

**PENUNTUN PRAKTIKUM
KIMIA ORGANIK FARMASI**

(KODE MK: FAFP 121)

Semester II



Oleh:

TIM KIMIA ORGANIK FARMASI

**PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2019**

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kepada Allah SWT yang dengan karunia-Nya sehingga kami diberikan kemudahan dalam penyusunan buku Penuntun Praktikum Kimia Organik Farmasi. Buku penuntun praktikum Kimia Organik Farmasi merupakan penuntun pelaksanaan praktikum yang harus dilaksanakan oleh mahasiswa Program Studi Sarjana Farmasi Universitas Andalas di semester II.

Diharapkan dengan adanya buku penuntun praktikum ini, mahasiswa mampu memahami tata cara dan prosedur pelaksanaan praktikum Kimia Organik Farmasi, sehingga mahasiswa akan memiliki kemampuan menganalisa dan mengevaluasi hasil praktikum sesuai dengan teori dasar yang telah diberikan.

Akhir kata kami menyadari bahwa dalam penyusunan buku penuntun ini tentu masih ada kekurangan, sehingga kami membutuhkan saran, kritik dan masukan dalam penyusunan dan revisi buku ini selanjutnya.

Padang, Juli 2019

Tim Penyusun

DAFTAR ISI

Halaman

KATA PENGANTAR.....	3
DAFTAR ISI.....	4
PERATURAN UMUM LABORATORIUM KIMIA ORGANIK FARMASI	5
EVALUASI PRAKTIKUM	6
TUJUAN MATA KULIAH PRAKTIKUM KIMIA ORGANIK FARMASI	7
PERCOBAAN I. SENYAWA POLAR DAN NON POLAR	1
PERCOBAAN II. DESTILASI NORMAL & DESTILASI UAP	4
PERCOBAAN III. REKRISTALISASI	9
PERCOBAAN IV. EKSTRASI SENYAWA ORGANIK	13
PERCOBAAN V. KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS	17
PERCOBAAN VI. KROMATOGRAFI KOLOM.....	20
PERCOBAAN VII. IDENTIFIKASI ALKOHOL, KARBONIL DAN ASAM KARBOKSILAT ..	23
PERCOBAAN VIII. IDENTIFIKASI AMINA, KARBOHIDRAT, PROTEIN, DAN LEMAK	28
PERCOBAAN IX. SINTESIS ASPIRIN.....	31

PERATURAN UMUM LABORATORIUM KIMIA ORGANIK FARMASI

1. ABSENSI

- a. Praktikan harus hadir 5 menit sebelum praktikum dimulai. Praktikan yang terlambat lebih dari 15 menit tidak diperkenankan mengikuti praktikum.
- b. Apabila Praktikan berhalangan hadir, maka wajib membuat surat izin atau surat keterangan sakit.
- c. Sebelum masuk praktikum, praktikan wajib mengisi absensi.
- d. Praktikan dilarang meninggalkan laboratorium tanpa seizing asisten/ laboran.
- e. Di dalam laboratorium **DILARANG** makan, minum, dan merokok
- f. Laboratorium hanya untuk mengerjakan percobaan sesuai dengan modul praktikum.

2. KESELAMATAN KERJA DI LABORATORIUM

- a. **KENALI** lokasi-lokasi dan cara pengoperasian fasilitas keselamatan kerja dan keadaan darurat.
- b. **SEGERA LAPORKAN** kondisi-kondisi tidak aman kepada **LABORAN**.
 - a. Di dalam laboratorium diwajibkan untuk memakai jas lab lengan panjang, gunakan sepatu tertutup dan kaoskaki, gunakan celana panjang dan gunakan kaca mata pelindung.
 - b. Rambut panjang harus diikat dan yang memakai hijab, dimasukkan ke dalam jas lab hijabnya.
 - c. Cuci tangan sebelum meninggalkan laboratorium

EVALUASI PRAKTIKUM

Evaluasi praktikum dilakukan sebelum dan sesudah praktikum, berupa tugas pendahuluan, responsi selama praktikum dan penilaian laporan praktikum.

PANDUAN PENILAIAN

Penilaian dilakukan oleh asisten/dosen praktikum terhadap kinerja selama berada di laboratorium.

Komponen kinerja laboratorium meliputi :

a. Persiapan

Penilaian ini didasarkan tes praktikum, laporan sementara, sikap, dan kelengkapan memasuki laboratorium, serta pengamatan kelompok selama praktikum (Respon: **20%**, TP (Tugas Pendahuluan): **5%**)

b. Keterampilan Laboratorium

Penilaian ini diberikan berdasarkan sikap selama percobaan berlangsung dengan mengamati teknik, pengetahuan dasar teori, kerjasama kelompok, kecakapan bekerja dengan petunjuk keselamatan, serta kemampuan untuk mengatasi kegagalan dalam percobaan. (Keaktifan : **20%**)

c. Laporan Praktikum

Laporan praktikum disusun berdasarkan hasil pengamatan dan laporan sementara pada saat praktikum. Laporan lengkap dikumpulkan sebagai gabungan dari laporan mingguan, dan dikumpulkan sebagai syarat pada saat ujian akhir (**25%**).

d. Ujian (UTS dan/atau UAS) : **30 %**

TUJUAN MATA KULIAH PRAKTIKUM KIMIA ORGANIK FARMASI

Diharapkan dengan praktikum ini mahasiswa mampu membedakan senyawa polar dan nonpolar, memahami proses pemisahan dan pemurnian zat cair dan zat padat, serta menerapkan cara pembuatan dan mengenal sifat-sifat senyawa karbonil, seperti aldehid, keton, asam karboksilat dan turunannya, ekstraksi senyawa organik.

Kemampuan yang akan didapatkan yaitu dengan menguasai kompetensi-kompetensi khusus sebagai berikut :

1. Mampu membedakan senyawa polar dan non polar
2. Mampu merakit dan menggunakan alat destilasi.
3. Mampu untuk memurnikan zat padat dengan metoda rekristalisasi
4. Mampu melakukan ekstraksi cair-cair senyawa organik
5. Mampu membuat dan mengenal sifat – sifat senyawa karbonil
6. Mampu mengidentifikasi senyawa alkohol, karbonil, dan asam karboksilat
7. Mampu mengidentifikasi senyawa amina, karbohidrat, lemak/minyak dan protein.
8. Mampu melakukan pemisahan menggunakan kromatografi lapis tipis.
9. Mampu menggunakan kromatografi kolom.
10. Mampu memahami prinsip dari esterifikasi fenol dan dapat mensintesis senyawa aspirin.

PERCOBAAN I. SENYAWA POLAR DAN NON POLAR

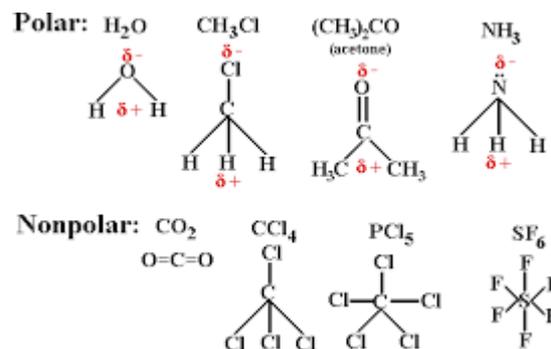
I. Tujuan Percobaan

Untuk membedakan senyawa polar dan nonpolar serta mampu menggambarkan struktur-struktur senyawa yang diberikan.

II. Pendahuluan

Senyawa hidrokarbon merupakan senyawa yang terdiri dari hidrogen dan karbon. Senyawa hidrokarbon sering juga disebut sebagai senyawa organik karena senyawa tersebut dapat disintesis di dalam tubuh organisme hidup, seperti darah, daging, kayu, serta pohon dan yang lainnya. Selain dapat disintesis di dalam tubuh, senyawa hidrokarbon banyak disintesis di laboratorium atau di industri. Senyawa hidrokarbon yang pertama kali disintesis di dalam laboratorium adalah senyawa urea pada tahun 1828, oleh Wohler.

Setiap senyawa hidrokarbon biasanya memiliki ikatan kovalen, dimana ikatan kovalen tersebut dapat bersifat polar dan nonpolar. Ikatan kovalen polar terjadi apabila dua atom unsur yang berikatan mempunyai harga keelektronegatifan yang besar, sementara ikatan kovalen non polar terjadi apabila dua unsur yang berikatan mempunyai harga keelektronegatifan yang berbeda. Senyawa polar biasanya mampu larut di dalam air, sedangkan senyawa nonpolar tidak mampu larut di dalam air. Berikut adalah contoh senyawa polar dan nonpolar :



Gambar 1. Contoh Senyawa Polar dan Nonpolar

Dalam industri obat-obatan banyak sekali pelarut-pelarut organik yang dibutuhkan untuk mensintesis senyawa obat-obatan, sehingga sifat kepolaran suatu zat harus dapat diketahui dengan baik. Selain pada industri obat-obatan, pelarut-pelarut tersebut juga banyak digunakan dalam industri lainnya seperti industri makanan,omotif, cat, dll.

III. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan berupa tabung reaksi (6 pcs), pipet tetes (6 pcs), rak tabung reaksi (1 pc). Bahan yang diperlukan yaitu Heksana, Metanol, Etil asetat, Aseton, Kloroform, Isopropil eter.

IV. Cara Kerja

1. Siapkan 6 tabung reaksi yang kosong dan diberi label setiap tabung A, B, C, D, E dan F.
2. Masukkan ke dalam tiap tabung masing-masing 10 tetes air.
3. Ke dalam tiap tabung masukkan larutan heksana (A), methanol (B), etil asetat (C), aseton (D), kloroform (E), isopropyl eter (F), masing – masing sebanyak 10 tetes.
4. Perhatikan apa yang terjadi di dalam tabung reaksi, apakah semua larutan tersebut larut dengan baik di dalam air ? catat data pengamatan anda!
5. Siapkan 2 tabung reaksi kosong yang sudah terisi air sebanyak 10 tetes. Masukkan larutan yang ada pada tabung A dan B yang belum diidentifikasi ke dalam tabung reaksi tersebut. Catat reaksi yang terjadi dan tuliskan senyawa apa yang ada di dalam tabung A dan B?

V. Daftar Pustaka

Mcmurry, J, *Organic Chemistry*, 7th edition, Thomson Learning, 2008.

Solomons, T.W.Graham, *Organic Chemistry*, 10th edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1994.

VI. Tugas Pendahuluan

1. Gambarkan struktur lewis dari etil asetat dan methanol!
2. Sebutkan 3 senyawa hidrokarbon yang bersifat polar dan 3 senyawa hidrokarbon yang bersifat nonpolar!

Jawaban:

VII. Lembar Pengamatan

PERCOBAAN II. DESTILASI NORMAL & DESTILASI UAP

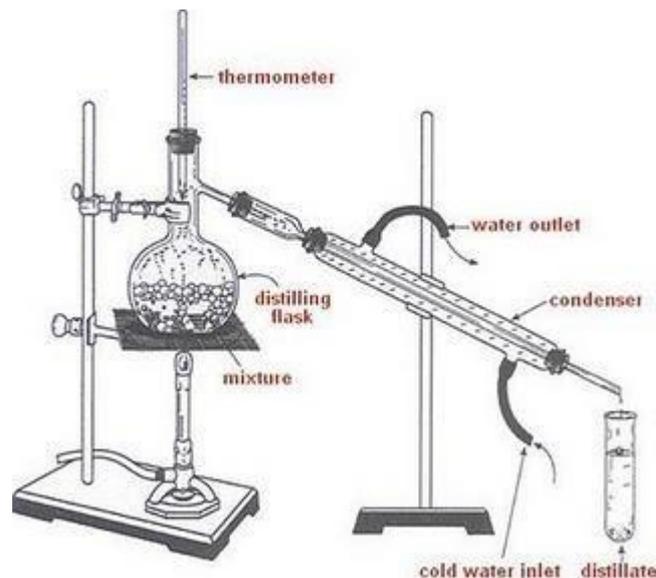
I. Tujuan Percobaan

Untuk memisahkan campuran dua atau lebih zat yang berupa cairan, sehingga salah satunya menjadi murni. Untuk mengisolasi minyak atsiri dari contoh bahan yang mengandung minyak atsiri.

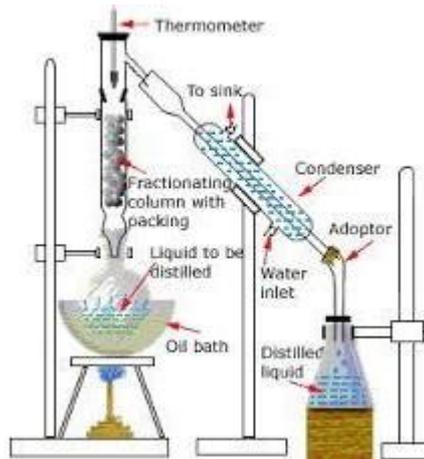
II. Pendahuluan

Destilasi merupakan salah satu metoda yang digunakan untuk memurnikan zat cair dengan proses pemanasan dan pendinginan. Pemurnian zat cair dengan cara destilasi dilakukan berdasarkan perbedaan titik didih dari campuran senyawa / komponen yang dipisahkan. Perbedaan titik didih tersebut harus cukup besar dan jika perbedaannya kecil, tidak dapat dipisahkan dengan metoda destilasi.

Destilasi terbagi menjadi tiga, yaitu destilasi sederhana, destilasi bertingkat, dan destilasi azeotrop. Destilasi sederhana adalah destilasi yang dilakukan tanpa menggunakan kolom fraksinasi dan biasanya digunakan untuk memisahkan senyawa-senyawa yang memiliki perbedaan titik didih lebih dari 75°C. Destilasi bertingkat adalah destilasi yang dilakukan menggunakan kolom fraksinasi dan digunakan untuk memisahkan senyawa – senyawa yang memiliki titik didih berdekatan. Destilasi campuran azeotrop adalah destilasi yang dilakukan pada senyawa-senyawa yang memiliki interaksi antarmolekul yang kuat sehingga sulit untuk dipisahkan. Berikut gambar – gambar destilasi sederhana dan bertingkat :



Gambar 2. Alat Destilasi Sederhana



Gambar 3. Alat Destilasi Bertingkat

Destilasi uap adalah suatu metoda pemisahan dengan bantuan uap air panas yang dialirkan pada contoh. Minyak atsiri akan dibawa menguap bersama uap air. Karena minyak atsiri tidak bercampur dengan air, maka akan terpisah.

III. Alat dan Bahan

Alat : Labu destilasi, pendingin leibig, thermometer, erlenmeyer, beker glass, piknometer, neraca, standar/klem, spiritus, pemanas, pendingin

Bahan : kuprisulfat anhidrat (percobaan destilasi normal), contoh bahan/simplisia (percobaan destilasi uap)

IV. Cara Kerja

A. Percobaan Destilasi Normal

1. Pasang alat destilasi.
2. Masukkan bahan yang akan didestilasi ke dalam labu (kurang lebih 2/3 isi labu)
3. Lakukan destilasi dan tamping hasil destilasi (destilat) dengan erlenmeyer sebanyak 3x100 mL. Catat suhu pada saat terjadinya tetesan awal destilat dan suhu selama destilasi berlangsung.
4. Tentukan density atau indeks bias dari masing-masing destilat tersebut, sampel mula-mula sebelum destilasi dan residu. Densiti ditentukan dengan cara: timbang piknometer kosong, piknometer isi air, piknometer isi sampel (destilat, sampel mula-mula dan residu). Catat juga suhu ruang percobaan.
5. Lakukan ada atau tidaknya air pada sampel mula-mula dan destilat dengan menggunakan kuprisulfat anhidrat.

B. Percobaan Destilasi Uap

1. Pasang alat destilasi uap
2. Potong kecil-kecil sampel yang akan didestilasi (jangan dihaluskan)
3. Masukkan sampel ke dalam labu dan tambahkan air sampai kurang lebih 2/3 isi labu.
4. Lakukan destilasi (pemanasan) sampai diperoleh minyak yang terpisah dari air pada alat traping.
5. Ukur volume minyak yang dihasilkan.

V. Daftar Pustaka

Mcmurry, J, *Organic Chemistry*, 7th edition, Thomson Learning, 2008.

Solomons, T.W.Graham, *Organic Chemistry*, 10th edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1994.

VI. Tugas Pendahuluan

A. Percobaan Destilasi Normal

1. Apa kegunaan penambahan batu didih?
2. Bagaimana cara menentukan kemurnian destilat?

Jawaban:

B. Percobaan Destilasi Uap

1. Apa yang dimaksud dengan senyawa atsiri?
2. Jelaskan metode lain yang dapat digunakan untuk mengekstrak senyawa atsiri !
3. Jelaskan jenis-jenis senyawa metabolit sekunder yang terdapat pada sampel alam (tumbuh-tumbuhan)!

Jawaban:

VII. Lembar Pengamatan

A. Percobaan Destilasi Normal

Suhu terjadinya tetes pertama	:	°C
Suhu selama destilasi berlangsung	:	°C
Suhu ruang percobaan	:	°C
Massa piknometer	:	g
Massa piknometer + air	:	g
Massa piknometer + sampel awal	:	g
Piknometer + destilat	:	g
Piknometer + residu	:	g

B. Percobaan Destilasi Uap

PERCOBAAN III. REKRISTALISASI

I. Tujuan Percobaan

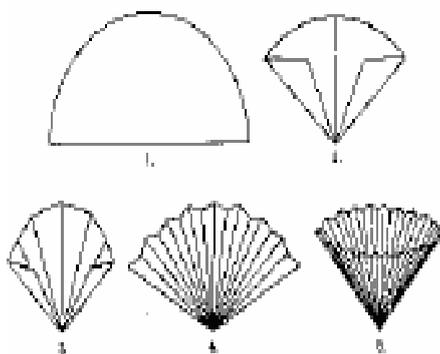
Untuk mampu menjelaskan konsep dan tujuan kristalisasi dan terampil dalam melakukan rekristalisasi dengan baik, memilih pelarut yang sesuai untuk rekristalisasi, menjernihkan dan menghilangkan warna larutan, serta memisahkan dan memurnikan campuran dengan rekristalisasi.

II. Pendahuluan

Pemurnian **zat padat** dengan teknik **kristalisasi**, Prinsip pemisahan atau pemurnian dengan teknik ini didasarkan pada: pertama, adanya perbedaan kelarutan zat-zat padat dalam pelarut tertentu, baik dalam pelarut murni atau dalam pelarut campuran; dan kedua, suatu zat padat akan lebih larut dalam pelarut panas dibandingkan dengan pelarut dingin. Sebagai contoh, jika zat padat A sukar larut, sementara zat padat B sangat mudah larut dalam pelarut X, maka adalah logis apabila Anda memisahkan A dari B dengan mencampurkan A dan B dengan pelarut X, zat A akan tertinggal sebagian, sedangkan zat B akan larut semuanya. Contoh lain adalah zat A dan B sama-sama sukar larut dalam pelarut X, tetapi perbandingan jumlah A jauh lebih banyak dari B. Dengan demikian apabila Anda menggunakan jumlah pelarut tertentu X Anda dapat melarutkan seluruhnya B, sedangkan A sebagian, sehingga A dapat dipisahkan dari B. Kedua contoh di atas belum menjelaskan proses kristalisasi, karena proses ini menuntut adanya perubahan fasa zat padat yang terlarut dalam larutan menjadi kristal, yang dijelaskan oleh prinsip 'kedua' di atas, yaitu Anda harus membuat larutan jenuh A dan B dalam pelarut X panas (yaitu pada titik didih pelarut X) dan mendinginkannya kembali sehingga A mengkristal, sedangkan B 'tidak' mengkristal (karena mudah larut atau karena jumlahnya sangat sedikit). Zat A selanjutnya dipisahkan dari zat B yang larut dengan cara penyaringan dengan saringan isap. Proses melarutkan zat padat tidak murni dalam pelarut panas, yang dilanjutkan dengan pendinginan larutan tersebut untuk membiarkan zat tersebut mengkristal, adalah teknik **kristalisasi**.

Proses kristalisasi adalah kebalikan dari proses pelarutan. Mula-mula molekul zat terlarut membentuk agregat dengan molekul pelarut, lalu terjadi kisi-kisi diantara molekul zat terlarut yang terus tumbuh membentuk kristal yang lebih

besar diantara molekul pelarutnya, sambil melepaskan sejumlah energi. Kristalisasi dari zat murni akan menghasilkan kristal yang identik dan teratur bentuknya sesuai dengan sifat kristal senyawanya. Dan pembentukan kristal ini akan mencapai optimum bila berada dalam kesetimbangan. Pelarut yang paling banyak digunakan dalam proses rekristalisasi adalah pelarut cair, karena tidak mahal, tidak reaktif dan setelah melarutkan zat padat organik bila dilakukan penguapan akan lebih mudah memperolehnya kembali. Kriteria pelarut yang baik: Tidak bereaksi dengan zat padat yang akan di rekristalisasi. Zat padatnya harus mempunyai kelarutan terbatas (sebagian) atau relatif tak larut dalam pelarut, pada suhu kamar atau suhu kristalisasi. Zat padatnya mempunyai kelarutan yang tinggi (larut baik) dalam suhu didih pelarutnya. Titik didih pelarut tidak melebihi titik leleh zat padat yang akan direkristalisasi. Zat pengotor yang tak diinginkan harus sangat larut dalam pelarut pada suhu kamar atau tidak larut dalam pelarut panas. Pelarut harus cukup volatile (mudah menguap) sehingga mudah untuk dihilangkan setelah zat padat yang diinginkan telah terkristalisasi.



Gambar 4. Cara Melipat Kerta Saring

Kekuatan suatu pelarut untuk melarutkan zat padat biasanya bertambah apabila titik didihnya bertambah tinggi. Contohnya adalah etanol memiliki titik didih yang lebih tinggi daripada methanol sehingga dapat melarutkan zat padat lebih baik dibandingkan dengan methanol.

III. Alat dan Bahan

Cari dan susun sendiri peralatan dan zat yang dibutuhkan sesuai praktikum ini.

IV. Cara Kerja

A. Kristalisasi Asam Benzoat

1. Timbang 2 gram asam benzoat kotor, larutkan dalam pelarut air panas hingga tepat larut.
2. Didihkan larutan tersebut, tambahkan 0,5 gram karbon atau norit ke dalamnya sambil diaduk hingga tepat larut.
3. Saring larutan dengan corong penyaring dan kertas saring lipat ke dalam labu erlenmeyer dalam keadaan panas.
4. Tampung filtrat panas di erlenmeyer dan biarkan hingga dingin. Jika belum terbentuk Kristal, maka dapat didinginkan di dalam es batu atau di bawah curahan air keran.
5. Jika sudah terbentuk kristal maka lakukan penyaringan dengan corong Buchner, keringkan kristal yang didapat sekering mungkin. Lalu timbang beratnya.

B. Sublimasi

1. Sebanyak 1 gram kamfer kotor di dalam cawan porselen, ditutup dengan kaca arloji.
2. Panaskan cawan porselen di atas hotplate hingga kristal menempel di kaca arloji.
3. Timbang kristal yang menempel di kaca arloji tersebut.

V. Daftar Pustaka

Mcmurry, J, *Organic Chemistry*, 7th edition, Thomson Learning, 2008.

Solomons, T.W.Graham, *Organic Chemistry*, 10th edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1994.

VI. Tugas Pendahuluan

1. Jelaskan prinsip dasar rekristalisasi!
2. Carilah 3 pasangan pelarut yang biasa digunakan untuk rekristalisasi!

Jawaban:

VII. Lembar Pengamatan

PERCOBAAN IV. EKSTRAKSI SENYAWA ORGANIK

I. Tujuan Percobaan

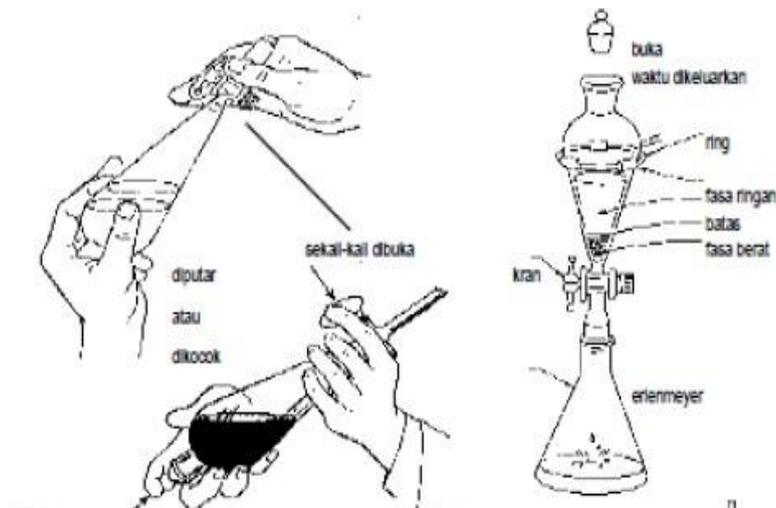
Memahami prinsip-prinsip dan cara pemisahan campuran senyawa organik, menjadi senyawa tunggal dengan menggunakan metoda ekstraksi padat-cair.

II. Pendahuluan

Jika campuran yang tidak larut dalam air merupakan suatu cairan, uapkan sebagian kecil sampel dalam cawan penguap di atas penangas air untuk menentukan komponenn yang mudah menguap, jika ada. Jika pelarutnya tersuling pada suhu didih penangas air, sulinglah pelarut ini di atas penangas air dang anti pelarut ini dengan eter. Ekstraksi adalah metoda pemisahan suatu senyawa dari suatu fase ke fase lainnya berdasarkan prinsip kelarutan. Ekstraksi cair-cair adalah ekstraksi yang melibatkan fasa cair-cair yang tidak mampu bercampur. Untuk melakukan ekstraksi cair-cair biasanya digunakan alat corong pisah. Cara menggunakan corong pisah adalah dengan mengocok-nocok larutan yang ada dalam corong pisah, sambal dikeluarkan sesekali gasnya. Setelahnya tidak keluar lagi, kemudian dilakukan pemisahan salah satu pelarut. Berikut adalah contoh corong pisah dan cara pemakaiannya:



Gambar 5. Corong Pisah



Gambar 6. Cara Menggunakan Corong Pisah

III. Alat dan Bahan

Cari dan susun sendiri peralatan dan zat yang dibutuhkan sesuai praktikum ini.

IV. Cara Kerja

A. Ekstraksi komponen yang bersifat asam

Masukkan 10 kantong teh celup ke dalam erlenmeyer 250 mL, tambahkan 20 gram natrium karbonat, dan 225 mL air mendidih. Biarkan campuran selama 7 menit dan dekantasi campuran ke dalam erlenmeyer lainnya. Erlenmeyer yang mengandung kantong teh, tambahkan 50 mL air panas dan segera dekantasi ekstrak teh, kemudian gabungkan dengan ekstrak teh sebelumnya. Untuk mengekstrak sisa kafein yang mungkin ada, didihkan air berisi daun teh/kantong teh selama 20 menit, lalu dekantasi ekstrak. Dinginkan ekstrak teh hingga suhu kamar, lalu lakukan ekstraksi di dalam corong pisah dengan penambahan 30 mL diklorometana. Kocok corong pisah secara perlahan selama 5 menit (supaya tidak terbentuk emulsi), sambil membuka keran corong pisah untuk mengeluarkan tekanan udara/gas dari dalam corong pisah. Ulangi ekstraksi dengan menambahkan 30 mL diklorometana ke dalam corong pisah. Gabungkan ekstrak diklorometana dan semua fraksi yang berwujud emulsi di dalam labu erlenmeyer 125 mL (atau 250 mL kalau tidak ada), lalu tambahkan kalsium klorida anhidrat ke dalam gabungan ekstrak dan emulsi, sambil diaduk/digoyang selama 10 menit. Secara hati-hati, dekantasi ekstrak diklorometana jangan sampai gumpalan kalsium klorida anhidrat ikut terbawa. Atau Anda dapat menyaring ekstrak

diklorometana menggunakan penyaringan biasa. Bilaslah erlenmeyer dan kertas saring dengan 5 mL diklorometana.

Gabungkan filtrat dan lakukan distilasi menggunakan penangas air untuk menuapkan diklorometana (hati-hati dalam pemakaian api! Jangan lupa menggunakan batu didih/potongan gabus!). Timbang produk yang terbentuk (akan diperoleh kristal putih kehijauan sebanyak 0,25 g). Lakukan rekristalisasi menggunakan 5 mL aseton panas, lalu pindahkan dengan pipet larutan ini ke dalam labu erlenmeyer kecil, dan dalam keadaan panas, tambahkan ligroin (atau n-heksan) tetes demi tetes sampai terbentuk kekeruhan. Dinginkan perlahan labu erlenmeyer sampai dengan suhu kamar. Kristal yang terbentuk disaring dengan penyaringan isap (vakum). Cuci kristal dengan beberapa tetes ligroin (n-heksan) dingin. Lakukan uji titik leleh terhadap kristal kafein.

Perhatian: Simpan kristal kafein hasil ekstraksi padat/cair untuk dilakukan analisis secara kromatografi lapis tipis!

Catatan: proses pemurnian kristal kafein dapat juga dilakukan dengan cara sublimasi. Cobalah Anda lakukan pemurnian sampel kafein di atas dengan cara sublimasi, lalu bandingkan hasil uji titik lelehnya dengan cara rekristalisasi

V. Daftar Pustaka

Mayo, D.W., Pike, R.M., Trumper, P.K., *Microscale Organic Laboratory*, 3rd edition, John Wiley & Sons, New York, 1994, p.73 - 89; 144 – 153

Pasto, D., Johnson, C., Miller, M., *Experiments and Techniques in Organic Chemistry*, Prentice Hall Inc., New Jersey, 1992, p.56-59;399 – 404

Williamson, *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 3rd edition, Boston, 1999, p. 127 -155

VI. Tugas Pendahuluan

1. Termasuk metoda ekstraksi apa yang digunakan dalam pemisahan asam benzoat dalam toluen yang diekstrak ke fasa air? Jelaskan mengapa cara ini yang dilakukan, dan penjelasan harus didasarkan pada data fisik asam benzoat!
2. Sebutkan 3 senyawa yang termasuk ke dalam golongan alkaloid dan gambarkan strukturnya!

Jawaban:

VII. Lembar Pengamatan

PERCOBAAN V. KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS

I. Tujuan Percobaan

Untuk mampu mengenal dan memahami prinsip kromatografi lapis tipis. Mengetahui pelarut yang cocok untuk memisahkan hasil ekstraksi/fraksi dengan membandingkan Rf dan teknik mendeteksinya.

II. Pendahuluan

Kromatografi adalah suatu metode yang digunakan ilmuwan untuk memisahkan senyawa organik dan anorganik sehingga senyawa tersebut dapat dianalisis dan dipelajari. Dengan menganalisis senyawa, seorang ilmuwan dapat mengetahui apa yang membangun senyawa tersebut. Kromatografi adalah suatu metode fisik yang baik sekali untuk mengamati dan menyelidiki suatu campuran dan pelarutnya. Kata kromatografi berarti “tulisan berwarna”, artinya suatu cara seorang kimiawan dapat menguji campuran zat cair. Ketika mempelajari material zat warna dari tumbuhan, seorang botanis Rusia menemukan kromatografi pada tahun 1903. Namanya adalah M.S. Tswett.

Metode kromatografi adalah cara pemisahan dua atau lebih senyawa atau ion berdasarkan pada perbedaan migrasi dan distribusi senyawa atau ion-ion tersebut di dalam dua fasa yang berbeda. Dua fasa ini bisa berwujud padat-cair, cair-cair, atau gas-cair. Zat terlarut di dalam suatu **fasa gerak** mengalir pada suatu **fasa diam**. Zat terlarut yang memiliki afinitas terhadap fasa gerak yang lebih besar akan tertahan lebih lama pada fasa gerak, sedangkan zat terlarut yang afinitasnya terhadap fasa gerak lebih kecil akan tertahan lebih lama pada fasa diam. Dengan demikian senyawa-senyawa dapat dipisahkan komponen demi komponen akibat perbedaan migrasi di dalam fasa gerak dan fasa diam.

Dalam semua metode kromatografi terdapat fasa gerak dan fasa diam. Fasa diam adalah fasa yang tidak bergerak, sedangkan fasa gerak adalah fasa yang bergerak melalui fasa diam dan membawa komponen-komponen senyawa yang akan dipisahkan. Pada posisi yang berbeda-beda, senyawa-senyawa yang berbeda akan tertahan dan terabsorpsi pada fasa diam, dan kemudian satu demi satu senyawa-senyawa ini akan terbawa kembali oleh fasa gerak yang melaluinya. Dalam kromatografi kertas dan kromatografi lapis tipis, fasa gerak adalah pelarut. Fasa diam pada kromatografi kertas adalah kertas yang menyerap pelarut

polar, sedangkan fasa diam pada kromatografi lapis tipis adalah pelat yang dilapisi adsorben tertentu. Kedua jenis kromatografi ini menggunakan aksi kapilaritas untuk menggerakkan pelarut melalui fasa diam.

III. Alat dan Bahan

Cari dan susun sendiri peralatan dan zat yang dibutuhkan sesuai praktikum ini.

IV. Cara Kerja

1. Beri tanda garis dengan pensil 0,5-1 cm dari bawah dan atas plat KLT.
2. Totolkan dengan menggunakan pipa kapiler sampel (hasil ekstraksi) pada plat KLT (kalua perlu sampelnya dilarutkan dengan sedikit pelarut) dengan diameter $\pm 0,5$ cm. Kemudian biarkan kering beberapa saat.
3. Masukkan plat KLT tersebut ke dalam chamber yang telah berisi eluen. Tinggi eluen tidak menyentuh totolan pada plat KLT. Tutup chamber dan biarkan eluen naik sampai tanda garis pada bagian atas plat.
4. Keluarkan plat dari chamber dan biarkan kering.
5. Lihat kromatogram dengan menggunakan lampu ultraviolet dan uap iodium, lingkari komponen yang berupa bulatan.
6. Hitung harga Rf dari masing-masing komponen.

V. Daftar Pustaka

Mcmurry, J, *Organic Chemistry*, 7th edition, Thomson Learning, 2008.

Solomons, T.W.Graham, *Organic Chemistry*, 10th edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1994.

VI. Tugas Pendahuluan

1. Jelaskan prinsip kromatografi lapis tipis!
2. Sebutkan fase diam dan fase gerak pada kromatografi cair, kromatografi gas, kromatografi lapis tipis, dan kromatografi kertas!

Jawaban:

VII. Lembar Pengamatan

PERCOBAAN VI. KROMATOGRAFI KOLOM

I. Tujuan Percobaan

Untuk mampu mengenal dan memahami prinsip kromatografi kolom.

II. Pendahuluan

Kromatografi adalah suatu metode yang digunakan ilmuwan untuk memisahkan senyawa organik dan anorganik sehingga senyawa tersebut dapat dianalisis dan dipelajari. Dengan menganalisis senyawa, seorang ilmuwan dapat mengetahui apa yang membangun senyawa tersebut. Kromatografi adalah suatu metode fisik yang baik sekali untuk mengamati dan menyelidiki suatu campuran dan pelarutnya. Kata kromatografi berarti “tulisan berwarna”, artinya suatu cara seorang kimiawan dapat menguji campuran zat cair. Ketika mempelajari material zat warna dari tumbuhan, seorang botanis Rusia menemukan kromatografi pada tahun 1903. Namanya adalah M.S. Tswett.

Metode kromatografi adalah cara pemisahan dua atau lebih senyawa atau ion berdasarkan pada perbedaan migrasi dan distribusi senyawa atau ion-ion tersebut di dalam dua fasa yang berbeda. Dua fasa ini bisa berwujud padat-cair, cair-cair, atau gas-cair. Zat terlarut di dalam suatu **fasa gerak** mengalir pada suatu **fasa diam**. Zat terlarut yang memiliki afinitas terhadap fasa gerak yang lebih besar akan tertahan lebih lama pada fasa gerak, sedangkan zat terlarut yang afinitasnya terhadap fasa gerak lebih kecil akan tertahan lebih lama pada fasa diam. Dengan demikian senyawa-senyawa dapat dipisahkan komponen demi komponen akibat perbedaan migrasi di dalam fasa gerak dan fasa diam.

Dalam semua metode kromatografi terdapat fasa gerak dan fasa diam. Fasa diam adalah fasa yang tidak bergerak, sedangkan fasa gerak adalah fasa yang bergerak melalui fasa diam dan membawa komponen-komponen senyawa yang akan dipisahkan. Pada posisi yang berbeda-beda, senyawa-senyawa yang berbeda akan tertahan dan terabsorpsi pada fasa diam, dan kemudian satu demi satu senyawa-senyawa ini akan terbawa kembali oleh fasa gerak yang melaluinya.

III. Alat dan Bahan

Cari dan susun sendiri peralatan dan zat yang dibutuhkan sesuai praktikum ini.

IV. Cara Kerja

Kromatografi menggunakan kromatografi kolom yang memiliki tinggi sekitar 12-20 cm. ke dalam kolom kromatografi kemudian dimasukkan silika gel yang sebelumnya dilarutkan terlebih dahulu pada aseton. Silika gel dimasukkan sedikit demi sedikit hingga gel tersebut menjadi padat dan tidak ada yang retak. Untuk menghindari keretakan pada silika gel tersebut tidak boleh kering, harus dialiri aseton terus menerus.

V. Daftar Pustaka

Mcmurry, J, *Organic Chemistry*, 7th edition, Thomson Learning, 2008.

Solomons, T.W.Graham, *Organic Chemistry*, 10th edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1994.

VI. Tugas Pendahuluan

1. Jelaskan prinsip kromatografi kolom!
2. Tuliskan contoh fase diam yang sering digunakan pada kromatografi selain silika!

Jawaban:

VII. Lembar Pengamatan

PERCOBAAN VII. IDENTIFIKASI ALKOHOL, KARBONIL DAN ASAM KARBOKSILAT

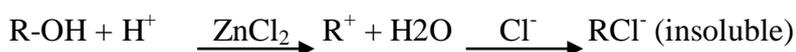
I. Tujuan Percobaan

Untuk mengenal pereaksi spesifik terhadap senyawa alkohol, karbonil, dan asam karboksilat.

II. Pendahuluan

A. Alkohol

Alkohol merupakan kelompok senyawa organik dengan gugus fungsi hidroksil (-OH). Alkohol primer, sekunder dan tersier mono fungsional yang molekulnya mengandung kurang dari 6 atom karbon dapat dibedakan satu sama lainnya dengan menggunakan pereaksi Lucas ($ZnCl_2/HCl$) dengan reaksi sebagai berikut :



Dimana alkohol tersier, benzyl alkohol dan alil alkohol dengan pereaksi Lucas bereaksi seketika membentuk suatu larutan berkabut (dalam banyak hal teramati 2 lapisan). Sedangkan alkohol sekunder membentuk larutan berkabut (bidang batas) dalam waktu 3-10 menit. Akan tetapi alkohol primer bereaksi dengan sangat lambat sekali bahkan untuk alkohol primer dengan atom C lebih dari 10 tidak bereaksi sama sekali. Alkohol yang memiliki gugus metil pada posisi alfa memberikan positif dengan pereaksi iodoform yang ditandai dengan terbentuknya endapan kuning muda dari Triiodometana (CHI_3).

B. Karbonil

Reaksi pengenalan aldehid dan keton lazimnya melibatkan gugus fungsi karbonil sebagai bagian paling reaktif dalam molekul kedua senyawa karbonil ini. Gugus karbonil aldehid lebih reaktif dibandingkan dengan keton (mengapa?). Aldehid mudah dioksidasi menjadi asam karboksilat sementara keton tidak.

C. Asam Karboksilat

Asam karboksilat dengan basa membentuk garam dan dengan alkohol membentuk ester. Asam karboksilat banyak dijumpai dalam lemak sehingga sering disebut juga dengan asam lemak.

III. Alat dan Bahan

Cari dan susun sendiri peralatan dan zat yang dibutuhkan sesuai praktikum ini.

IV. Cara Kerja

A. Identifikasi Alkohol

1. Uji Air Alkohol : dilakukan dengan menambahkan cupri sulfat anhidrat (apa warnanya?). Apa yang saudara amati?
2. Esterifikasi : panaskan \pm 2mL alkohol dengan beberapa tetes asam sulfat pekat. Kemudian tambahkan 1 mL asam asetat sedikit demi sedikit (hati-hati). Panaskan kembali di atas penangas air. Amati bau. Tumpahkan ke dalam \pm 1 ml air. Apa yang saudara amati?
3. Reaksi Oksidasi : \pm 1 ml alkohol ditambahkan larutan kalium kromat dan beberapa tetes asam sulfat pekat. Kemudian panaskan dan amati perubahan warna yang terjadi.
4. Iodoform Test : alkohol ditambahkan Iod dalam Kalium Iodine (iod adalah larutan dalam air, jelaskan!) sampai warna coklat tidak hilang. Kemudian ditambahkan sedikit Natrium Hidroksida. Apa yang saudara amati? Bila tidak terbentuk apa yang diharapkan, panaskan larutan dalam penangas air.
5. Membedakan alkohol mono dan alkohol polihidroksi : 1 mL alkohol ditambah beberapa tetes larutan cupri sulfat, kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit larutan NaOH. Apa yang saudara amati?
6. Membedakan alkohol primer, sekunder, dan tersier : 1 ml alkohol tambahkan zink klorida/ asam klorida, kocok tabung reaksi. Apa yang saudara amati?
7. Alkohol aromatis/fenol dapat dikenali dengan cara : Fenol ditambah setetes demi setetes brom/karbon tetra klorida. Perubahan apa yang saudara amati? Fenol ditambah beberapa tetes larutan feri klorida, apa yang saudara amati?

B. Identifikasi Karbonil

1. Uji gugus karbonil : sebanyak 1 ml senyawa karbonil ditambah beberapa tetes larutan fenil hidrazin. Apa yang saudara amati? Tuliskan reaksinya!
2. Membedakan aldehid dengan keton: 1 ml senyawa karbonil ditambah pereaksi fehling A dan fehling B, kemudian panaskan di atas penangas air. Apa yang saudara amati? Tuliskan reaksinya!
- 1 ml senyawa karbonil tambahkan pereaksi Tollens, panaskan. Apa yang saudara amati? Tuliskan reaksinya!

3. 1 ml senyawa karbonil ditambah iodium dalam kalium iodide sampai warna coklat tidak hilang (iodide tidak bercampur dengan air), kemudian tambahkan sedikit demi sedikit natrium hidroksida. Apa yang saudara amati? Tuliskan reaksinya!
4. Reaksi oksidasi : 1 ml senyawa karbonil ditambah beberapa tetes kalium bikromat dan asam sulfat pekat. Panaskan di atas penangas air. Amati perubahan warna yang terjadi. Larutan didinginkan kemudian ditambah beberapa tetes larutan fenil hidrazin. Apa yang saudara amati? Tuliskan reaksinya!
5. Iodoform Test : senyawa karbonil ditambahkan iod dalam kalium iodine sampai warna coklat tidak hilang. Kemudian tambahkan sedikit natrium hidroksida. Apa yang saudara amati? Bila tidak terbentuk apa yang diharapkan, panaskan larutan di atas penangas air.

C. Identifikasi Asam Karboksilat

1. Reaksi dengan bikarbonat : masukkan 1 ml asam karboksilat ke dalam tabung reaksi. Tambahkan beberapa tetes Natrium bikarbonat. Apa yang saudara amati?
2. Membedakan asam mono dan dikarboksilat : terhadap senyawa asam karboksilat tambahkan beberapa tetes larutan ferrosulfat atau garam mohr, kemudian ditambahkan beberapa tetes larutan NaOH. Apa yang saudara amati? Tulis reaksinya!
3. Khusus asam asetat : sedikit larutan asam asetat ditambah beberapa tetes larutan Ferri Klorida. Apa yang saudara amati? Tulis reaksinya!
4. Senyawa asam karboksilat ditambah alkohol dengan asam sulfat pekat, panaskan, amati bau, kemudian uji dengan hidrosamat tes (larutan + 0,5 ml NaOH 2%. Panaskan sampai mendidih, kemudian tambah asam klorida encer + 1 ml etanol dan beberapa tetes ferri klorida). Amati warna dan tuliskan reaksinya!

V. Daftar Pustaka

- Mcmurry, J, *Organic Chemistry*, 7th edition, Thomson Learning, 2008.
- Solomons, T.W.Graham, *Organic Chemistry*, 10th edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1994.

VI. Tugas Pendahuluan

1. Jelaskan yang dimaksud dengan pereaksi Fehling A dan Fehling B!
2. Apa itu larutan Tollens?
3. Apa itu garam Mohr?

Jawaban:

VII. Lembar Pengamatan

PERCOBAAN VIII. IDENTIFIKASI AMINA, KARBOHIDRAT, PROTEIN, DAN LEMAK

I. Tujuan Percobaan

Untuk mengenal identifikasi amina, karbohidrat, protein dan lemak serta mengetahui reaksi spesifiknya.

II. Pendahuluan

A. Amina

Amina tergolong basa organik lemah, dapat bereaksi dengan asam membentuk garam yang larut dalam air, tetapi dalam keadaan bebas, amina sukar/hamper tidak larut dalam air, kecuali senyawa amina berwujud gas. Perlu dipahami bahwa gugus amino ($-NH_2$, $-NHR$, NR_2) adalah bagian molekul yang paling reaktif dari suatu amina. Pasangan elektron bebas N memungkinkan gugus amino bertindak sebagai nukleofil, maupun Ligand pada reaksi Amina. Gugus amino dapat dioksidasi menjadi gugus Nitroso ($-NO$), Nitro ($-NO_2$), dan Nitrat ($-NO_3$).

B. Karbohidrat

Karbohidrat merupakan senyawa yang mengandung unsur C, H, dan O yang banyak terdapat di alam dengan menggunakan rumus $C_n(H_2O)_n$. Senyawa ini mengandung gugus polihidroksi alcohol dengan adanya gugus aldehyd dan keton. Karbohidrat dibagi menjadi empat golongan utama, yaitu : monosakarida, disakarida, polisakarida, dan glukosakarida.

C. Protein

Protein merupakan senyawa polipeptida dengan berat molekul besar yang mengandung unsur C, H, O, dan N serta mengandung unsur S atau P. Protein dikenal dengan nama zat putih telur yang merupakan senyawa yang sangat penting dalam semua sel hidup, karena protein berfungsi sebagai dinding sel.

D. Minyak/Lemak

Minyak / lemak adalah ester dari gliserol atau disebut juga trigliserida yang dibedakan jenuh atau tidaknya gugus alkil.

III. Alat dan Bahan

Cari dan susun sendiri peralatan dan zat yang dibutuhkan sesuai praktikum ini.

IV. Cara Kerja

A. Identifikasi Amina

1. Sebanyak 2 ml senyawa anilin ditambah 5 ml asam klorida encer, didinginkan di dalam es. Setelah dingin tambahkan 3 ml natrium nitrit 10%. Apa yang saudara amati?
2. Anilin ditambah 1 tetes bromide dalam karbon tetra klorida. apa yang saudara amati?

B. Identifikasi Karbohidat

1. Menggunakan bahan-bahan gula pasir, tepung kanji, larutan kanji, kertas saring.
2. Uji kelarutan masing-masing karbohidrat menggunakan air dingin, air panas, etanol panas, etanol dingin, asam klorida encer, asam sulfat encer, asam sulfat pekat.
3. Test Molish : larutan karbohidrat ditambahkan 2-3 tetes α -naftol 10%, kemudian tambahkan asam sulfat pekat (jangan digoyang). Apa yang saudara amati?
4. Reaksi dengan pereaksi fehling : Tambahkan pereaksi fehling pada larutan karbohidrat, panaskan sampai mendidih. Apa yang saudara amati?
5. Kapas dipanaskan dengan asam nitrat pekat, kemudian diberi asam asetat, panaskan, dinginkan. Bagaimana wujud kapas?

C. Identifikasi Protein

1. Menggunakan putih telur dan kuning telur.
2. Tes biuret : larutan protein sebanyak 2 ml ditambah 1 ml NaOH 10% kemudian kocok dan tambahkan 2-3 tetes larutan cupri sulfat 1%. Apa yang saudara amati?
3. Tes xantoprotein : 1 ml larutan protein + 5 tetes asam nitrat pekat, kemudian dipanaskan. Setelah dingin ditambahkan beberapa tetes ammonium hidroksida. Apa yang saudara amati?
4. Tes molish (Lihat percobaan karbohidrat)

D. Identifikasi Minyak/Lemak

1. Bahan yang digunakan yaitu minyak kelapa, minyak jagung, minyak bimoli, margarin, gajih sapi.
2. Reaksi dengan NaOH : zat ditambah larutan NaOH 30%, kemudian panaskan pada penangas air. Terhadap larutan ditambahkan air dan kemudian dikocok. Apa yang saudara amati?
3. Reaksi dengan bromin dalam karbon tetra klorida : lemak dilarutkan dalam aseton atau eter, kemudian tambahkan brom dalam karbon tetra klorida tetes demi tetes. Apa yang saudara amati?
4. Reaksi dengan KMnO_4 : lemak dilarutkan dalam aseton atau eter, kemudian tambahkan 1-2 tetes KMnO_4 . apa yang saudara amati?

V. Daftar Pustaka

Mcmurry, J, *Organic Chemistry*, 7th edition, Thomson Learning, 2008.

Solomons, T.W.Graham, *Organic Chemistry*, 10th edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1994.

VII. Lembar Pengamatan

PERCOBAAN IX. SINTESIS ASPIRIN

I. Tujuan Percobaan

Untuk mampu memahami prinsip dari eterifikasi fenol dan dapat mensintesis senyawa aspirin.

II. Pendahuluan

Aspirin atau asam asetilsalisilat merupakan suatu obat yang telah banyak digunakan hingga saat ini yang memiliki sifat analgesic dan antipiretik. Sintesis aspirin dilakukan dengan reaksi eterifikasi sederhana, dimana asam asetilsalisilat direaksikan dengan anhidrat asetat sehingga menghasilkan asam asetilsalisilat. Gugus -OH pada asam salisilat diubah menjadi ester ketika beraksi dengan anhidrat asetat. Reaksi ini biasanya menggunakan katalis.

III. Alat dan Bahan

Cari dan susunlah alat dan bahan sesuai cara kerja yang diberikan.

IV. Cara Kerja

Panaskan air di dalam wadah, timbang 1,4 gram asam salisilat di dalam erlenmeyer 125 ml, kemudian tambahkan 4 ml anhidrat asam asetat hingga dapat membilas erlenmeyer. Masukkan 5 tetes larutan H₃PO₄ 85% dan aduk larutan tersebut. Panaskan erlenmeyer yang berisi campuran tersebut selama 5 menit. Setelah 2-3 menit, tambahkan 20 mL aquadest dan dinginkan larutan tersebut hingga membentuk kristal. Untuk mempercepat kristalisasi, dinding labu erlenmeyer dapat digores dengan spatula hingga kristal muncul. Setelah itu, tambahkan 50 mL aquadest dingin dan dinginkan erlenmeyer di dalam wadah yang berisi es hingga terbentuk kristal sempurna. Kumpulkan kristal yang terbentuk menggunakan corong Buchner. Timbang kristal yang didapatkan

V. Daftar Pustaka

- Borer L.L., and Barry, E., Experiments with Aspirin, *J.Chem.Ed.*, 77(3), 2000, p.354
Pasto, D., Johnson, C., Miller, M., Experiments and Techniques in Organic Chemistry, Prentice Hall Inc., New Jersey, 1992, p.485
Wilcox, C.F., and Wilcox, M.F., Experimental Organic Chemistry: A Small Scale Approach, Prentice-Hall, Engelwood Cliffs, New Jersey, 1998, p.485
Williamson, Macroscale and Microscale Organic Experiments, 3rd edition, Boston, 1999.

VI. Tugas Pendahuluan

1. Tuliskan titik didih, titik leleh, dan pKa dari aspirin! apakah termasuk ke dalam asam atau basa?
2. Tuliskan rumus kimia asam o-hidrobenzoat, ester metil dari asam salisilat, salol, dan kompleks tembaga (II) Aspirant!

Jawaban:

Lembar Pengamatan