
- f. Bila diperlukan (apabila pH yang terbaca diluar rentang pH yang diinginkan/seharusnya), maka lakukan penyesuaian pH (*to adjust*) sampai dicapai pH yang ditentukan. Ukur dan gunakan larutan komponen asam (asam lemah) atau komponen garam (basa konjugat) yang disediakan untuk menyesuaikan pH (*to adjust*). Hitung dan catat jumlah bobot komponen asam (asam lemah) atau komponen garam (basa konjugat) yang diperlukan untuk sejumlah volume dapar yang di *adjust*.
- g. Larutan dapar yang diperoleh kemudian disimpan dalam botol, ditutup rapat, dan disimpan untuk percobaan berikutnya ST-2 (pengaruh pH terhadap stabilitas).
  - *Catat suhu (T) dan kelembaban udara (RH) ruang praktikum.*
  - *Catat Nama, Merk dan Spesifikasi instrumen.*

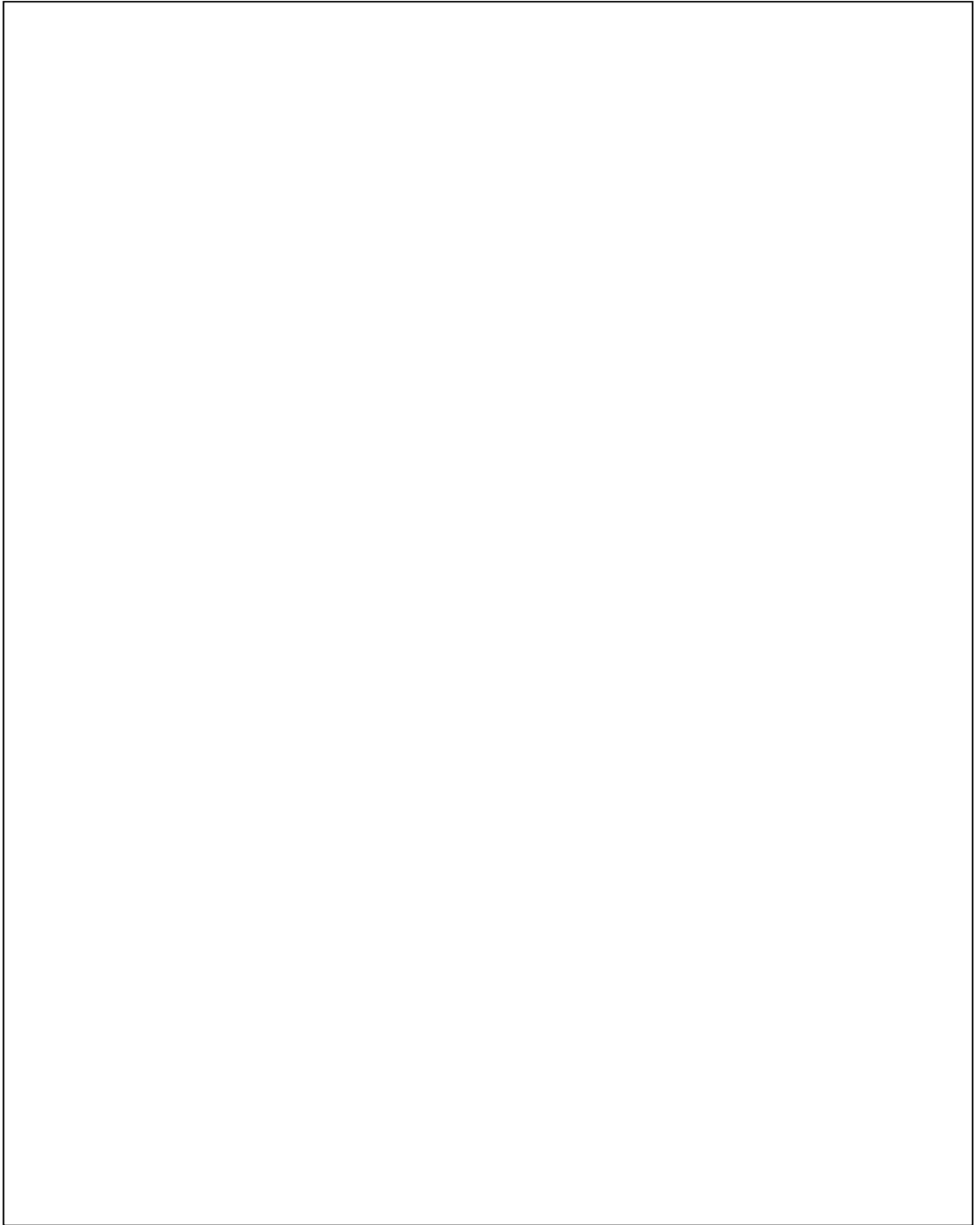
**2) LEMBAR KERJA PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN DAPAR**



**2) LEMBAR KERJA PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN DAPAR  
(LANJUTAN)**

A large, empty rectangular box with a thin black border, occupying most of the page. It is intended for the student to perform calculations related to the preparation of a buffer solution.

**2) LEMBAR KERJA PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN DAPAR  
(LANJUTAN)**

A large, empty rectangular box with a thin black border, occupying most of the page. It is intended for the student to perform calculations related to the preparation of a buffer solution.

### 3) PENIMBANGAN DAN HASIL PEMBUATAN LARUTAN DAPAR

Tabel 8.1 Penimbangan dan Hasil Pembuatan Larutan Dapar

pH larutan dapar yang direncanakan (200 ml)	Komponen dapar yang direncanakan dan jumlah yang ditimbang (gram)		pH	
	Komponen dapar	Jumlah yang ditimbang (gram)	Teramati (sebelum di <i>adjust</i> )	Teramati (sesudah di <i>adjust</i> )

Catatan (bila diperlukan) penyesuaian pH (*to adjust*) saat pembuatan larutan dapar

### 4) PEMBAHASAN

Pertanyaan penuntun:

1. Hitung kapasitas dapar masing-masing larutan dapar !
2. Bolehkah dapar sitrat dibuat dengan senyawa-senyawa monohidrogen dan dihidrogen natrium sitrat? Beri penjelasan!

## (ST-2) Uji Stabilitas Pengaruh pH Terhadap Stabilitas Kimia Larutan Amoksisilin Dalam Berbagai Waktu Penyimpanan

### 1) LANGKAH KERJA

#### a. Pembuatan larutan Amoksisilin

Pembuatan larutan Amoksisilin. **Persamaan grafik kurva baku disediakan.**

Timbang Amoksisilin sebanyak 100 mg, pindahkan dengan pelarut *Aquadest* secukupnya secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100,0 ml

kadar Amoksisilin = .....ppm

#### b. Pembuatan larutan Amoksisilin 50 ppm pada berbagai pH (gunakan larutan dapar pada percobaan ST-1)

##### 1. Pembuatan larutan Amoksisilin 50 ppm pada pH 3,5 untuk diamati pada beberapa titik waktu.

- Pipet 5,0 ml larutan Amoksisilin dan tambahkan larutan dapar sitrat pH 3,5 ke dalam labu ukur hingga volume 100,0 ml, kocok sampai homogen.
- Masukkan ke dalam 4 tabung reaksi masing-masing 10,0 ml larutan Amoksisilin 50 ppm pH 3,5 tersebut dan diamkan selama waktu  $t = 0$  menit,  $t = 15$  mnt,  $t = 30$  mnt dan  $t = 45$  mnt (agar tidak keliru, berikan label untuk masing-masing tabung) dan amati pada **suhu ruang** (catat suhu ruangan saat dilakukan percobaan). Tabung reaksi ditutup dengan alumunium foil. Masing-masing tabung reaksi diamati absorbansinya pada masing-masing  $t$ .

##### 2. Pembuatan larutan Amoksisilin 50 ppm pada pH 5,0 untuk diamati pada beberapa titik waktu.

- Pipet 5,0 ml larutan Amoksisilin dan tambahkan larutan dapar sitrat pH 5,0 ke dalam labu ukur hingga volume 100,0 ml, kocok sampai homogen.
- Masukkan ke dalam 4 tabung reaksi masing-masing 10,0 ml larutan Amoksisilin 50 ppm pH 5,0 tersebut dan diamkan selama waktu  $t = 0$  menit,  $t = 15$  mnt,  $t = 30$  mnt dan  $t = 45$  mnt (agar tidak keliru, berikan label untuk masing-masing tabung) dan amati pada **suhu ruang** (catat suhu ruangan saat dilakukan percobaan). Tabung reaksi ditutup dengan alumunium foil. Masing-masing tabung reaksi diamati absorbansinya pada masing-masing  $t$ .

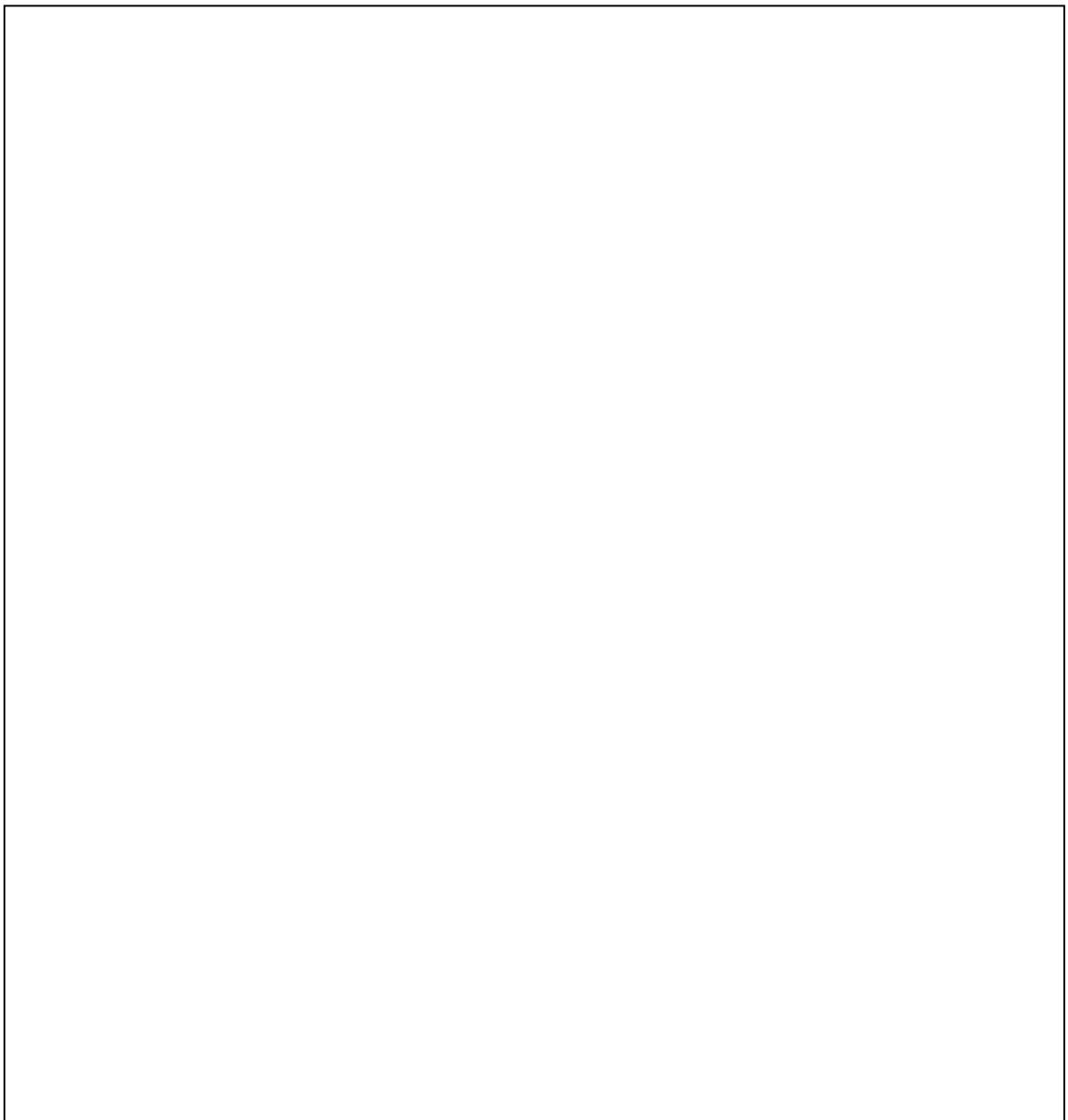
##### 3. Pembuatan larutan Amoksisilin 50 ppm pada pH 6,0 untuk diamati pada beberapa titik waktu.

- Pipet 5,0 ml larutan Amoksisilin dan tambahkan larutan dapar sitrat pH 6,0 ke dalam labu ukur hingga volume 100,0 ml, kocok sampai homogen.
- Masukkan ke dalam 4 tabung reaksi masing-masing 10,0 ml larutan Amoksisilin 50 ppm pH 6,0 tersebut dan diamkan selama waktu  $t = 0$  menit,  $t = 15$  mnt,  $t = 30$  mnt dan  $t = 45$  mnt (agar tidak keliru, berikan label untuk masing-masing tabung) dan amati pada **suhu ruang** (catat suhu ruangan saat dilakukan percobaan). Tabung reaksi ditutup dengan alumunium foil. Masing-masing tabung reaksi diamati absorbansinya pada masing-masing  $t$ .

**4. Pengamatan absorbansi larutan Amoksisilin 50 ppm dalam pH dan waktu pendiaman tertentu.**

- a. Amati dan catat absorbansi larutan Amoksisilin 50 ppm dalam *Aquadest* dengan spektrofotometer UV-Vis pada lambda maksimum ( $\lambda$  maks). Lakukan pengamatan 2 (dua) kali.
- b. Amati dan catat absorbansi larutan Amoksisilin 50 ppm dalam berbagai pH yang ditentukan dan waktu pendiaman yang ditentukan dengan spektrofotometer UV-Vis pada lambda maksimum ( $\lambda$  maks). Lakukan pengamatan 2 (dua) kali. Sebagai *reference*/perbandingan saat pembacaan absorbansi, digunakan larutan dapar yang sesuai. Data dicatat dalam kolom yang tersedia.

**2) BAGAN RANCANG KERJA**



**3) DATA DAN PERHITUNGAN UJI STABILITAS LARUTAN AMOKSISILIN PADA BERBAGAI DAPAR TERHADAP WAKTU**

- a. HASIL PENIMBANGAN AMOKSISILIN .....mg dilarutkan ke dalam *Aquadest* ad 100,0 ml

**Perhitungan kadar larutan Amoksisilin**

Kadar larutan I terhitung = ..... ppm

Jika diambil 5,0 ml dan diencerkan dengan dapar ad 100,0 ml

Kadar larutan II terhitung = ..... ppm

- b. HASIL PENGAMATAN ABSORBANSI LARUTAN AMOKSISILIN

Hasil pengamatan absorbansi larutan amoksisilin 50 ppm pada pH 3,5, suhu (.....°C) dan lama pendiaman tertentu pada panjang gelombang maksimum = ..... nm

Tabel 8.2 Absorbansi Larutan Amoksisilin **pH 3,5** pada Berbagai Waktu Pendiaman

pH	Waktu (menit)	Absorbansi		Kadar		Rata-rata
		Pengukuran ke-1	Pengukuran ke-2	Pengukuran ke-1	Pengukuran ke-2	
3,5	0					
	15					
	30					
	45					

Hasil pengamatan absorbansi larutan amoksisilin 50 ppm pada pH 5,0, suhu (.....°C) dan lama pendiaman tertentu pada panjang gelombang maksimum = ..... nm

Tabel 8.3 Absorbansi Larutan Amoksisilin **pH 5,0** pada Berbagai Waktu Pendiaman

pH	Waktu (menit)	Absorbansi		Kadar (Ct)		Rata-rata
		Pengukuran ke-1	Pengukuran ke-2	Pengukuran ke-1	Pengukuran ke-2	
5,0	0					
	15					
	30					
	45					

Hasil pengamatan absorbansi larutan amoksisilin 50 ppm pada pH 6,0, suhu (.....°C) dan lama pendiaman tertentu pada panjang gelombang maksimum = ..... nm

Tabel 8.4 Absorbansi Larutan Amoksisilin **pH 6,0** pada Berbagai Waktu Pendiaman

pH	Waktu (menit)	Absorbansi		Kadar (Ct)		Rata-rata
		Pengukuran ke-1	Pengukuran ke-2	Pengukuran ke-1	Pengukuran ke-2	
6,0	0					
	15					
	30					
	45					

c. HASIL PENGOLAHAN DATA UJI STABILITAS LARUTAN AMOKSISILIN PADA BERBAGAI DAPAR TERHADAP WAKTU

1. Penentuan Orde Reaksi dengan Metoda Regresi (grafik)

Hitung harga koefisien korelasi  $r^2$ !

Tabel 8.5 Harga Koefisien Korelasi pada pH 3,5; pH 5,0; dan pH 6,0

Orde	$r^2$ pada pH 3,5	$r^2$ pada pH 5,0	$r^2$ pada pH 6,0
Nol (Waktu vs Ct)			
Satu (Waktu vs log Ct)			
Dua (Waktu vs 1/Ct)			

2. Perhitungan tetapan laju peruraian pada masing-masing pH berdasarkan data **reaksi orde satu**

Rumus orde satu: .....

Tabel 8.6 Tetapan Laju Peruraian Amoksisilin pada Berbagai pH Dalam Suhu Ruang

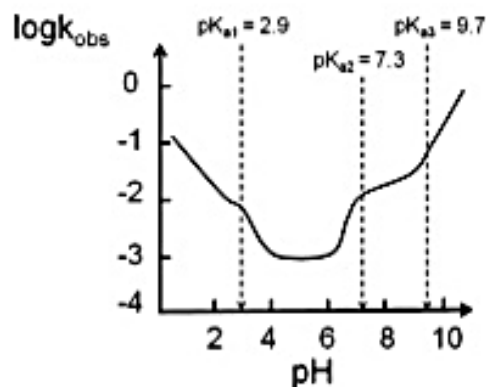
pH	Tetapan laju Peruraian Terhitung (satuan?)
3,5	
5,0	
6,0	

3. Berdasarkan data yang diperoleh pada nomor 2, buatlah Kurva Hubungan antara pH versus k (pada suhu ruang)!

4) PEMBAHASAN

Pertanyaan penuntun:

1. Berdasarkan hasil percobaan di atas, berapakah orde peruraian Amoksisilin? Jelaskan!
2. Berapakah pH stabilitas senyawa tersebut? Apakah tetapan laju reaksinya dapat dikatakan =  $k_0$  ? (tetapan laju reaksi karena solven saja)
3. Apakah yang dimaksud pH optimum dan pH stabil suatu larutan obat?
4. Berdasarkan pustaka "*Drug Stability for Pharmaceutical Scientist*" diketahui bahwa profil pH vs k terkait hidrolisis Amoksisilin dalam larutan dapar pada suhu 35°C adalah sebagai berikut:



Berdasarkan profil tersebut, berapakah pH efektif larutan Amoksisilin tersebut!

### (ST-3) Uji Stabilitas Pengaruh Suhu Terhadap Stabilitas Kimia Larutan Amoksisilin

#### 1) LANGKAH KERJA

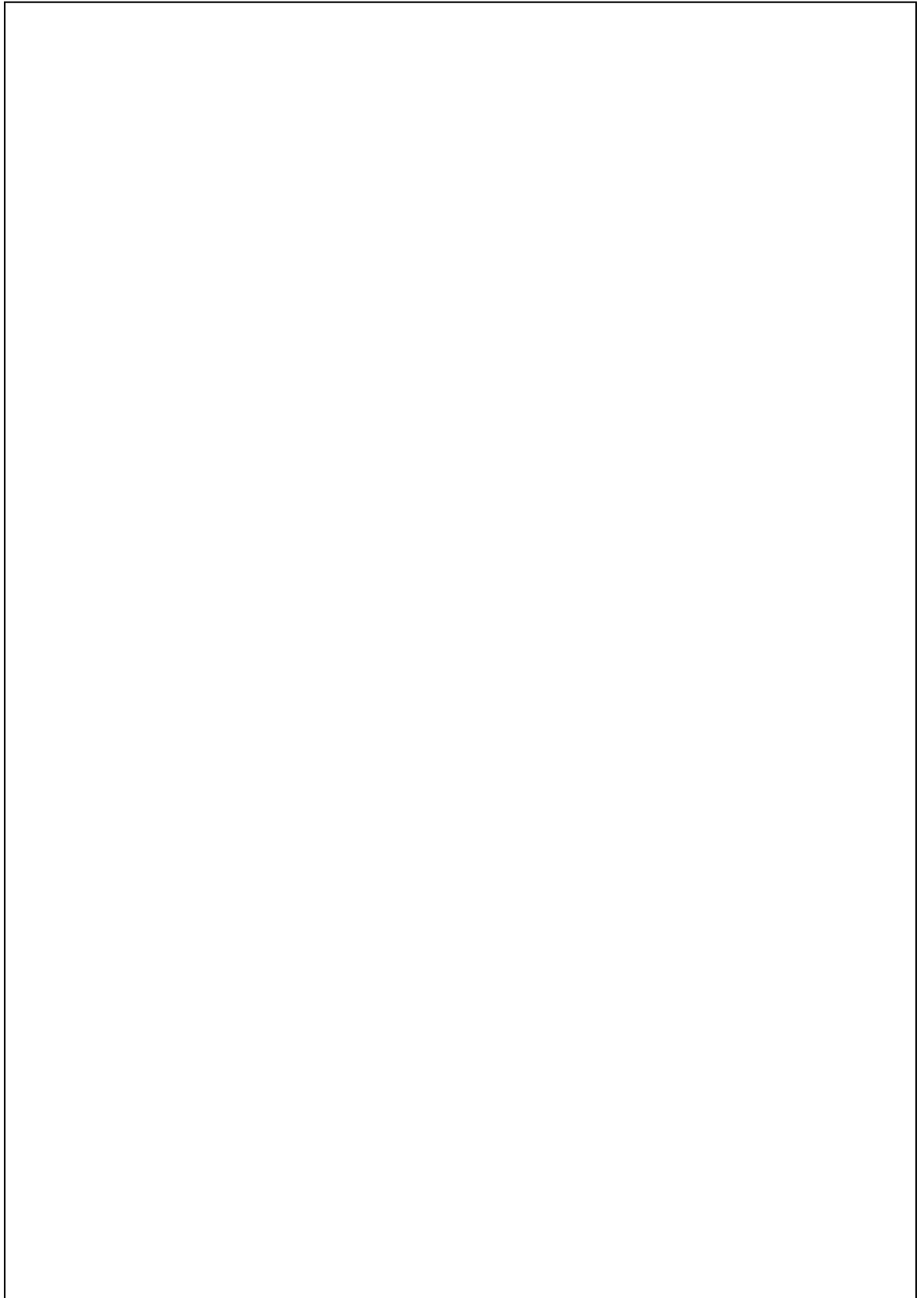
- Ambil dan pipet ..... ml larutan baku induk Amoksisilin **2500** ppm yang telah tersedia, masukkan ke dalam labu ukur 250 ml.
- Encerkan dengan larutan dapar yang tersedia (larutan dapar pH = .....) sampai dengan diperoleh kadar larutan Amoksisilin 50 ppm.
- Bagi ke dalam tabung reaksi masing-masing 10,0 ml sebanyak 15 tabung dengan rincian sebagai berikut:

Suhu	Waktu pengamatan				
	0 menit (Tabung 1)	15 menit (Tabung 2)	30 menit (Tabung 3)	45 menit (Tabung 4)	60 menit (Tabung 5)
40°C	0 menit (Tabung 6)	15 menit (Tabung 7)	30 menit (Tabung 8)	45 menit (Tabung 9)	60 menit (Tabung 10)
50°C	0 menit (Tabung 11)	15 menit (Tabung 12)	30 menit (Tabung 13)	45 menit (Tabung 14)	60 menit (Tabung 15)

Tutup masing-masing tabung dengan aluminium foil dan beri masing-masing tanda suhu pemanasan dan lama waktu pemanasan.

- Letakkan atau panaskan semua tabung pada suhu yang ditentukan dalam *waterbath* yang telah diatur suhunya. Tambah satu tabung pengontrol yang berisi *aquadest* saja pada masing-masing suhu pengamatan. Pada tabung pengontrol tersebut diukur suhunya dengan termometer untuk memantau suhu pemanasan (**Suhu pemanasan adalah suhu termometer, bukan suhu *waterbath*!**)
- Ambil tabung yang sesuai untuk setiap suhu dan setiap waktu. Untuk menghentikan reaksi, rendam tabung reaksi yang baru diambil ke dalam penangas es (rendam sebentar saja). Keluarkan tabung reaksi dari penangas es dan tunggu beberapa saat sampai tercapai suhu kamar. Larutan diamati absorbansinya (kondisi suhu kamar) pada panjang gelombang maksimum ( $\lambda$  maks) menggunakan spektrofotometer UV-Vis.
- Lakukan perhitungan kadar Amoksisilin berdasarkan absorbansi yang diperoleh.

## 2) BAGAN RANCANG KERJA



**3) DATA DAN PERHITUNGAN:**

- a. Kadar larutan baku induk Amoksisilin yang tersedia (sudah disediakan lab) = ..... ppm  
 Pembuatan larutan Amoksisilin 50 ppm pada pH .....  
 Volume larutan baku induk Amoksisilin (..... ppm) yang dipipet = ..... ml  
 Volume labu ukur yang digunakan = ..... ml

b. HASIL PENGAMATAN ABSORBANSI LARUTAN AMOKSISILIN

Hasil pengamatan absorbansi larutan amoksisilin 50 ppm pada pH = ..... dan suhu yang telah ditentukan dengan panjang gelombang maksimum ..... nm

Tabel 8.7 Absorbansi Larutan Amoksisilin Dalam Dapar pH ..... pada Berbagai Suhu dan Waktu Pendiaman

Suhu	Waktu (menit)	Absorbansi		Kadar		
		Pengukuran ke-1	Pengukuran ke-2	Pengukuran ke-1	Pengukuran ke-2	Rata-rata
Ruang	0					
	15					
	30					
	45					
	60					
30°C	0					
	15					
	30					
	45					
	60					
40°C	0					
	15					
	30					
	45					
	60					
50°C	0					
	15					
	30					
	45					
	60					

c. HASIL PENGOLAHAN DATA

1. Penentuan orde reaksi dengan metode regresi (grafik)

Hitung harga koefisien korelasi  $r^2$

Tabel 8.8 Harga Koefisien Korelasi pada pH ..... pada Berbagai Suhu

Orde	$r^2$ Suhu Ruang	$r^2$ 30°C	$r^2$ 40°C	$r^2$ 50°C
Nol (Waktu vs Ct)				
Satu (Waktu vs log Ct)				
Dua (Waktu vs 1/Ct)				

2. Perhitungan tetapan laju peruraian Amoksisilin pada pH ..... pada Berbagai Suhu Berdasarkan Reaksi Orde Satu

Rumus : .....

Tabel 8.9 Tetapan Laju Peruraian Amoksisilin pada pH ..... pada Berbagai Suhu

pH	Suhu	Tetapan laju Peruraian Terhitung (satuan?)
.....	Ruang	
	30°C	
	40°C	
	50°C	

- Berdasarkan hasil perhitungan nomor 2, buatlah kurva  $1/T$  vs  $\log k!$
- Hitunglah harga  $A$  dan  $E_a$  nya melalui nilai intersep dan slope dengan metode regresi (kaitkan dengan rumus persamaan Arrhenius)!
- Berdasarkan harga  $k$  dari persamaan Arrhenius di atas (nomor 4), hitunglah batas kadaluwarsa pada suhu kamar untuk kadar minimum 90% ( $C_t = 90\%$ ). Bandingkan hasilnya berdasarkan harga  $k$  yang dihitung dengan metode grafik pada orde satu (nomor 2)!

**4) PEMBAHASAN**

Pertanyaan penuntun:

- Mengapa pada percobaan uji stabilitas dipercepat perlu ditetapkan dulu orde reaksi peruraiannya?
- Hal-hal apakah yang harus diperhatikan pada percobaan di atas agar dapat dijamin laju peruraiannya tunggal?
- Mengapa harga  $E_a$  perlu ditentukan dalam percobaan di atas?

4. PUSTAKA

Sinko PJ, 2012, Physical Pharmacy and Pharmaceutical Sciences 6<sup>th</sup> ed., Lippincott Williams and Wilkins.

Remington The Science and Practice of Pharmacy 2011.

**LEMBAR PELAKSANAAN SKILL PRAKTIKUM (WAJIB TERISI LENGKAP)**

**NAMA:**

**KELAS/NRP:**

**KELOMPOK:**

<b>No</b>	<b>MATERI</b>	<b>KETERANGAN (SUDAH/BELUM)</b>	<b>TANDA TANGAN DOSEN/ASISTEN</b>
<b>1</b>	Pengukuran viskositas dengan viskometer kapiler ( <i>Ostwald</i> )		
	Pengukuran densitas cairan dengan piknometer		
	Penggunaan pipet volume/pipet ukur dan <i>ball filler</i>		
<b>2</b>	Pengukuran viskositas dengan viskometer bola jatuh ( <i>Falling-sphere viscometer</i> )		
<b>3</b>	Pengukuran parameter reologi dengan viskometer <i>Cup and Bob</i> ( <i>Stormer</i> )		
	Pengukuran viskositas dengan viskometer VT-04F/DVI Digital		
	Penggunaan stopwatch		
<b>4</b>	Pengukuran viskositas dengan viskometer <i>Cone and Plate</i>		
<b>5</b>	Pengukuran parameter reologi dengan rotoviskometer ( <i>Brookfield</i> )		
<b>6</b>	Pengamatan ukuran partikel dengan mikroskop		
<b>7</b>	Pengamatan volume sedimentasi		
<b>8</b>	Penggunaan pipet volume dan labu ukur untuk melakukan pengenceran sampel larutan parasetamol		
	Penggunaan <i>magnetic stirrer</i>		
<b>9</b>	Penimbangan dan pembuatan larutan dapar		
	Pengamatan menggunakan pH meter (pengukuran dan kalibrasi pH meter)		
<b>10</b>	Pengamatan absorbansi larutan dengan spektrofotometer UV-Vis		

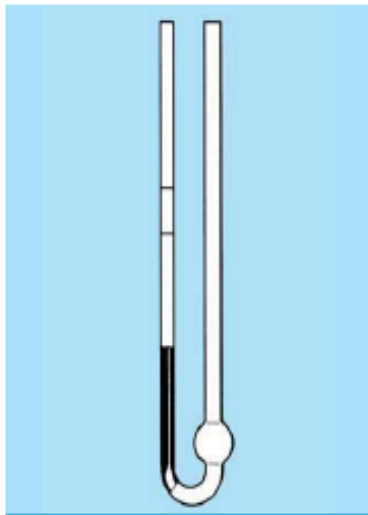
**BAHAN DISKUSI DAN BELAJAR MANDIRI**

**PRAKTIKUM  
KIMIA FISIKA FARMASI**

# Viskometer Kapiler (*Ostwald*)

## Tipe viskometer kapiler (Ostwald)

### Ostwald viscometers



#### Ostwald viscometers

- filling quantity: 3 ml
- overall length: approx. 220 mm

with ring marks,  
without constant,  
for manual measurements

Type No.	Order No.	Capillary Ø i [mm]	Transit time for water approx. [s]	Constant K (approx.)	for use from [mm <sup>2</sup> /s] (approx.)
509 03	285404006	0.3	250	0.004	0.3
509 04	285404014	0.4	75	0.01	1
509 05	285404022	0.5	30	0.03	2.5
509 06	285404039	0.6	15	0.07	5.5
509 07	285404047	0.7	10	0.1	10

## PHARMACEUTICAL SOLVENTS

The remarkable growth of the solvent industry is attested by the more than 300 solvents now being produced on an industrial scale. Chemically, these include a great variety of organic compounds, ranging from hydrocarbons through alcohols, esters, ethers, and acids to nitroparaffins. Their main applications are in industry and the synthesis of organic chemicals. Comparatively few, however, are used as solvents in pharmacy, because of their toxicity, volatility, instability, and/or flammability. Those commonly used as pharmaceutical solvents are described in this section.

### ACETONE

#### 2-Propanone; Dimethyl Ketone

$\text{CH}_3\text{COCH}_3$

Acetone [67-64-1]  $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$  (58.08).

**Caution**—It is very flammable. Do not use where it may be ignited.

**Preparation**—Formerly obtained exclusively from the destructive distillation of wood. The distillate, consisting principally of methanol, acetic acid, and acetone was neutralized with lime, and the acetone was separated from the methyl alcohol by fractional distillation. Additional quantities were obtained by pyrolysis of the calcium acetate formed in the neutralization of the distillate.

It now is obtained largely as a by-product of the butyl alcohol industry. This alcohol is formed in the fermentation of carbohydrates such as corn starch, molasses, etc, by the action of the bacterium *Clostridium acetobutylicum* (Weizmann fermentation), and it is always one of the products formed in the process. It also is obtained by the catalytic oxidation of isopropyl alcohol, which is prepared from propylene resulting from the cracking of crude petroleum.

**Description**—Transparent, colorless, mobile, volatile, flammable liquid with a characteristic odor; specific gravity not more than 0.789;

distills between 55.5 and 57°C; congeals about -95°C; aqueous solution neutral to litmus.

**Solubility**—Miscible with water, alcohol, ether, chloroform, or most volatile oils.

**Uses**—An antiseptic in concentrations above 80%. In combination with alcohol it is used as an antiseptic cleansing solution. It is employed as a menstruum in the preparation of oleoresins in place of ether. It is used as a solvent for dissolving fatty bodies, resins, pyroxylin, mercurials, etc, and also in the manufacture of many organic compounds such as chloroform, chlorobutanol, and ascorbic acid.

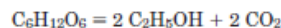
### ALCOHOL

#### Ethanol; Spiritus Vini Rectificatus; S. V. R.; Spirit of Wine; Methylcarbinol

Ethyl alcohol [64-17-5]; contains 92.3 to 93.8%, by weight (94.9 to 96.0%, by volume), at 15.56°C (60°F) of  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  (46.07).

**Preparation**—Has been made for centuries by fermentation of certain carbohydrates in the presence of zymase, an enzyme present in yeast cells. Usable carbohydrate-containing materials include molasses, sugar cane, fruit juices, corn, barley, wheat, potato, wood, and waste sulfite liquors. As yeast is capable of fermenting only D-glucose, D-fructose, D-mannose, and D-galactose, it is essential that more complex carbohydrates, such as starch, be converted to one or more of these simple sugars before they can be fermented. This is accomplished variously, commonly by enzyme- or acid-catalyzed hydrolysis.

The net reaction that occurs when a hexose, glucose for example, is fermented to alcohol may be represented as



but the mechanism of the process is very complex. The fermented liquid, containing about 15% alcohol, is distilled to obtain a distillate contain-

ing 94.9% C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, by volume. To produce absolute alcohol, various processes dehydrate the 96% product.

Hydration of ethylene, abundant supplies of which are available from natural and coke oven gases, from waste gases of the petroleum industry, and other sources may produce it also. In another synthesis acetylene is hydrated catalytically to acetaldehyde, which then is hydrogenated catalytically to ethyl alcohol.

**Description**—Transparent, colorless, mobile, volatile liquid; slight but characteristic odor, burning taste; boils at 78°C but volatilizes even at a low temperature, and is flammable; when pure, it is neutral toward all indicators; specific gravity at 15.56 (the US Government standard temperature for Alcohol) not above 0.816, indicating not less than 92.9% of C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH by weight, or 94.9% by volume.

**Solubility**—Miscible with water, acetone, chloroform, ether, or many other organic solvents.

**Incompatibilities**—This and preparations containing a high percentage of alcohol will precipitate many inorganic salts from an aqueous solution. Acacia generally is precipitated from a hydroalcoholic medium when the alcohol content is greater than about 35%.

Strong oxidizing agents such as chlorine, nitric acid, permanganate, or chromate in acid solution react, in some cases violently, with it to produce oxidation products.

Alkali cause a darkening in color because of the small amount of aldehyde usually present in it.

**Uses**—In pharmacy principally for its solvent powers. It also is used as the starting point in the manufacture of many important compounds, like ether, chloroform, etc. It also is used as a fuel, chiefly in the denatured form.

It is a CNS depressant. Consequently, it occasionally has been administered intravenously for preoperative and postoperative sedation for patients in whom other measures are ineffective or contraindicated. The dose employed is 1 to 1.5 mL/kg. Its intravenous use is a specialized procedure and should be employed only by one experienced in the technique of such use.

It is used widely and abused by lay persons as a sedative. It has, however, no medically approved use for this purpose. Moreover, alcohol potentiates the CNS effects of numerous sedative and depressant drugs. Hence, patients taking certain prescription drugs or OTC medications should not use it.

Externally, it has a number of medical uses. It is a solvent for the toxicodendrol causing by poisoning and should be used to wash the skin thoroughly soon after contact. In a concentration of 25% it is employed for bathing the skin for the purpose of cooling and reducing fevers. In high concentrations it is a rubefacient and an ingredient of many liniments. In a concentration of 50% it is used to prevent sweating in astringent and anhidrotic lotions. It also is employed to cleanse and harden the skin and is helpful in preventing bedsores in bedridden patients. In a concentration of 60 to 90% it is germicidal. At optimum concentration (70% by weight) it is a good antiseptic for the skin (local antiseptic) and also for instruments. It also is used as a solvent to cleanse the skin splashed with phenol. High concentrations of it often are injected into nerves and ganglia for the relief of pain, accomplishing this by causing nerve degeneration.

#### DENATURED ALCOHOL

An act of Congress, June 7, 1906, authorizes the withdrawal of alcohol from bond without the payment of internal revenue tax, for the purpose of denaturation and use in the arts and industries. This is ethyl alcohol to which has been added such denaturing materials as to render the alcohol unfit for use as an intoxicating beverage. It is divided into two classes, namely, completely denatured alcohol and specially denatured alcohol, prepared in accordance with approved formulas prescribed in Federal Industrial Alcohol Regulations 3.

**Completely Denatured Alcohol**—This term applies to ethyl alcohol to which has been added materials (methyl isobutyl ketone, pyrene, gasoline, acetone, kerosene, etc.) of such nature that the products may be sold and used within certain limitations without permit and bond.

**Specially Denatured Alcohol**—This alcohol is intended for use in a greater number of specified arts and industries than completely denatured alcohol, and the character of the denaturant or denaturants used is such that specially denatured alcohol may be sold, possessed, and used only by those persons or firms that hold basic permits and are covered by bond.

**Uses**—Approximately 50 specially denatured alcohol formulas containing combinations of more than 90 different denaturants are available to fill the needs of qualified users. Large amounts of specially denatured alcohols are used as raw materials in the production of acetaldehyde, synthetic rubber, vinegar, and ethyl chloride as well as in the manufacture of proprietary solvents and cleaning solutions. Ether and chloroform can be made from suitably denatured alcohols, and fur-

malin for the manufacture of Iodine Tincture, Green Soap Tincture, and Rubbing Alcohol are set forth in the regulations.

Specially denatured alcohols also are used as solvents for surface coatings, plastics, inks, toilet preparations, and external pharmaceuticals. Large quantities are used in the processing of such food and drug products as pectin, vitamins, hormones, antibiotics, alkaloids, and blood products. Other uses include supplemental motor fuel, rocket and jet fuel, antifreeze solutions, refrigerants, and cutting oils. Few products are manufactured today that do not require the use of alcohol at some stage of production. Specially denatured alcohol may not be used in the manufacture of foods or internal medicines when any of the alcohol remains in the finished product.

#### DILUTED ALCOHOL

##### Diluted Ethanol

A mixture of alcohol and water containing 41.0 to 42.0%, by weight (48.4 to 49.5%, by volume), at 15.56°C, of C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH (46.07).

##### Preparation

Alcohol 500 mL  
Purified Water 500 mL

Measure the alcohol and the purified water separately at the same temperature, and mix. If the water and the alcohol and the resulting mixture are measured at 25°C, the volume of the mixture will be about 970 mL.

When equal volumes of alcohol and water are mixed together, a rise in temperature and a contraction of about 3% in volume take place. In small operations the contraction generally is disregarded; in larger operations it is very important. If 50 gal of official alcohol are mixed with 50 gal of water, the product will not be 100 gal of diluted alcohol, but only 96 1/4 gal, a contraction of 3 3/4 gal. US Proof Spirit differs from this and is stronger; it contains 50%, by volume, of absolute alcohol at 15.56°C (60°F). This corresponds to 42.5% by weight and has a specific gravity of 0.9341 at the same temperature. If spirits have a specific gravity lower than that of proof spirit (0.9341), they are said to be above proof; if greater, below proof.

It also may be prepared from the following:

Alcohol 408 g  
Purified Water 500 g

**Rules for Dilution**—The following rules are applied when making an alcohol of any required lower percentage from an alcohol of any given higher percentage:

**I. By Volume**—Designate the volume percentage of the stronger alcohol by *V* and that of the weaker alcohol by *v*.

**Rule**—Mix *v* volumes of the stronger alcohol with purified water to make *V* volumes of product. Allow the mixture to stand until full contraction has taken place and until it has cooled, then make up the deficiency in the *V* volumes by adding more purified water.

**Example**—An alcohol of 30% by volume is to be made from an alcohol of 94.9% by volume.—Take 30 volumes of the 94.9% alcohol, and add enough purified water to produce 94.9 volumes at room temperature.

**II. By Weight**—Designate the weight-percentage of the stronger alcohol by *W* and that of the weaker alcohol by *w*.

**Rule**—Mix *w* parts by weight of the stronger alcohol with purified water to make *W* parts by weight of product.

**Example**—An alcohol of 50% by weight is to be made from an alcohol of 92.3% by weight.—Take 50 parts by weight of the 92.3% alcohol, and add enough purified water to produce 92.3 parts by weight.

**Description**—As for Alcohol except its specific gravity is 0.935 to 0.937 at 15.56°C, indicating that the strength of C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH corresponds to that given in the official definition.

**Uses**—A solvent in making tinctures, fluid-extracts, extracts, etc. Its properties already have been described fully in connection with the various preparations. Its value consists not only in its antiseptic properties, but also in its possessing the solvent powers of both water and alcohol. See Alcohol.

**CHLOROFORM**—page 1085.

#### GLYCERIN

##### 1,2,3-Propanetriol Glycerol



Glycerol [56-81-5] C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub> (92.09).

Chemically, it is the simplest trihydric alcohol. It is worthy of special note because the two terminal alcohol groups are primary, whereas the middle one is secondary. Thus this becomes the first polyhydric alcohol that can yield both an aldose (glyceraldehyde) and a ketose (dihydroxyacetone).

# Viskometer Bola Jatuh (*Falling Sphere Viscometer*)

## Unit Description

---

### 4. Unit Description

#### 4.1 Principle of the measurement

The HAAKE Falling Ball Viscometer measures the viscosity of transparent newtonian liquids. This viscosity is correlated to the time a ball requires to fall a defined distance. The rolling and sliding movement of the ball through the sample filled into a slightly inclined cylindrical measuring tube is described by means of the fall time. The test results are given as the dynamic viscosity using the internationally standardized absolute unit of "milli Pascal seconds" (mPa·s).

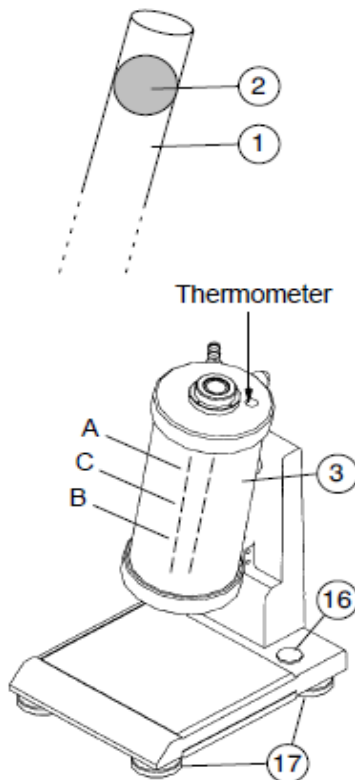
Note: 1 mPa·s = 1 cP (centi Poise)

The Falling Ball Viscometer corresponds to the requirements of many international standards, i.e. ISO 12058 and the german standard DIN 53 015.

#### 4.2 Description of the instrument

The heart of the instrument is the measuring tube made of glass **1** and a ball **2**. This tube carries two ring marks A and B, which are spaced 100 mm apart and which limit the measuring distance (ring mark C is equidistant between A and B). The measuring tube is jacketed by means of an outer glass tube, which encloses a room **3** to be filled with a temperature controlled liquid. The measuring tube is fastened to the stand in such a way that its axis is inclined with respect to the vertical by 10° during the measurement.

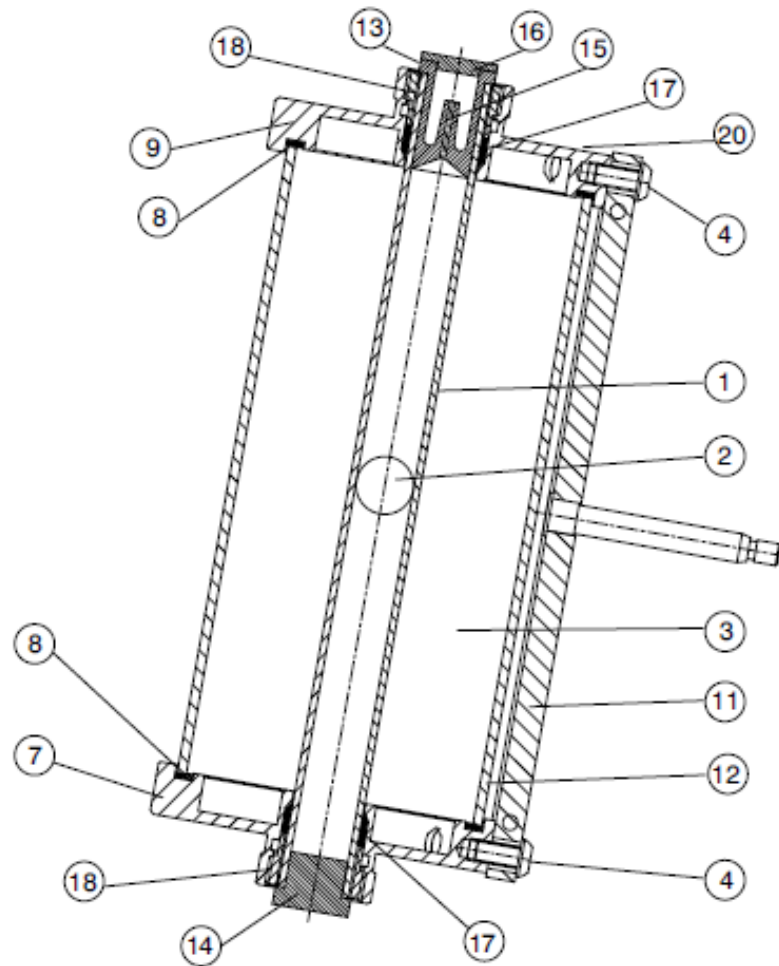
The measuring tube together with the jacket may be pivoted in order to turn the tube upside down again to let the ball return to the initial position before a measurement. The measuring tube is closed on both sides by two stoppers, one of which **13** contains a capillary and a small reservoir. This stopper prevents undesirable changes of pressure in the liquid sample and has a passage for air bubbles when the temperature is being changed. The viscometer incloses all samples completely to prevent volatization and film forming. The stand may be levelled by means of its water level **16** and the levelling screws **17**. The easily interchangeable thermometer allows a precise temperature control.



## Functional Elements

---

### 5. Functional Elements



- |                  |                            |
|------------------|----------------------------|
| 1 Falling tube   | 12 Jacket tube             |
| 2 Ball           | 13 Hollow stopper          |
| 3 Tempering room | 14 Stopper                 |
| 4 Screw          | 15 Capillary               |
| 7 Set screw      | 16 Closing plate           |
| 8 Gasket         | 17 Gasket for falling tube |
| 9 Cover          | 18 Threaded bush           |
| 11 Brace         | 20 Connecting rod          |

# Measuring

---

## 6. Measuring

### 6.1 Preparation for a test

#### 6.1.1 Temperature control

The Falling Ball Viscometer may be temperature controlled in a temperature range from  $-20$  up to  $+120^{\circ}\text{C}$  using liquid circulators, i.e. one of the HAAKE "DC" or "F" series.

The sample should rest at least some 15 minutes in the measuring tube at the test temperature before the measurement is started.

The temperature in the jacket around the measuring tube must be maintained within a temperature tolerance of  $\pm 0.03^{\circ}\text{C}$  for test temperatures between  $10$  up to  $80^{\circ}\text{C}$ . For test temperatures beyond these limits the tolerances may be increased to  $+0.05^{\circ}\text{C}$ .

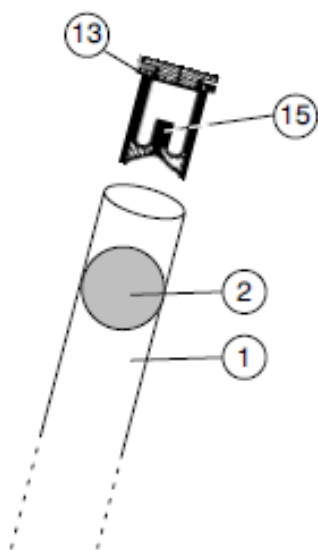
The tempering room 3 must be free of air bubbles.

#### 6.1.2 Loading the sample

All parts of the viscometer being in direct contact with the sample must be kept clean and dry.

A sample volume of approximately  $45\text{ cm}^3$  is poured into the measuring tube 1 up to 20 mm below the rim of the tube. Then the ball 2 is placed into the tube and the hollow stopper 13 is introduced. The liquid should reach a level just beyond the capillary 15. The sample in the tube must be free of air bubbles.

Before the final test data are taken the ball should run through the tube up and down at least once to improve the homogeneity of the samples and its temperature uniformity.



### 6.1.3 Selection of the balls

The standard ball set contains 6 balls, which pass through the measuring tube of an inner diameter of approximately  $15.94 \pm 0.01$  mm.

Order-No.	Ball No.	Made of	Density $\rho$ g/cm <sup>3</sup>	Diameter of the ball mm	Constant K (approx.) mPa·s·cm <sup>3</sup> /g·s	Recomm. measuring range mPa·s
800-0002	1	boron silica glass	2.2	$15.81 \pm 0.01$	0.007	0.6 – 10
800-0003	2	boron silica glass	2.2	$15.6 \pm 0.05$	0.09	7 – 130
800-0004	3	nickel iron alloy	8.1	$15.6 \pm 0.05$	0.09	30 – 700
800-0005	4	nickel iron alloy	8.1	$15.2 \pm 0.1$	0.7	200 – 4800
800-0006	5	W.-No. 4034	7.7–8.1	$14.0 \pm 0.5$	4.5	800 – 10000
800-0007	6	W.-No. 4034	7.7–8.1	$11.0 \pm 1$	33	6000 – 75000

Additionally the following ball is deliverable:

Order-No.	Ball	Made of	Density $\rho$ g/cm <sup>3</sup>	Diameter of the ball mm	Constant K (approx.) mPa·s·cm <sup>3</sup> /g·s	Recomm. measuring range mPa·s
800-0009	G	boron silica glass	2.2	$15.91 \pm 0.01$	–	gases

The measuring ranges for viscosity indicated are related to DIN 53015 / ISO 12058.

Sometimes it may be necessary to use two different balls in order to cover a wider measuring range, i.e. when the function of viscosity versus temperature is measured over a wide temperature intervall; in this case, you insert two different balls at the same time into the measuring tube with the smaller ball inserted first. The reduced starting distance will not influence the test result significantly, but increases the uncertainty.

## ***Measuring***

---

### **6.2 Measurement of the falling times**

The jacket tube snaps into a defined 10°-position at the bottom of the instrument.

By turning over the jacket tube, the ball is set to the measuring position.

The falling time of the ball moving from the ring mark A to ring mark B is determined by using a stop watch. The time period starts when the lower periphery of the ball touches the ring mark A, which must appear as a straight line. The falling time ends when the lower periphery of the ball touches the ring mark B, which again must appear as a straight line. If one uses the distance AC or CB to reduce very long falling times for high viscous liquids the double of the measuring time period must be taken into account.

Turning the jacket tube 180° again the ball returns to its start position. It is good practice to take the mean value out of several falling time values (3 to 5).

The falling times for the ball returning may vary from the normal value (up to 1 %). If the returning of the ball should also be used for exact measurements a new constant K must be determined.

**Constant for the returning of the ball:**

$$K_{\text{return}} = \frac{\text{normal falling time} \cdot \text{normal constant } K}{\text{falling time when returning}}$$

When testing dark liquids it is usually very difficult to see the lower part of the ball. In this case we advise to take the ball equator when it passes through the ring marks.

## **Measuring**

---

### **6.3 Evaluation of the test results**

The dynamic viscosity  $\eta$  (in mPa·s) is calculated using the following equation:

$$\eta = K (\rho_1 - \rho_2) \cdot t$$

where:

$K$  = ball constant in mPa·s·cm<sup>3</sup>/g·s (see chapter 11)

$\rho_1$  = density of the ball in g/cm<sup>3</sup> (see chapter 11)

$\rho_2$  = density of the liquid to be measured at the measuring temperature in g/cm<sup>3</sup>

$t$  = falling time of the ball in seconds.

#### **Test results:**

The dynamic viscosity  $\eta$  is given in units of mPa·s (cP) and must be completed by stating the sample temperature.

The dynamic viscosity  $\eta$  may be converted to the kinematic viscosity  $\nu$  by using the following equation:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}$$

$\nu$  = kinematic viscosity [mm<sup>2</sup>/s] [1 mm<sup>2</sup>/s = 1 cSt]

$\eta$  = dynamic viscosity [mPa·s]

$\rho$  = density of the liquid sample [g/cm<sup>3</sup>]

# Viskometer *Cup and Bob (Stormer)*

## Experiment 1

# Viscosity Measurement

### Purpose

The purpose of this experiment is to measure the viscosity of a glycerin-water mixture with a Thomas-Stormer viscometer.

### Apparatus

Figure 1.1 is a schematic of the viscometer. A weight,  $W$ , is used to drive a rotor that is partially submerged in a sample of liquid. The torque exerted by viscous shear on the rotor is balanced by the work input of the falling weight. The experiment involves measurement of the time it takes for a known number of revolutions of the rotor.

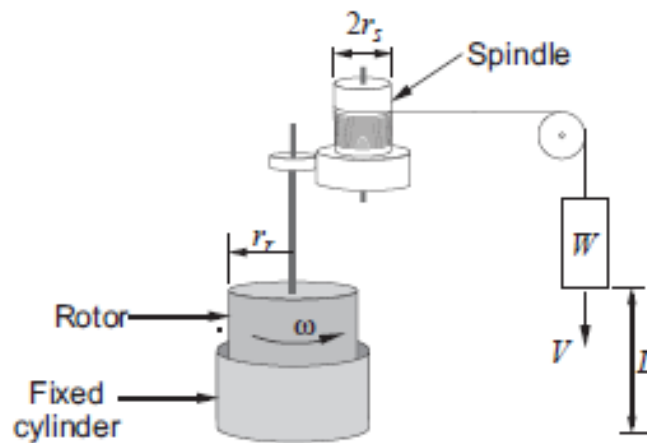


Figure 1.1: Thomas-Stormer viscometer.

## Theory

The operation of the viscometer relies on a linear velocity profile in the gap between the rotor and the fixed cylinder. If the velocity profile is linear the viscous shear stress on the surface of the rotor can be written

$$\tau = \mu k \omega \quad (1.1)$$

where  $\tau$  is the viscous shear stress,  $\mu$  is the fluid viscosity,  $k$  is a constant that depends only on the geometry of the viscometer, and  $\omega$  is the angular velocity of the rotor. Given the shear stress from Equation (1.1), the torque exerted by the rotor on the fluid is

$$T_f = (\tau A) r_r \quad (1.2)$$

where  $A$  is the wetted surface area of the rotor, and  $r_r$  is the radius of the rotor. The area,  $A$ , accounts for the inner and outer surfaces of the rotor. Since the fluid is in contact with both surfaces  $r_r$  is an effective radius.

Neglecting any friction in the pulleys and bearings, the power dissipated by viscous stresses in the fluid,  $P_f$ , is equal to the power input of the falling weight,  $P_w$ .

$$P_f = P_w \implies T_f \omega = W V \quad (1.3)$$

where  $W$  is the magnitude of the weight, and  $V$  is the velocity of the falling weight. Combining Equations (1.1) through (1.3) gives

$$\mu k \omega^2 A r_r = W V \quad (1.4)$$

The velocity of the weight falling a distance  $L$  in time  $t$  is

$$V = \frac{L}{t} = \frac{2\pi r_s n_s}{t} \quad (1.5)$$

where  $n_s$  is the number of revolutions of the spindle, and  $r_s$  is the radius of the spindle. The angular velocity of the rotor is

$$\omega = \frac{2\pi n_r}{t} \quad (1.6)$$

where  $n_r$  is the number of revolutions of the rotor in time  $t$ .

Substitution of Equations (1.5) and (1.6) into Equation (1.4) and rearranging yields

$$\mu = \frac{1}{k \omega \frac{2\pi n_r}{t} A r_r} W \frac{2\pi r_s n_s}{t} = \frac{r_s \beta}{k A r_r} \frac{W}{\omega} \quad (1.7)$$

where  $\beta = n_s/n_r$  is the overall gear ratio between the spindle and the rotor. Defining the viscometer constant as

$$C = \frac{r_s \beta}{k A r_r} \quad (1.8)$$

Equation (1.7) can be written

$$\mu = C \frac{W}{\omega} \quad (1.9)$$

Assuming that the model of viscous shear in Equation (1.1) is valid, the constant  $C$  depends only on the geometry of the device.

## Procedure

Use of the Thomas-Stormer viscometer requires determination of  $C$  in Equation (1.9) by calibrating the instrument with a fluid having a known viscosity. With  $C$  known from the calibration step, measurements of  $W$  and  $\omega$  can be used with Equation (1.9) to compute the viscosity of an unknown fluid. The overall procedure may be divided into three phases: (1) setting up the viscometer, (2) adjusting the weight in preparation for the tests, and (3) running the tests.

### Set Up the Viscometer

1. Fill the test cup to the top of the side vanes. Make sure that the depth of the fluid is the same for all tests.
2. Replace the test cup in the viscometer
3. Raise the platform that supports the bath and test cup until the fluid is at least 0.6 cm (0.25 inch) above the top of the rotor. Add fluid if necessary. Make sure that the platform is raised so that it touches the stop.
4. Place the thermometer in the holder. Allow the system to come into thermal equilibrium and record the temperature. Note that most samples have been sitting overnight in the lab. Unless the fluid temperature has been disturbed, e.g., by excessive handling, it should be in reasonable thermal equilibrium with the viscometer and the surroundings.

### Adjust Weight in Preparation for Tests

The viscosity measurement is based on the assumption that the flow on the surface of the rotor is laminar. After placing a new sample of liquid in the test cup, and raising the cup into position, adjust the weight until 100 revolutions on the counter takes at least 20 seconds. Shorter run times will cause turbulent flow, and result in erroneously high viscosity values. The preliminary weight adjustment will also allow you to become familiar with the measurement procedure.

All data runs should be taken over a range of weights no greater than the weight that gives 100 revolutions in no less than 20 seconds. You will also need to allow about 20 revolutions for the rotor to attain steady state velocity. Make sure, therefore, that the weight can fall far enough to cause at least 120 revolutions of the rotor.

### Running Tests

Once the instrument is set up, the calibration runs and the viscosity measurement runs use the following procedure.

1. Turn the brake on and raise the driving weight by turning the handle of the rewinding drum counter-clockwise until the weight nearly touches the pulley.
2. Release the brake one quarter turn and allow the weight to slowly descend until the pointer on the dial is located between 80 and 90. Reset the brake. The time for the weight to fall 100 revolutions will be measured. The starting time is when the revolution counter crosses 0, and the stopping time is when the revolution counter crosses 100. Setting the starting position so that the revolution counter is between 80 and 90 allows several revolutions of the rotor to be completed before the beginning of the measured time interval. This guarantees that the rotor is rotating at steady angular velocity during the interval of the time measurement.
3. Reset the stopwatch.
4. Fully release the brake. Start the stopwatch when the counter passes 0 and stop it when the counter passes 100. Record the time and mass of the weight box.
5. Repeat the preceding steps for several weights (at least 5) by adding or removing shot from the weight box.

# Rotoviskometer (*Brookfield Dial*)

## I. INTRODUCTION

The Brookfield Dial Viscometer measures fluid viscosity at given shear rates. Viscosity is a measure of a fluid's resistance to flow. You will find a detailed description of the mathematics of viscosity in the Brookfield publication *"More Solutions to Sticky Problems"* a copy of which was included with your Dial Viscometer. The Dial Viscometer rotates a sensing element in a fluid and measures the torque necessary to overcome the viscous resistance to the induced movement. This is accomplished by driving the immersed element, which is called a spindle, through a beryllium copper spring. The degree to which the spring is wound, indicated by the red pointer, is proportional to the viscosity of the fluid.

The Viscometer is able to measure over a number of ranges since, for a given spring deflection, the actual viscosity is proportional to the spindle speed and is related to the spindle's size and shape. For a material of given viscosity, the resistance will be greater as the spindle size and/or rotational speed increase. The minimum viscosity range is obtained by using the largest spindle at the highest speed; the maximum range by using the smallest spindle at the slowest speed.

There are four basic spring torque series offered by Brookfield:

<u>Model</u>	<u>Spring Torque (Dyne-cm)</u>
LV	673.7
RV	7,187.0
HA	14,374.0
HB	57,496.0

The higher the torque calibration, the higher the measurement range. The viscosity measurement range for each torque calibration may be found in Appendix B.

All units of measurement are calculated in units of centipoise (cP) by using a look-up table known as "the Brookfield Factor Finder" to convert torque reading. The equivalent units of measurement in the SI system are calculated using the following conversions:

Viscosity:	$\frac{\text{CGS}}{1 \text{ cP}}$	=	$\frac{\text{SI}}{1 \text{ mPa}\cdot\text{s}}$	mPa·s = milli Pascal - second
Torque:	$10^7 \text{ dyne-cm}$	=	1 Newton-m	

### I.1 Components

- 1) Dial Viscometer
- 2) Model A Laboratory Stand
- 3) Spindle Set with Case (4 spindles for LVF, LVT; 7 Spindles for RVF, RVT, HAT, and HBT).  
For Cone/Plate versions: a spindle wrench, one cone spindle and a sample cup (Part No. CP-44Y) replace the spindle set
- 4) Guard Leg (LVF, LVT, RVF, and RVT only)
- 5) Carrying Case
- 6) Operating Instruction Manual
- 7) Factor Finder

Please check to be sure that you have received all components, and that there is no damage. If you are missing any parts, please notify Brookfield Engineering or your local Brookfield agent immediately. Any shipping damage must be reported to the carrier.

## 1.2 Utilities

Input Voltage:	115 VAC or 230 VAC
Input Frequency:	50 or 60 Hz
Power Consumption:	Less than 20 WATTS

## 1.3 Specifications

Speeds:	LVF:	60, 30, 12, 6	
	LVT:	60, 30, 12, 6, 3, 1.5, 0.6, 0.3	
	RVF:	20, 10, 4, 2	
	RVT:	100, 50, 20, 10, 5, 2.5, 1, 0.5	
	HAT:	100, 50, 20, 10, 5, 2.5, 1, 0.5	
	HBT:	100, 50, 20, 10, 5, 2.5, 1, 0.5	
Accuracy:	± 1% of Full Scale Range in use (See Appendix D for details)		
Repeatability:	± 0.2% of Full Scale Range in use		
Weight:	Gross Weight	20 lb	9 kg
	Net Weight	17 lb	7.7 kg
	Carton Volume	1.65 cu ft	0.05 m <sup>3</sup>
Operating Temperature:	-20°C (-4°F) to 65°C (149°F)		

## 1.4 Set-Up

- 1) Assemble the laboratory stand. (Refer to Appendix E.)
- 2) Mount the Viscometer securely on a Brookfield laboratory stand. On some Viscometers, it may be necessary to unscrew the nut located at the point where the power cord enters the viscometer. This permits the metal handle to be inserted into the laboratory stand clamp.

**Note:** The position of the laboratory stand clamp assembly is important. Refer to Appendix E for proper alignment and positioning of the clamp assembly.

Level the viscometer, referring to the bubble level on the instrument. If the viscometer cannot be leveled, recheck the laboratory stand assembly, as shown on Sheet #82-0330 (supplied with Model A laboratory stand).

- 3) Verify that the viscometer's power requirements match your power source before connecting it to power.
- 4) For Cone/Plate models, refer to Appendix A.

## II. GETTING STARTED

### II.1 Operation

The Brookfield Viscometer is powered by a precision synchronous motor. Exact speeds of rotation are assured as the motor will turn erratically and spasmodically if synchronization cannot be maintained.

Speed changes are affected by a gear train having either four or eight speeds. Maximum speed (RPM) will be set at full clockwise rotation and minimum speed at full counter-clockwise rotation. Although not absolutely necessary, it is advisable to change speeds while the motor is running.

Four speed Viscometers have a square speed control knob with one number shown on each of four faces. The instrument's rotational speed is indicated by the number facing up. Eight speed models have a square speed control knob with two numbers on each face; by moving the knob through two complete turns, speeds may be changed in sequence. No trouble will be experienced in differentiating between the two speeds shown on each face since each pair is in the ratio of 20:1. To insure rotation at the indicated speed, it is important that the face of the knob upon which this speed is shown be closely parallel to the viscometer's dial.

LV Viscometers are provided with a set of four spindles and a narrow guard leg; RV Viscometers come with a set of seven spindles and a wider guard leg; HA and HB Viscometers come with a set of seven spindles and no guard leg.

The spindles are attached to the viscometer by screwing them to the lower shaft. **Note that the spindles have a left-hand thread.** The lower shaft should be held in one hand and lifted up. The spindle should be screwed to the left. The face of the spindle nut and the matching surface on the lower shaft should be smooth and clean to prevent eccentric rotation of the spindle. Spindles can be identified by the number on the side of the spindle nut.

All Brookfield Dial Reading Viscometers are provided with a clutch lever located at the back of the instrument. Depressing the lever raises the dial against the pointer and "holds" the instrument's reading. When the clutch is released the dial is lowered and the pointer will be freed.

Any of the controls on the Viscometer - the motor switch, speed change knob, and clutch - may be operated independently of the other.

### II.2 Viscometer Readings and Viscosity Calculations

1. Mount the guard leg, if used, (spindle protector) on the viscometer.
2. Attach the spindle (left-hand thread) to the viscometer lower shaft by lifting the coupling screw slightly. Hold it firmly with one hand while screwing the spindle on with the other (note left-hand thread). Avoid putting side thrust on the shaft.

To avoid trapping air bubbles under the disc-type spindles, do the following before attaching the spindle. Begin by immersing the spindle in a diagonal path, slowly drag the spindle across the

fluid surface, and bring the spindle to an upright position and thread onto screw.

3. Lower and center spindle in the test material (600 ml beaker) until the "meniscus" of the fluid is at the center of the immersion groove on the spindle's shaft.
4. To make a viscosity measurement, turn the motor switch "ON". This energizes the viscometer drive motor. Allow time for the indicated reading to stabilize. The time required for stabilization will depend on the speed at which the viscometer is running and the characteristics of the sample fluid.

When making a viscosity measurement, the reading should be noted and multiplied by the factor appropriate to the viscometer model/spindle/speed combination being used. Refer to the table below or to the FACTOR FINDER for calculating viscosity. For maximum accuracy, readings below 10.0% torque (dial reading) should be avoided.

5. Turn the viscometer motor switch "OFF" when changing a spindle, changing samples, etc. Remove spindle before cleaning.
6. The interpretation of results and the instrument's use with non-Newtonian and thixotropic materials is discussed in the booklet, "More Solutions to Sticky Problems" and in Appendix C.

The following tables apply to Brookfield Viscometer Models LV, RV, HA and HB with standard spindles. They enable the user to convert the percent scale reading into a viscosity value in units of centipoise.

To convert the viscometer dial reading to a viscosity value in units of centipoise, multiply the reading noted on dial viscometer by the appropriate factor in the following tables.

LV Series Viscometer							
1		2		3		4	
.3	200	.3	1K	.3	4K	.3	20K
.6	100	.6	500	.6	2K	.6	10K
1.5	40	1.5	200	1.5	800	1.5	4K
3	20	3	100	3	400	3	2K
6	10	6	50	6	200	6	1K
12	5	12	25	12	100	12	500
30	2	30	10	30	40	30	200
60	1	60	5	60	20	60	100

= Spindle       = Spindle Speed  
 = Factor      K = 1000

RV Series Viscometer													
1		2		3		4		5		6		7	
.5	200	.5	800	.5	2k	.5	4k	.5	8k	.5	20k	.5	80k
1	100	1	400	1	1k	1	2k	1	4k	1	10k	1	40k
2	50	2	200	2	500	2	1k	2	2k	2	5k	2	20k
2.5	40	2.5	160	2.5	400	2.5	800	2.5	1.6k	2.5	4k	2.5	16k
4	25	4	100	4	250	4	500	4	1k	4	2.5k	4	10k
5	20	5	80	5	200	5	400	5	800	5	2k	5	8k
10	10	10	40	10	100	10	200	10	400	10	1k	10	4k
20	5	20	20	20	50	20	100	20	200	20	500	20	2k
50	2	50	8	50	20	50	40	50	80	50	200	50	800
100	1	100	4	100	10	100	20	100	40	100	100	100	400

- Spindle     - Spindle Speed     - Factor    K - 1000

HA Series Viscometer													
1		2		3		4		5		6		7	
.5	400	.5	1.6k	.5	4k	.5	8k	.5	16k	.5	40k	.5	160k
1	200	1	800	1	2k	1	4k	1	8k	1	20k	1	80k
2	100	2	400	2	1k	2	2k	2	4k	2	10k	2	40k
2.5	80	2.5	320	2.5	800	2.5	1.6k	2.5	3.2k	2.5	8k	2.5	32k
5	40	5	160	5	400	5	800	5	1.6k	5	4k	5	16k
10	20	10	80	10	200	10	400	10	800	10	2k	10	8k
20	10	20	40	20	100	20	200	20	400	20	1k	20	4k
50	4	50	16	50	40	50	80	50	160	50	400	50	1.6k
100	2	100	8	100	20	100	40	100	80	100	200	100	800

- Spindle     - Spindle Speed     - Factor    K - 1000

HB Series Viscometer													
1		2		3		4		5		6		7	
.5	1.6k	.5	6.4k	.5	16k	.5	32k	.5	64k	.5	160k	.5	640k
1	800	1	3.2k	1	8k	1	16k	1	32k	1	80k	1	320k
2	400	2	1.6k	2	4k	2	8k	2	16k	2	40k	2	160k
2.5	320	2.5	1.28k	2.5	3.2k	2.5	6.4k	2.5	12.8k	2.5	32k	2.5	128k
5	160	5	640	5	1.6k	5	3.2k	5	6.4k	5	16k	5	64k
10	80	10	320	10	800	10	1.63k	10	3.2k	10	8k	10	32k
20	40	20	160	20	400	20	800	20	1.6k	20	4k	20	16k
50	16	50	64	50	160	50	320	50	640	50	1.6k	50	6.4k
100	8	100	32	100	80	100	160	100	320	100	800	100	3.2k

- Spindle     - Spindle Speed     - Factor    K - 1000

**Dial reading x Factor = Viscosity in cP (mPa•s)**

Example: LVT Viscometer with #1 spindle at 6 rpm

Dial Reading: 75    Factor: 10

$75 \times 10 = 750 \text{ cP (mPa}\cdot\text{s)}$

Full scale viscosity range for any speed and spindle combination is equal to the factor x 100.

**Factor x 100 = Full scale range**

Example: LVT Viscometer with #1 spindle at 6 RPM

Full Scale Range:  $10 \times 100 = 1,000 \text{ cP}$

### II.3 Considerations for Making Measurements

In taking viscosity measurements with the Dial Viscometer there are two considerations which pertain to the low viscosity limit of effective measurement.

- 1) Viscosity measurements should be accepted within the equivalent % Torque Range from 10% to 100% for any combination of spindle/speed rotation.
- 2) Viscosity measurements should be taken under laminar flow conditions, not under turbulent flow conditions.

The first consideration has to do with the precision of the instrument. All Dial Viscometers have a full scale range precision of  $\pm 1\%$  for any spindle/speed combination. We discourage taking readings below 10% of range because the potential viscosity error of  $\pm 1\%$  is a relatively high number compared to the instrument reading.

The second consideration involves the mechanics of fluid flow. All rheological measurements of fluid flow properties should be made under laminar flow conditions. Laminar flow is flow wherein all particle movement is in layers directed by the shearing force. For rotational systems, this means all fluid movement must be circumferential. When the inertial forces on the fluid become too great, the fluid can break into turbulent flow wherein the movement of fluid particles becomes random and the flow can not be analyzed with standard math models. This turbulence creates a falsely high viscometer reading with the degree of non-linear increase in reading being directly related to the degree of turbulence in the fluid.

For the following geometries, we have found that an approximate transition point to turbulent flow occurs as follows:

- 1) No. 1 LV Spindle: 15 cP at 60 RPM
- 2) No. 1 RV Spindle: 100 cP at 50 RPM
- 3) UL Adapter: 0.85 cP at 60 RPM

Turbulent conditions will exist in these situations whenever the RPM/cP ratio exceeds the values listed above.

## APPENDIX B - Viscosity Ranges

LV Series Viscometers with Spindles #1 - #4

RV/HA/HB Series Viscometers with Spindles #1 - #7

Viscosity Range (cP)		
Viscometer	Minimum	Maximum
LVF	15	100,000
LVT	15	2,000,000
RVF	100	2,000,000
RVT	100	8,000,000
HAT	200	16,000,000
HBT	800	64,000,000

# Rotoviskometer *Brookfield-Cone And Plate* Bagian 1

## APPENDIX A - Cone/Plate Viscometer Set-Up

The Wells-Brookfield Dial Viscometer uses the same operating instruction procedures as described in this manual, however, the gap between the cone and the plate must be mechanically adjusted before measurements are made. This is done by moving the plate (built into the sample cup, Part No. CP-44Y) up towards the cone until two small pins (one in the cone, the second mounted on the plate) contact slightly, and then by separating (lowering) the plate 0.0005inch (0.013mm).

Note that the Wells-BrookfieldCone/Plate Viscometer requires the use of a circulating temperature bath controlling temperature to within  $\pm 0.1$  °C. The bath is connected to the ports on the CP-44Y sample cup. Brookfield offers a complete line of refrigerated and non-refrigerated (tap water cooling) circulating water baths.

The following example assumes that the C/P Viscometer is set up on the Model A laboratory stand and has been leveled. Cone CP-40 is used in the illustrations. The water bath is on, set at the same test temperature that you will use when measuring the viscosity of your sample and is connected to the sample cup (Figure A1). Allow enough time for the bath to reach the test temperature. The Viscometer speed knob should be set at 10 or 12 rpm with motor OFF.

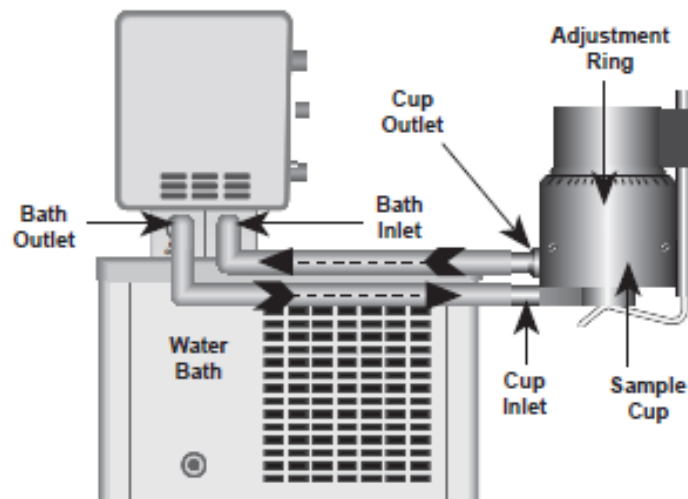


Figure A1

Remove the sample cup and attach the cone to the Viscometer (Note: left hand threads), using the spindle wrench to hold the Viscometer shaft (Figure A2). Note: Lift up gently on the spindle wrench.

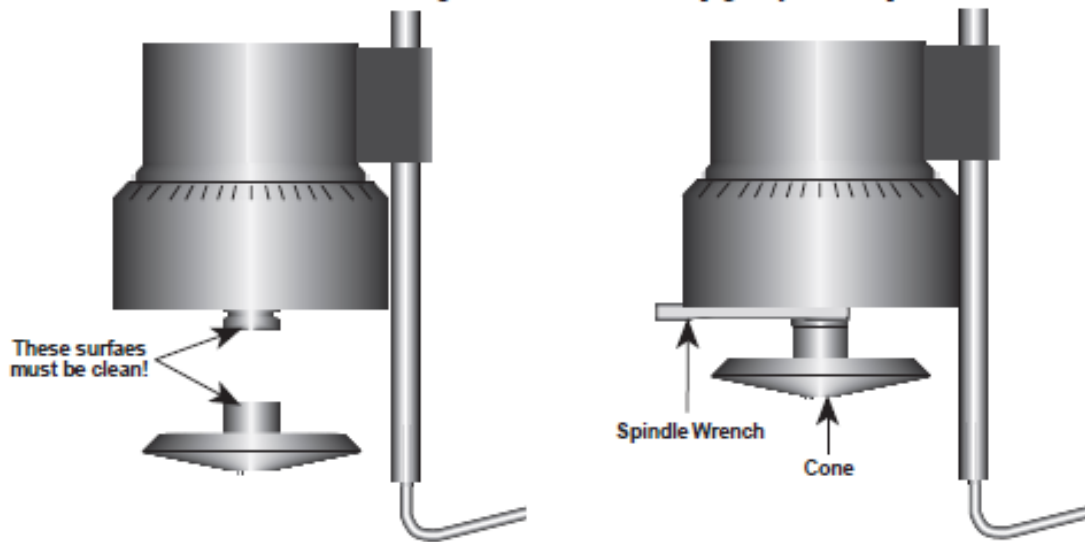


Figure A2

Attach the sample cup and swing the clip under the cup to secure it in place. Take care to avoid hitting the cone with the cup (Figure A3). Note: Do not add test sample during the gap setting procedure.

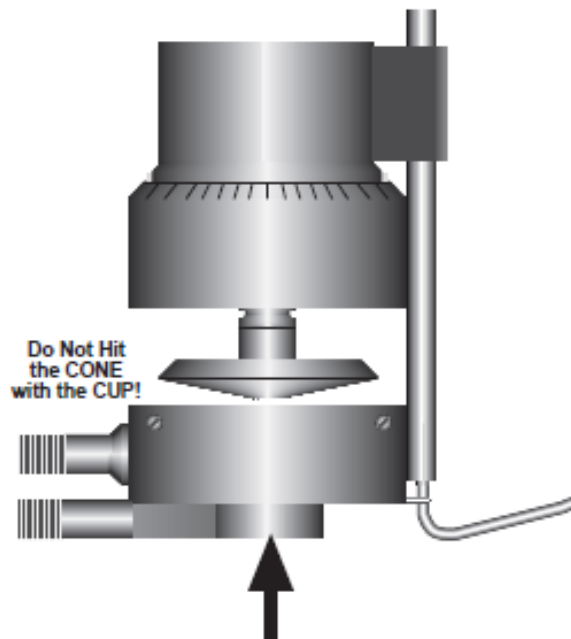


Figure A3

Start the Viscometer running at 10 or 12 rpm. Readings of % Torque (dial reading) will be utilized for setting the cone/plate gap. If the display reading jumps to 0.5% of scale (or higher), or will not settle to zero (indicating that the pins on the cone and cup are hitting), unscrew the adjustment ring by turning it to the left (clockwise as you look down on the instrument) until the reading settles at 0.0% (Figure A4).

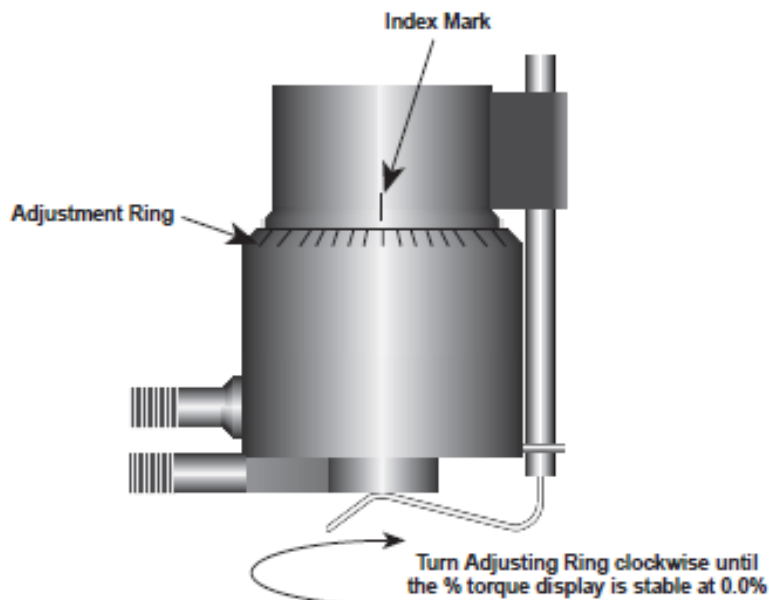


Figure A4

Turn the adjustment ring to the right (counterclockwise as you look down on the instrument) in small increments (one or two divisions of the ring) while watching the Viscometer dial (Figure A5). Remember that you are trying to raise the cup so that the pin in the cone touches the pin in the cup. Once you have found this hit point, you can "back off" to create the desired gap between cone and cup. *You must wait at least 6 seconds between movements of the ring.*

Turn the adjustment ring until the display reading jumps from 0.0 to 0.5% (HA and HB models) or from 0.0 to 0.5 % (RV models) or 0.0 to 1.0% (LV models). This is the HIT POINT. The cup may have to be adjusted up and down several times before this deflection is satisfactorily reached. The LV series Viscometer will be the *most sensitive*.

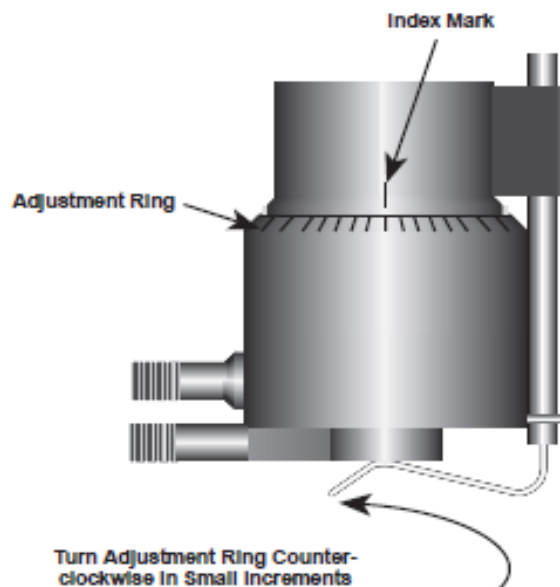


Figure A5

When you are satisfied the pins are just hitting (by observing acceptable % readings), make a pencil mark on the adjustment ring directly under the index mark on the pivot housing (Figure A6).

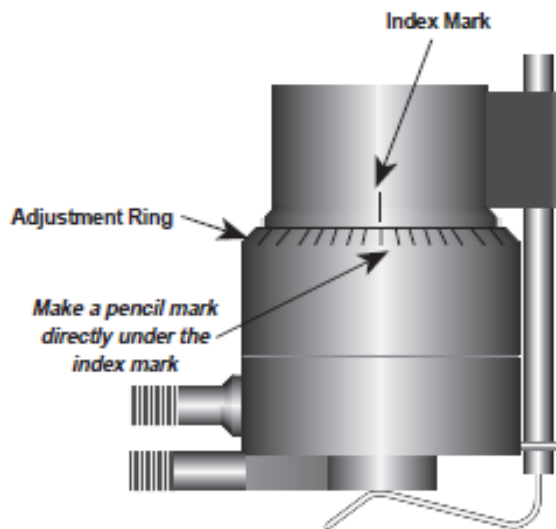


Figure A6

Turn the adjustment ring to the left (clockwise as you look down on the instrument) exactly the width of one division from the pencil mark you have just made. This will separate the pins by 0.0005" (0.013 mm). This is a very important step because if it is not done, the pins may touch constantly and may cause wear and damage to the cone, cup and instrument. The Viscometer is now mechanically set and ready for sample measurement (Figure A7).

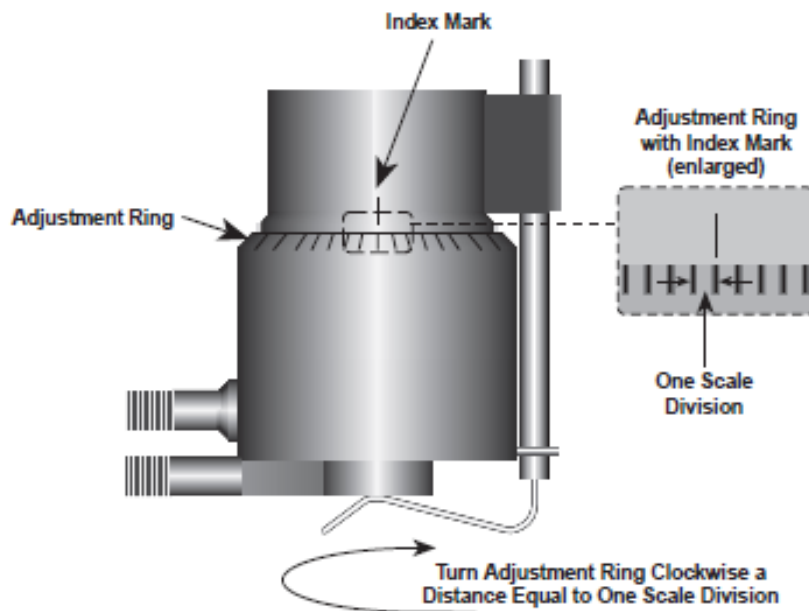


Figure A7

Each of the five available cones has a specific sample volume, as shown in Table A1. Note that the correct amount of sample fluid should cover the cone face and up over the edge less than 1mm as shown in (Figure A8).

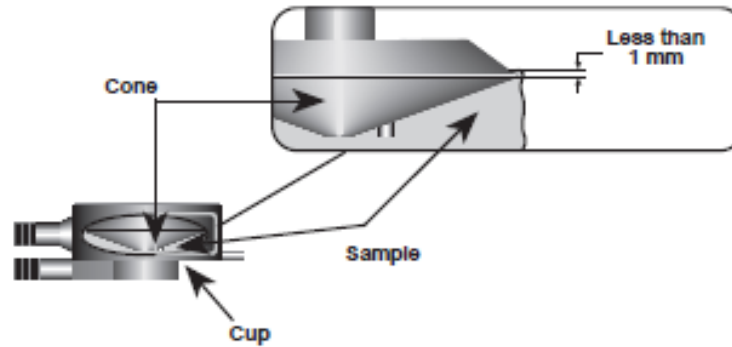


Figure A8

- Notes:
- The cup may be removed without resetting the gap.
  - Remove the spindle from the viscometer when you clean it.
  - Find the hit point every time the spindle is attached.

<u>Cone</u>	<u>Sample Volume</u>	<u>Cone Angle</u>
CP-40	0.5 ml	0.8°
CP-41	2.0 ml	3.0°
CP-42	1.0 ml	1.565°
CP-51	0.5 ml	1.565°
CP-52	0.5 ml	3.0°

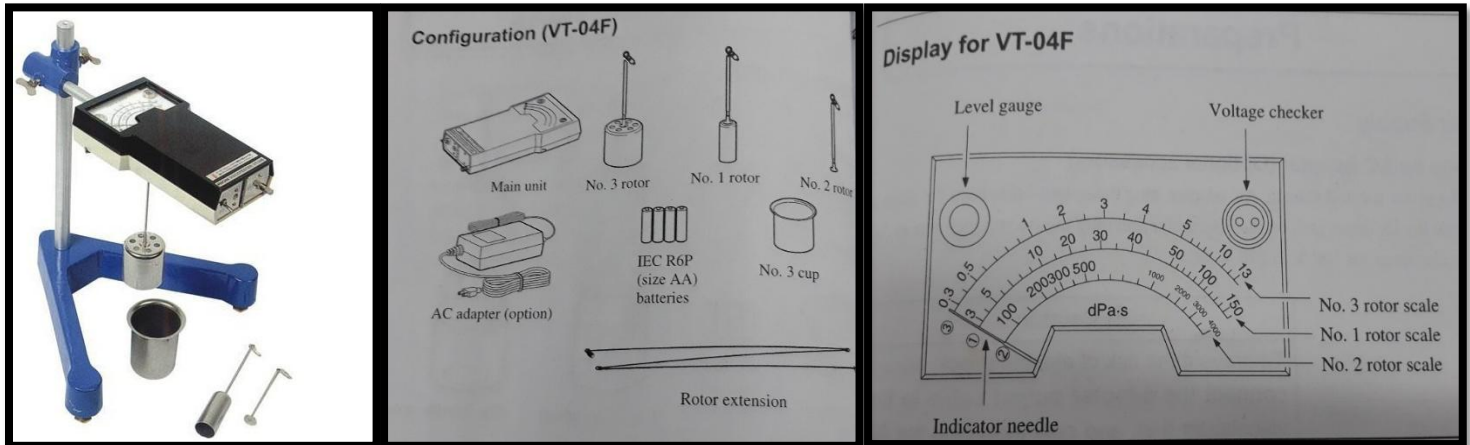
## Rotoviskometer Brookfield-Cone And Plate Bagian 2



### Cara Pengoperasian Instrumen:

- On switch power (sebelah kiri belakang) viskometer
- On switch gap adjustment, indikator led merah menyala
- Perhatikan bacaan di papan layer/LCD, jika spindle terpasang maka harus dicopot terlebih dahulu untuk proses zeroing
- Tekan salah satu tombol (mana saja) pada viscometer untuk proses zeroing, tunggu hingga proses zeroing selesai
- Tekan salah satu tombol kembali ke fungsi menu
- Pasang cone spindle
- Isi chamber/cup dengan larutan standar, volume standar harus sesuai dengan jenis spindle
- Set spindle dengan menekan tombol select spindle dan tombol panah ke atas dan ke bawah untuk memilih nomor spindle yang dipakai
- Tekan kembali tombol select spindle untuk memori nomor spindle
- Tekan tombol power motor on
- Adjust speed dengan panah atas/bawah lalu tekan tombol set speed untuk memori speed
- Lihat pembacaan yang tertera pada papan layer, akurasi  $\pm 1\%$
- Hasil pengukuran yang terbaca harus sama dengan nilai tabel pada viscosity standar
- Jika pembacaan tidak sesuai dengan viscosity standar, adjustment ring ke arah kiri/kanan untuk menyesuaikan
- Tekan tombol motor on/off. Proses kalibrasi selesai
- Pengukuran sampel prosesnya sama dengan perlakuan saat kalibrasi

# VISKOMETER VT-04F RION

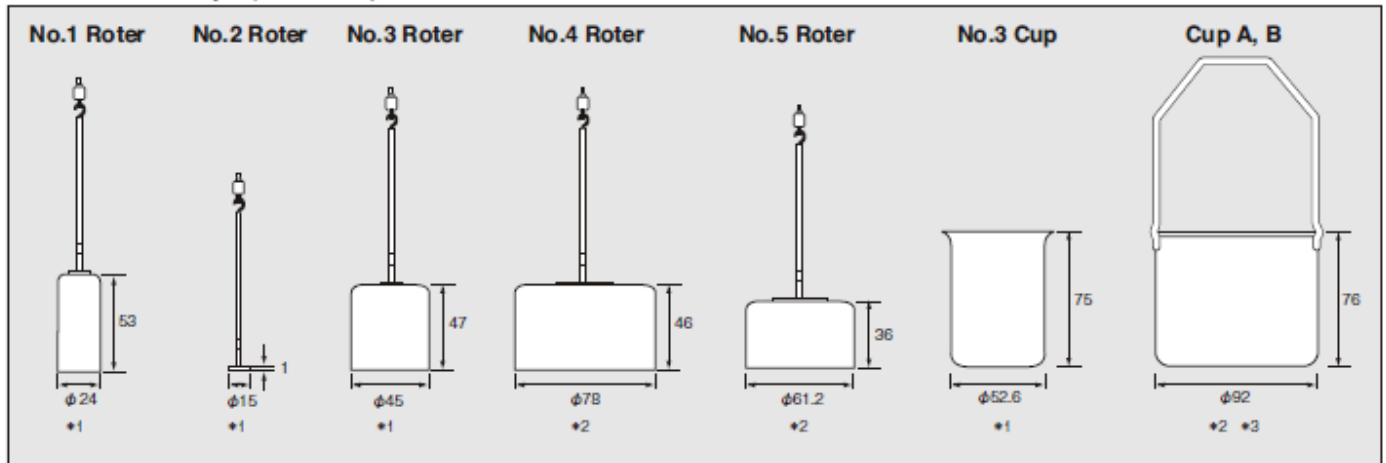


## Specifications

	VT-03F	VT-04F
Measurement range	No. 4 rotor: 2 to 33 mPa·s No. 5 rotor: 15 to 150 mPa·s No. 3 rotor: 50 to 300 mPa·s	No. 3 rotor: 0.3 to 13 dPa·s (with No. 3 cup) No. 1 rotor: 3 to 150 dPa·s (with JIS 300 mL beaker*2) No. 2 rotor: 100 to 4000 dPa·s (with JIS 300 mL beaker*2)
Sample fluid capacity	Approx. 480 mL (with Cup A or Cup B)	No. 1 and No. 2 rotor (with JIS 300 mL beaker*2) approx. 300 mL No. 3 rotor (with No. 3 cup) approx. 170 mL Clearance between rotor end and cup bottom: about 15 mm
Measurement accuracy (and reproducibility for VT-04F)	Within ±5 % of scale maximum (using supplied cup A or cup B) Scale calibrated according to JIS Z 8809 : 2000 viscosity calibration standard	Measurement accuracy ±10 % of indicated value Reproducibility ±5 % (calibrated with silicon oil)
Rotor speed	62.5 rpm	
Power requirements	6 V DC (four IEC R6P batteries) or AC adapter VA-05A or B*1 Current consumption at maximum torque approx. 100 mA	6 V DC (four IEC R6P batteries) or AC adapter VA-05A or B*1 Current consumption at maximum torque approx. 300 mA
Dimensions	98 (W) × 181 (D) × 40 (H) mm (without protruding parts)	
Weight	Approx. 570 g (without batteries)	
Supplied accessories	No. 3 rotor (dia. 45 × 47 × 160 mm) SUS304 1 No. 4 rotor (dia. 78 × 46 × 159 mm) A1050 (alumite) 1 No. 5 rotor (dia. 61.2 × 36 × 149 mm) A1050 (alumite) 1 Cup A (dia. 92 × 76 mm) A1050 (alumite) 1 Cup B (dia. 92 × 76 mm) A1050 (alumite) 1 IEC R6P (size AA) battery 4 Instruction manual 1 Inspection certificate 1	No. 1 rotor (dia. 24 × 53 × 166 mm) SUS304 1 No. 2 rotor (dia. 15 × 1 × 113 mm) SUS304 1 No. 3 rotor (dia. 45 × 47 × 160 mm) SUS304 1 No. 3 Cup (dia. 52.6 × 75 mm) SUS304 1 Rotor extension (900 mm · 300× 3) SUS304 1 IEC R6P (size AA) battery 4 Instruction manual 1 Inspection certificate 1
Optional accessory	AC adapter VA-05A or B*, Stand VA-04	

\*1 VA-05A, 120 V VA-05B, 220 V \*2 JIS R 3503 : 1994, φ78×103 (H)

### Rotors and Cups (unit: mm)



\*1 Material: Stainless steel \*2 Material: Aluminate \*3 Cup B has a 30 mm diameter hole at the bottom. Use Cup B to measure viscosity by directly by dipping Rotor in the fluid.

### Sample amount for measurement

	VT-03F	VT-04F
Cup A	approx.460 mL	—
No.3 Cup	—	approx.170 mL
Commercially available 300 mL beaker	—	approx.350 mL

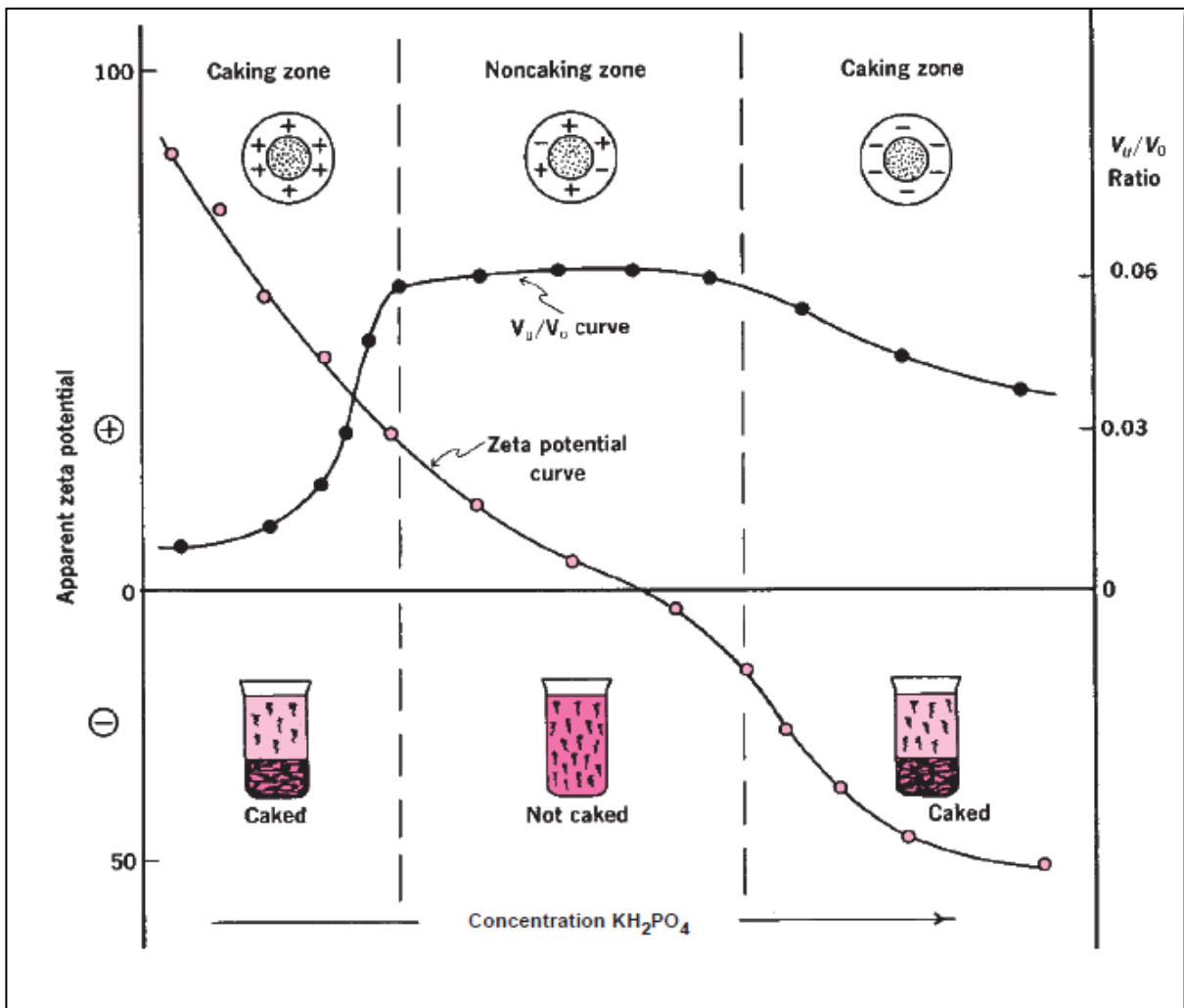
### Cara Pengoperasian Instrumen Viskometer VT-04 RION

1. Pastikan *waterpass* berada di tengah
2. Pasang rotor
3. Masukkan sediaan ke dalam mangkuk
4. Masukkan rotor ke dalam mangkuk berisi sediaan sampai dengan tAnda batas yang telah ditentukan
5. Hidupkan alat dengan menggeser tuas ON
6. Hasil pengukuran viskositas terbaca pada skala
7. Matikan alat
8. Cuci mangkuk berisi sediaan

## Menentukan Volume Sedimentasi Dan Derajat Flokulasi Sediaan Suspensi

Pustaka:

Sinko PJ, 2012, *Physical Pharmacy and Pharmaceutical Sciences* 6<sup>th</sup> ed., Lippincott Williams and Wilkins. Page 415.



**Fig. 17-3.** Caking diagram, showing the flocculation of a bismuth subnitrate suspension by means of the flocculating agent monobasic potassium phosphate. (From A. Martin and J. Swarbrick, in *Sprows' American Pharmacy*, 6th Ed., Lippincott, Philadelphia, 1966, p. 205. With permission.)

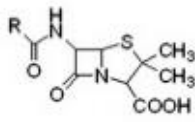
# UJI STABILITAS

## PENGARUH PERUBAHAN Ph DAN SUHU TERHADAP STABILITAS KIMIA LARUTAN BAHAN OBAT

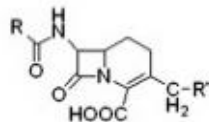
Pustaka : Drug Stability for Pharmaceutical Scientist page 72-75.

### 3.1.4 $\beta$ -Lactam Antibiotics

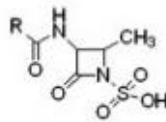
$\beta$ -Lactam antibiotics are antibacterial agents that contain a  $\beta$ -lactam ring in their molecular structure, and they include penicillins, cephalosporins, monobactams, and carbapenems:



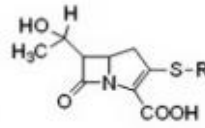
Penicillins



Cephalosporins

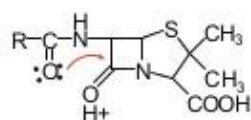


Monobactams

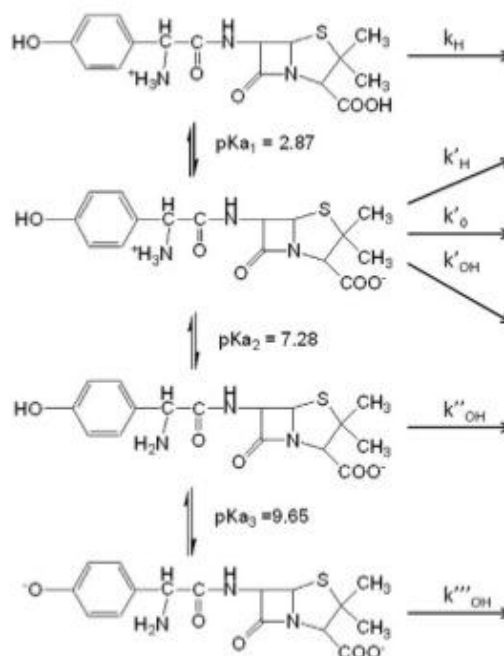


Carbapenems

The  $\beta$ -lactam ring is a four-member lactam ring that undergoes hydrolysis. In general, lactams are, like amides, chemically stable, but due to the structural strain of the four-member ring, the  $\beta$ -lactam ring is relatively rapidly hydrolyzed in aqueous solutions. The stability of the lactam ring is affected by the substituents (R). Hydrolysis of the  $\beta$ -lactam ring is catalyzed by intramolecular catalysis under acidic conditions:



Substituents that pull electrons away from the oxygen (i.e., electron withdrawing groups) decrease the rate of hydrolysis, while substituents that push electrons toward the oxygen (i.e., electron donating groups) enhance the rate. While ampicillin and amoxicillin are relatively stable under acidic conditions and can be given orally, benzylpenicillin is very unstable and is rapidly hydrolyzed in the stomach, which results in an extremely low oral bioavailability. *Amoxicillin* can be found in solid dosage forms (i.e., tablets and capsules), as oral suspensions, and as solutions for parenteral administration. Amoxicillin has four ionization forms and the following degradation pathway is based on the pH-rate profile (Fig. 3.10):



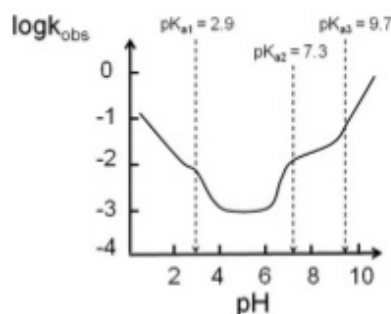


Figure 3.10 Sketch of the pH-rate profile for hydrolysis of amoxicillin in aqueous buffer solution at 35° C. The observed rate constant has the units of  $h^{-1}$  [12].

Based on Fig. 3.10, the equation for  $k_{obs}$  can be written as:

$$k_{obs} = k_H[H^+]f_{AH_3} + k'_H[H^+]f_{AH_2} + k'_0f_{AH_2} + k'_{OH}[OH^-]f_{AH_2} \\ + k''_{OH}[OH^-]f_{AH} + k'''_{OH}[OH^-]f_A$$

$$-\frac{d[A]_T}{dt} = k_{obs}[A]_T$$

$$[A]_T = [AH_3] + [AH_2] + [AH] + [A]$$

$$f_{AH_3} = \frac{[H^+]^3}{[H^+]^3 + [H^+]^2K_{a1} + [H^+]K_{a1}K_{a2} + K_{a1}K_{a2}K_{a3}}$$

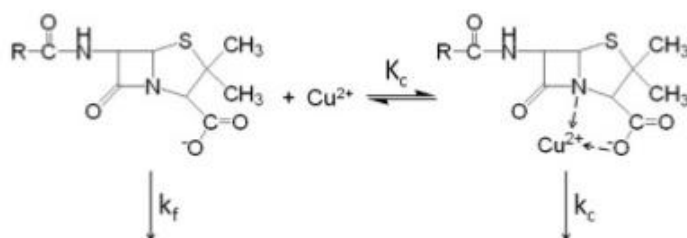
$$f_{AH_2} = \frac{[H^+]^2K_{a1}}{[H^+]^3 + [H^+]^2K_{a1} + [H^+]K_{a1}K_{a2} + K_{a1}K_{a2}K_{a3}}$$

$$f_{AH} = \frac{[H^+]K_{a1}K_{a2}}{[H^+]^3 + [H^+]^2K_{a1} + [H^+]K_{a1}K_{a2} + K_{a1}K_{a2}K_{a3}}$$

$$f_A = \frac{K_{a1}K_{a2}K_{a3}}{[H^+]^3 + [H^+]^2K_{a1} + [H^+]K_{a1}K_{a2} + K_{a1}K_{a2}K_{a3}}$$

Maximum stability is at a pH of about 5, at which the shelf-life of an aqueous amoxicillin solution is less than one week at room temperature. Due to its instability, amoxicillin is marketed, not as ready-made solutions, but as a granular powder for preparation of aqueous suspensions for oral administration and as a lyophilized powder for reconstitution of a parenteral solution. Moisture in solid state formulations (e.g., tablets, capsules, and powders) promotes hydrolysis of the  $\beta$ -lactam ring.

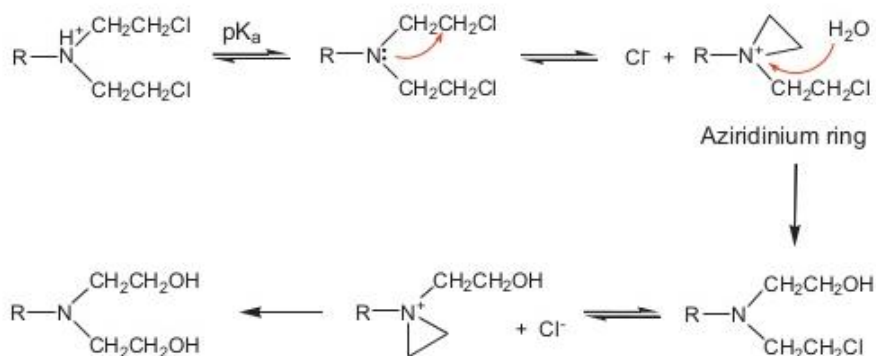
Polyols (i.e., compounds with several hydroxyl groups like glucose, sucrose, dextrans, glycerol, mannitol, and sorbitol) catalyze  $\beta$ -lactam hydrolysis in aqueous solutions [13,14] through the formation of chemically unstable  $\beta$ -lactam/polyol complexes [15]. Thus,  $\beta$ -lactam antibiotics should not be dissolved in or mixed with carbohydrates or dissolved in, for example, isotonic glucose solutions. Likewise, metal ions such as  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ , and  $\text{Mn}^{2+}$ , catalyze the cleavage of the  $\beta$ -lactam ring through formation of complexes [16],



where  $k_c$  is much larger than  $k_f$ . For example, for benzylpenicillin and  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $K_c$  was determined to be  $190 \text{ M}^{-1}$ ,  $k_f$  to be  $0.15 \text{ M}^{-1} \text{ s}^{-1}$ , and  $k_c$   $1.2 \times 10^7 \text{ M}^{-1} \text{ s}^{-1}$  ( $k_c/k_f = 8 \times 10^7$ ) at  $30^\circ \text{C}$ . Thus, minute amounts of  $\text{Cu}^{2+}$  ions can have a significant destabilizing effect on  $\beta$ -lactam antibiotics.

### 3.1.5 Nitrogen Mustards

Nitrogen mustards are an important class of alkylating anticancer drugs that owe their activity to their ability to form reactive aziridinium ring by intramolecular displacement of the chloride by the amine nitrogen. In the presence of water, the reactive aziridinium ring (i.e., the ethylene-immonium ion) reacts with water to form inactive degradation products:



#### Pustaka :

Connors KA, Amidon GL, Kennon L, 1997, *Chemical Stability of Pharmaceuticals*, John Wiley & Sons. Page 129-150.