



Integrity & Creativity

PETUNJUK PRAKTIKUM KIMIA organik



FAKULTAS
FARMASI

UNIVERSITAS KRISTEN IMMANUEL
YOGYAKARTA | 2021



**LABORATORIUM KIMIA
PETUNJUK PRAKTIKUM
KIMIA ORGANIK**

Disusun oleh :

apt. Ellsya Angeline Rawar, M.Pharm.Sci.

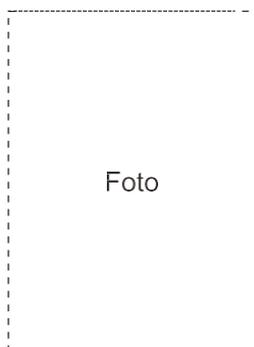
**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS KRISTEN IMMANUEL
YOGYAKARTA
2021**

Visi

Menjadi program studi sarjana farmasi yang unggul, kompeten, kreatif dan berintegritas serta seimbang dalam ilmu dan iman.

Misi

- 1** Menyelenggarakan pendidikan farmasi sarjana farmasi yang unggul dalam bidang farmasi komunitas dan pengembangan obat bahan alam yang relevan dengan perkembangan zaman dan kebutuhan masyarakat
- 2** Melaksanakan penelitian dan pengabdian kepada masyarakat dalam bidang kefarmasian untuk meningkatkan kesehatan dan kesejahteraan masyarakat
- 3** Menciptakan suasana program studi sarjana farmasi yang inovatif, kreatif, berjiwa wirausaha dan budaya pengelolaan energi yang memiliki integritas serta keseimbangan antara ilmu dan iman
- 4** Memberikan kesempatan bagi masyarakat di daerah "Tertinggal, Terdepan, Terluar" untuk menjadi sarjana farmasi



IDENTITAS PRAKTIKAN

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS KRISTEN IMMANUEL
YOGYAKARTA**

Nama : _____
NIM Mahasiswa : _____
Tahun Angkatan : _____
Semester : _____

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa, atas berkat dan anugerahNya sehingga kami dapat menyusun buku Petunjuk Praktikum Kimia Organik ini dengan baik. Buku petunjuk praktikum ini disusun dengan tujuan untuk menjadi pedoman dalam melakukan praktikum kimia organik di Program Studi S1 Farmasi Universitas Kristen Immanuel sehingga dosen pengampu praktikum, asisten praktikum, laboran, dan mahasiswa yang akan melakukan praktikum dapat mengetahui, memahami, dan mampu melaksanakan praktikum ini dengan baik dan lancar sehingga dapat meningkatkan pengetahuan dan keterampilan mahasiswa untuk mencapai capaian pembelajaran lulusan (CPL) mata kuliah Kimia Organik.

Demikianlah petunjuk praktikum Kimia Organik ini, semoga berguna bagi semua pihak terkait yang menggunakan buku ini. Kami mohon maaf apabila masih ada kekurangan dalam petunjuk praktikum ini, saran dan kritik yang membangun diperlukan untuk mengevaluasi buku panduan praktikum ini.

Yogyakarta, Januari 2021

Hormat kami,

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	1
IDENTITAS PRAKTIKAN	3
KATA PENGANTAR	4
DAFTAR ISI.....	5
TATA TERTIB PRAKTIKUM.....	6
RENCANA PRAKTIKUM KIMIA ORGANIK	7
ASISTENSI PRAKTIKUM	8
PRAKTIKUM I. IDENTIFIKASI GUGUS ALDEHIDA DAN KETON	11
PRAKTIKUM II. IDENTIFIKASI GUGUS ALKENA DAN ALKIL HALIDA	18
PRAKTIKUM III. IDENTIFIKASI GUGUS ALKOHOL DAN FENOL.....	21
PRAKTIKUM IV. PEMISAHAN & PEMURNIAN ZAT PADAT (REKRISTALISASI).....	30
PRAKTIKUM V. PEMISAHAN & PEMURNIAN ZAT CAIR (DESTILASI)	38

TATA TERTIB PRAKTIKUM

1. Mahasiswa di haruskan datang 15 menit sebelum acara praktikum dimulai dan menandatangani presensi.
2. Mahasiswa wajib mengikuti pretest sebelum acara praktikum dimulai dan tidak boleh terlambat mengikuti pretest. Bagi mahasiswa yang tidak mengikuti pretest maka tidak diperbolehkan mengikuti praktikum.
3. Mahasiswa diwajibkan mengikuti kegiatan praktikum dari awal sampai akhir dan tidak boleh meninggalkan laboratorium selama jam praktikum. Mahasiswa yang akan meninggalkan ruang praktikum di haruskan meminta ijin pembimbing.
4. Pembagian waktu praktikum adalah sebagai berikut :
 - a. Persiapan praktikum = 15 menit sebelum praktikum dimulai
 - b. Pre-test dan pengarahan = 15 menit
 - c. Praktikum = 110 menit
 - d. Post-test = 10 menit
 - e. Pembuatan laporan = 20 menit
5. Mahasiswa yang berhalangan hadir saat itu WAJIB disertai surat izin dan surat keterangan sakit dari dokter.
6. Mahasiswa yang berhalangan hadir tanpa keterangan dianggap gugur dan WAJIB mengikuti kegiatan praktikum pada tahun ajaran berikutnya.
7. Mahasiswa di haruskan mengenakan jas praktikum bersih dan berwarna putih, menggunakan kartu tanda pengenal dan sepatu tertutup, rambut diikat rapi jangan sampai ada yang tergerai (digulung rapi).
8. Setiap peserta wajib membuat laporan praktikum yang formatnya sudah ditentukan dan ditandatangani dosen setelah selesai suatu acara praktikum.
9. Mahasiswa di haruskan membuat laporan sementara (tulis tangan) sebelum praktikum yang dikerjakan dan dilengkapi hasil praktikum setelah selesai menjadi laporan akhir. Laporan langsung dikumpulkan pada hari tersebut atau sesuai kesepakatan dengan dosen/asisten yang ditulis dalam kertas hvs putih ukuran A4.
10. Setiap peserta wajib cek alat yang diambil dan menuliskan dalam kartu alat sebelum praktikum dimulai dan mengembalikan alat-alat yang telah dipakai dalam keadaan bersih dan kering dan tertata rapi setelah praktikum berakhir kemudian cek alat yang telah dikembalikan. Bagi mereka yang merusakkan atau menghilangkan alat-alat diwajibkan untuk mengganti.
11. Setiap peserta harus menjaga kebersihan laboratorium, bekerja dengan tertib, tenang, teratur dan dilarang bergurau.
12. Setiap peserta harus melaksanakan semua mata praktikum dan mematuhi budaya Kesehatan dan Keselamatan Kerja (K3).
13. Apabila peserta praktikum melanggar hal-hal yang telah diatur di atas maka yang bersangkutan dapat dikeluarkan dari laboratorium dan tidak diperkenankan untuk melanjutkan praktikum pada hari itu. Kegiatan praktikum dinyatakan batal dan tidak diijinkan untuk inhal.
14. Bagi praktikan yang dua kali berturut-turut tidak mengikuti acara praktikum tanpa alasan yang tepat dinyatakan hilang hak praktikumnya
15. Hal-hal yang belum disebutkan di atas dan diperlukan untuk kelancaran praktikum akan diatur kemudian.

RENCANA PRAKTIKUM KIMIA ORGANIK

Pertemuan	Materi
Pertemuan I	ASISTENSI PRAKTIKUM (PENGENALAN ALAT, BAHAN, DAN TATA TERTIB PRAKTIKUM)
Pertemuan II	ASISTENSI PRAKTIKUM (CARA KERJA DAN PRINSIP KERJA)
Pertemuan III	PRAKTIKUM II: IDENTIFIKASI GUGUS ALDEHIDA DAN KETON
Pertemuan IV	PRAKTIKUM II: DISKUSI IDENTIFIKASI GUGUS ALDEHIDA DAN KETON
Pertemuan V	PRAKTIKUM II. IDENTIFIKASI GUGUS ALKENA DAN ALKIL HALIDA
Pertemuan VI	PRAKTIKUM II. DISKUSI IDENTIFIKASI GUGUS ALKENA DAN ALKIL HALIDA
Pertemuan VII	PRAKTIKUM III: IDENTIFIKASI GUGUS ALKOHOL DAN FENOL
Pertemuan VIII	PRAKTIKUM III: DISKUSI IDENTIFIKASI GUGUS ALKOHOL DAN FENOL
Pertemuan IX	PRAKTIKUM IV: PEMISAHAN DAN PEMURNIAN ZAT PADAT (REKRISTALISASI)
Pertemuan X	PRAKTIKUM IV. DISKUSI PEMISAHAN DAN PEMURNIAN ZAT PADAT (REKRISTALISASI)
Pertemuan XI	PRAKTIKUM V. PEMISAHAN DAN PEMURNIAN ZAT CAIR (DESTILASI)
Pertemuan XII	PRAKTIKUM V. DISKUSI PEMISAHAN DAN PEMURNIAN ZAT CAIR (DESTILASI)
Pertemuan XIII	DISKUSI PRAKTIKUM I-III
Pertemuan XIV	DISKUSI PRAKTIKUM IV-V
Pertemuan XV	RESPONSI PRAKTIKUM KIMIA ORGANIK
Pertemuan XVI	

ASISTENSI PRAKTIKUM

MATERIAL SAFETY DATA SHEET (MSDS)

Tujuan

1. Mahasiswa mengenal dan menggunakan MSDS
2. Mahasiswa mampu mencari dan menyiapkan MSDS dari sumber yang terpercaya

Teori

Pengetahuan sifat bahan menjadi suatu keharusan sebelum bekerja di laboratorium. Sifat-sifat bahan secara rinci dan lengkap dapat dibaca pada *Material Safety Data Sheet (MSDS)* di dalam buku, CD, atau melalui internet. Peraturan pada pengepakan dan pelabelan bahan kimia diwajibkan mencantumkan informasi bahaya berdasarkan tingkat bahaya bahan kimia khususnya untuk bahan yang tergolong dalam *hazardous chemicals* atau bahan berbahaya dan beracun (B3). Bahan berdasarkan fasenya dibagi menjadi padat, cair, dan gas. Bahan berdasarkan kualitas disebut teknis, *pro analysis* (pa), dan *material references*.

1. Explosive (bersifat mudah meledak)

Bahan dan formulasi yang ditandai dengan notasi bahaya "*explosive*" dapat meledak dengan pukulan atau benturan, gesekan, pemanasan, api dan sumber nyala lain bahkan tanpa oksigen atmosferik. Ledakan akan dipicu oleh suatu reaksi keras dari bahan. Energi tinggi dilepaskan dengan propagasi gelombang udara yang bergerak sangat cepat. Resiko ledakan dapat ditentukan dengan metode yang diberikan dalam *Law for Explosive Substances*. Di laboratorium, campuran senyawa pengoksidasi kuat dengan bahan mudah terbakar atau bahan pereduksi dapat meledak. Sebagai contoh, asam nitrat dapat menimbulkan ledakan jika bereaksi dengan beberapa pelarut seperti aseton, dietil eter, etanol, dll. Produksi atau bekerja dengan bahan mudah meledak memerlukan pengetahuan dan pengalaman praktis maupun keselamatan khusus. Apabila bekerja dengan bahan-bahan tersebut kuantitas harus dijaga sekecil atau sedikit mungkin baik untuk penanganan maupun persediaan atau cadangan.

Frase-R untuk bahan mudah meledak : R1, R2 dan R3

Bahaya: eksplosif pada kondisi tertentu.

Contoh: ammonium nitrat, nitroselulosa, TNT.

Keamanan : hindari benturan, gesekan, loncatan api, dan panas.

2. Oxidizing (Oxidator atau pengoksidasi)

Bahan-bahan dan formulasi yang ditandai dengan notasi bahaya "*oxidizing*" biasanya tidak mudah terbakar. Tetapi bila kontak dengan bahan mudah terbakar atau bahan sangat mudah terbakar mereka dapat meningkatkan resiko kebakaran secara signifikan. Dalam berbagai hal mereka adalah bahan anorganik seperti garam dengan sifat pengoksidasi kuat dan peroksida-peroksida organik.

Frase-R untuk bahan pengoksidasi : R7, R8 dan R9.

Keamanan : hindari panas serta bahan mudah terbakar.

Reduktor Bahaya : oksidator dapat membakar bahan lain, penyebab timbulnya api atau penyebab sulitnya pemadaman api.

Contoh : hidrogen peroksida, kalium perklorat.

3. **Flammable (mudah terbakar)**

Jenis bahaya *flammable* dibagi menjadi dua yaitu *extremely flammable* (amat sangat mudah terbakar) dan *highly flammable* (sangat mudah terbakar). Untuk bahan-bahan dan formulasi yang ditandai dengan notasi bahaya "*extremely flammable*" merupakan cairan yang memiliki titik nyala sangat rendah (di bawah 0 °C) dan titik didih rendah dengan titik didih awal (di bawah 350 °C). Bahan amat sangat mudah terbakar berupa gas dengan udara dapat membentuk suatu campuran bersifat mudah meledak di bawah kondisi normal. Frase-R untuk bahan amat sangat mudah terbakar adalah R12 sedangkan untuk bahan dan formulasi ditandai dengan notasi bahaya '*highly flammable*' adalah subyek untuk *self-heating* dan penyalaan di bawah kondisi atmosferik biasa, atau mereka mempunyai titik nyala rendah (di bawah 21 °C). Beberapa bahan sangat mudah terbakar menghasilkan gas yang amat sangat mudah terbakar di bawah pengaruh kelembaban. Bahan-bahan yang dapat menjadi panas di udara pada temperatur kamar tanpa tambahan pasokan energi dan akhirnya terbakar, juga diberi label sebagai '*highly flammable*'.

Frase-R untuk bahan sangat mudah terbakar yaitu R11. Bahaya: mudah terbakar, meliputi:

1. Zat terbakar langsung, contohnya aluminium alkil fosfor.
Keamanan : hindari campuran dengan udara.
2. Gas amat mudah terbakar, contohnya : butana, propana.
Keamanan : hindari campuran dengan udara dan hindari sumber api.
3. Zat sensitif terhadap air, yakni zat yang membentuk gas mudah terbakar bila kena air atau api.
4. Cairan mudah terbakar, cairan dengan titik bakar di bawah 21 °C, contoh : aseton dan benzena. Keamanan : jauhkan dari sumber api dan loncatan bunga api.

4. **Toxic (beracun)**

Bahan dan formulasi yang ditandai dengan notasi bahaya '*toxic*' dapat menyebabkan kerusakan kesehatan akut atau kronis dan bahkan kematian pada konsentrasi sangat tinggi jika masuk ke tubuh melalui inhalasi, melalui mulut (*ingestion*), atau kontak dengan kulit. Suatu bahan dikategorikan beracun jika memenuhi kriteria berikut:

LD50 oral (tikus) 25 - 200 mg/kg berat badan

LD50 dermal (tikus atau kelinci) 50 - 400 mg/kg berat badan

LC50 pulmonary (tikus) untuk aerosol /debu 0,25 - 1 mg/L

LC50 pulmonary (tikus) untuk gas/uap 0,50 - 2 mg/L

Frase-R untuk bahan beracun yaitu R23, R24 dan R25. Bahaya : toksik; berbahaya bagi kesehatan bila terhisap, tertelan atau kontak dengan kulit, dan dapat mematikan. Contoh: arsen triklorida, merkuri klorida. Keamanan : hindari kontak atau masuk dalam tubuh, segera berobat kedokter bila kemungkinan keracunan.

5. **Harmful irritant (bahaya, iritasi)**

Ada sedikit perbedaan pada simbol ini yaitu dibedakan dengan kode Xn dan Xi. Untuk bahan dan formulasi yang ditandai dengan kode Xn memiliki resiko merusak kesehatan sedangkan jika masuk ke tubuh melalui inhalasi, melalui mulut (*ingestion*), atau kontak dengan kulit. Suatu bahan dikategorikan berbahaya jika memenuhi kriteria berikut:

LD50 oral (tikus) 200-2000 mg/kg berat badan

LD50 dermal (tikus atau kelinci) 400-2000 mg/kg berat badan

LC50 pulmonary (tikus) untuk aerosol /debu 1 - 5 mg/L

LC50 pulmonary (tikus) untuk gas/uap 2 - 20 mg/L

Frase-R untuk bahan berbahaya yaitu R20, R21 dan R22 sedangkan bahan dan formulasi dengan notasi '*irritant*' atau kode Xi adalah tidak korosif tetapi dapat menyebabkan inflamasi jika kontak dengan kulit atau selaput lendir.

Frase-R untuk bahan irritant yaitu R36, R37, R38 dan R41.

Kode Xn (*Harmful*)

Bahaya : menimbulkan kerusakan kecil pada tubuh.

Contoh : peridin.

Keamanan : hindari kontak dengan tubuh atau hindari menghirup, segeraberobat ke dokter bila kemungkinan keracunan.

Kode Xi (*irritant*)

Bahaya: iritasi terhadap kulit, mata, dan alat pernapasan.

Contoh : ammonia dan benzil klorida.

Keamanan : hindari terhirup pernapasan, kontak dengan kulit dan mata.

6. **Corrosive (korosif)**

Bahan dan formulasi dengan notasi '*corrosive*' adalah merusak jaringan hidup. Jika suatu bahan merusak kesehatan dan kulit hewan uji atau sifat ini dapat diprediksi karenakararakteristik kimia bahan uji, seperti asam ($\text{pH} < 2$), ditandai sebagai bahan korosif.

Frase-R untuk bahan korosif yaitu R34 dan R35.

Bahaya : korosif atau merusak jaringan tubuh manusia

Contoh : klor, belerang dioksida

Keamanan : hindari terhirup pernapasan, kontak dengan kulit dan mata

7. **Dangerous for Enviromental (Bahan berbahaya bagi lingkungan)**

Bahan dan formulasi dengan notasi '*dangerous for environment*' adalah dapat menyebabkan efek tiba-tiba atau dalam sela waktu tertentu pada satu kompartemen lingkungan atau lebih (air, tanah, udara, tanaman, mikroorganisma) dan menyebabkan gangguan ekologi. Frase-R untuk bahan berbahaya bagi lingkungan yaitu R50, R51, R52 dan R53.

Bahaya : bagi lingkungan, gangguan ekologi

Contoh : tributyl timah klorida, tetraklorometan, petroleumbensin

Keamanan : hindari pembuangan langsung ke lingkungan.

PRAKTIKUM I

IDENTIFIKASI SENYAWA ALDEHID DAN KETON

Tujuan

1. Mengetahui jenis senyawa (aldehid atau keton) dengan uji kualitatif aldehid dan keton
2. Menentukan reaksi antara aldehid dan keton dengan berbagai uji

Teori

Aldehid dan keton merupakan hidrokarbon yang memiliki gugus fungsi karbonil. Pada aldehid, gugus karbonil terletak di ujung rantai atau terletak pada atom C primer, sedangkan pada keton, gugus karbonil terikat pada atom C sekunder. Kedua jenis senyawa ini memiliki sifat yang berbeda. Perbedaan sifat inilah yang digunakan untuk identifikasi senyawa aldehid dan keton. Berbagai macam uji yang dilakukan untuk identifikasi aldehid dan keton :

- a. Uji asam kromat = perubahan warna menunjukkan adanya gugus aldehid
- b. Uji tollens = munculnya cermin perak menunjukkan adanya aldehid
- c. Uji iodoform = adanya endapan iod menunjukkan adanya asetaldehid/metil keton
- d. Uji 2,4,-dinitrofenilhidrazin = uji ini akan memperlihatkan adanya ikatan rangkap O dan C. Uji positif akan ditandai dengan larutan yang berwarna kuning, jingga atau merah dan terdapat endapan.

Alat dan Bahan:

Alat:

- | | |
|---------------------------|--------|
| 1. Tabung reaksi | 4 buah |
| 2. Penangas Air/Hot Plate | 1 buah |
| 3. Alumunium Foil | |
| 4. Penjepit kayu | |
| 5. Pipet Volume 1 mL | 1 buah |
| 6. Pipet volume 2 mL | 1 buah |
| 7. Pipet volume 3 mL | 1 buah |
| 8. Pipet tetes | 8 buah |

Bahan:

- | | |
|---|------|
| 1. Sampel Formaldehid | |
| 2. Sampel Aseton | |
| 3. Larutan Asam Kromat | 3 mL |
| 4. Larutan NaOH 6 M | |
| 5. Larutan H ₂ SO ₄ | 1 mL |

- | | | |
|-----|---|------|
| 6. | Larutan AgNO ₃ 5% | 1 mL |
| 7. | Larutan NH ₄ OH 6M | |
| 8. | Larutan iodium | |
| 9. | Larutan 2,4 Dinitrofenilhidrazin | |
| 10. | Larutan K ₂ Cr ₂ O ₇ | |
| 11. | Aquadest | 2 mL |
| 12. | Dioksan | |

Prosedur Kerja:

a. Uji Asam Kromat

Masukkan 10 tetes sampel ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 3 mL larutan asam kromat dan 1 mL H₂SO₄ ke dalam tabung reaksi. Setelah itu, kocok tabung reaksi secara perlahan. Diamkan beberapa saat kemudian amati perubahan yang terjadi.

b. Uji Tollens

Masukkan 1 mL larutan AgNO₃ 5% kedalam tabung reaksi. Tambahkan 5-6 tetes larutan NH₄OH 6M hingga endapan menghilang. Tambahkan 1 mL sampel kemudian panaskan sekitar 2 menit. Amati perubahan yang terjadi.

c. Uji Iodoform

Masukkan 10 tetes sampel dan 2 mL aquadest ke dalam tabung reaksi lalu kocok tabung reaksi secara perlahan. Apabila tidak larut, tambahkan dioksan tetes per tetes dan 2 mL larutan NaOH 6M. Setelah itu masukkan tabung reaksi ke dalam penangas air dengan suhu 60°C. Teteskan larutan iodium setetes demi setetes hingga berwarna kecoklatan bertahan selama 2 menit. Tambahkan NaOH 6M hingga warna coklat menghilang. Diamkan dalam penangas selama 5 menit. Amati perubahan yang terjadi dan catatlah segera!

d. Uji 2,4,-dinitrofenilhidrazin

Masukkan 10 tetes sampel dan 20 tetes 2,4 dinitrofenilhidrazin ke dalam tabung reaksi. Apabila endapan tidak muncul, panaskan dengan suhu 60°C selama 5 menit. Amati apa yang terjadi.

Data Pengamatan

Nama Uji	Sampel	Sebelum Uji	Setelah Uji	Perubahan yang terjadi
Uji Asam Kromat	Formaldehid			
	Aseton			
Uji Tollens	Formaldehid			
	Aseton			

Nama Uji	Sampel	Sebelum Uji	Setelah Uji	Perubahan yang terjadi
Uji Iodoform	Formaldehid			
	Aseton			
Uji 2,4, -Dinitrofenil hidrazin	Formaldehid			
	Aseton			

Pembahasan

1. Tuliskan Proses yang terjadi dan hasil yang terjadi yang menunjukkan bahwa sampel yang digunakan merupakan senyawa aldehid ataupun senyawa keton pada:
 - a. Uji asam kromat
 - c. Uji tollens
 - d. Uji Iodoform
 - e. Uji 2,4- dinitrofenilhidrazin
2. Tuliskan reaksi yang terjadi pada sampel saat diuji:
 - a. Uji asam kromat
 - b. Uji tollens
 - c. Uji Iodoform
 - d. Uji 2,4- dinitrofenilhidrazin
3. Tuliskan hasil aktual (sebenarnya) saat praktikum dan jelaskan penyebab terjadi demikian. Apabila sesuai dengan teori (ideal), maka tuliskan pernyataan bahwa sesuai dengan teori. Apabila tidak sesuai dengan teori (hasil isdeal), maka tuliskan penyebabnya pada tiap uji :
 - a. Uji asam kromat
 - b. Uji tollens
 - c. Uji Iodoform
 - d. Uji 2,4- dinitrofenilhidrazin
4. Identifikasikan tergolong ke dalam senyawa apa yang diuji apabila, dengan uji yang telah dilakukan, sampel tidak menunjukkan hasil sesuai dengan teori!
 - a. Uji asam kromat
 - b. Uji tollens
 - c. Uji Iodoform
 - d. Uji 2,4- dinitrofenilhidrazin

Kesimpulan

Tuliskan kesimpulan

Bagaimana hasil identifikasi sampel? Apakah termasuk kedalam senyawa aldehid atau senyawa keton?

PRAKTIKUM II

IDENTIFIKASI GUGUS ALKENA & ALKIL HALIDA

Tujuan

Mahasiswa mampu melakukan uji kimia untuk mengidentifikasi gugus fungsional senyawa organik alkena dan alkil halida.

Teori

Identifikasi senyawa organik dapat dilakukan dengan 2 cara yaitu secara spektroskopi maupun secara reaksi kimia. Uji karakteristik kimia digunakan pereaksi kimia tertentu yang dapat bereaksi secara selektif dengan gugus fungsional organik. Hasil reaksi tersebut menghasilkan perubahan yang dapat dengan mudah diamati. Uji dikatakan positif bila terjadi reaksi yang diharapkan pada gugus fungsional yang diuji.

a. Uji karakteristik alkena

Alkena bereaksi dengan bromin menghasilkan senyawa visinal dibromida sebagai hasil reaksi adisi. Adanya ikatan rangkap pada alkena dapat ditandai dengan menambahkan larutan Br_2 yang diikuti hilangnya warna bromin dari merah coklat menjadi tidak berwarna.

b. Uji karakteristik alkil halida

Senyawa turunan alkil halida dapat dikarakterisasi dengan reaksi AgNO_3 dalam alkohol. Uji reaksi ini melibatkan pembentukan endapan perak halida yang memiliki warna putih (AgCl) dan kuning pucat (AgI dan AgBr). Alkil halida bereaksi dengan perak nitrat dalam etanol pada suhu kamar menghasilkan endapan perak halida.

Alat dan Bahan

Alat:

1. Corong pisah	1 buah
2. Tabung reaksi	12 buah
3. Pipet tetes	12 buah
4. Pipet ukur 5 mL	1 buah
5. Pipet volume 2 mL	1 buah
6. Penangas air	1 buah
7. <i>Stopwatch</i>	1 buah
8. Gelas ukur 100 mL	1 buah

Bahan:

- | | | |
|-----|---|--------|
| 1. | 2-butanol | 3 mL |
| 2. | Toluena | |
| 3. | Aseton | |
| 4. | Etanol | |
| 5. | Bensaldehida | |
| 6. | Klorobensena | |
| 7. | n-butyl klorida | |
| 8. | Kloroform | 11 mL |
| 9. | Bensil klorida | |
| 10. | Bensoil klorida | |
| 11. | t-butyl bromida | |
| 12. | Larutan Br ₂ 5% | |
| 13. | Larutan KMnO ₄ 2% | |
| 14. | Larutan AgNO ₃ 2% dalam etanol 95% | |
| 15. | Larutan 15% NaI dalam aseton | |
| 16. | Oktanol | 2 mL |
| 17. | H ₂ SO ₄ | |
| 18. | Akuades | 100 mL |

Prosedur Kerja**1. Uji adanya Alkena****a. Pembuatan dan uji sampel Alkena**

Masukkan 3 mL 2-butanol ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 1 tetes H₂SO₄ pekat dan dipanaskan dengan penangas air selama 10 menit. Sampel yang sudah dipanaskan kemudian didinginkan selama 15 menit. Masukkan sampel yang telah dingin ke dalam corong pisah. Tambahkan akuades sebanyak 100 mL. Tambahkan 10 mL kloroform sambil dikocok dan didiamkan sampai terbentuk dua lapisan. Lapisan atas ditampung (berisi senyawa alkena/senyawa organik) dan lapisan bawah dibuang (pada bak B3). Masukkan 1 mL senyawa alkena yang telah dibuat ke dalam tabung reaksi. Tambahkan air brom sampai warna konstan (warna air brom).

Catatlah jumlah tetesan air brom yang digunakan, dan konversikan dalam mL!

b. Uji Senyawa Organik dengan Brom

Reagen : 5% Br₂ dalam oktanol atau CH₂Cl₂ 1% dalam air. Masukkan masing-masing 4 tetes sampel (toluena, aseton, etanol) ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 2 mL n-oktanol lalu kocok campuran perlahan-lahan. Tambahkan tetes demi tetes larutan Brom sampai tidak terjadi perubahan warna.

Catat jumlah tetesnya untuk setiap sampel dan konversikan dalam mL!

c. Oksidasi dengan $KMnO_4$

Reagen : larutan 2% $KMnO_4$ Masukkan 4 tetes masing-masing sampel (toluena, aseton, etanol) ke dalam tabung reaksi. Tambahkan tetes demi tetes larutan $KMnO_4$ sampai terjadi endapan hitam (atau larutan menjadi keruh).

Catat jumlah tetesnya dan konversi dalam mL.

2. Uji adanya Halogen

a. Reagen : 2% $AgNO_3$ dalam etanol 95%

Masukkan 3 tetes sampel klorobensena atau sampel lainnya yang disediakan, misalnya n-butyl klorida, kloroform, bensil klorida, bensoil klorida, t-butyl bromidake dalam tabung reaksi kering dan bersih. Tambahkan 2 mL larutan $AgNO_3$. Didiamkan beberapa menit. Masukkan tabung reaksi ke penangas air ($50-60^\circ C$) bila belum terjadi endapan. Catat waktu yang diperlukan untuk terjadinya endapan untuk setiap sampel.

b. Reagen : larutan 15% NaI dalam aseton kering (harus dibuat baru). (Harus dibuat dan digunakan pada hari yang sama, simpan dalam botol coklat, bila berwarna coklat harap dibuang). Masukkan 3 tetes sampel klorobenzena pada tabung reaksi I dan kloroform pada tabung reaksi II. Tambahkan 2 ml reagen NaI ke dalam masing-masing tabung reaksi. Kocok campuran dalam tabung reaksi dan dibiarkan sekitar 3 menit. Bila tidak terjadi perubahan, dimasukkan tabung reaksi dalam penangas air pada suhu $50^\circ C$. Catat waktu yang diperlukan untuk terbentuknya endapan.

Data Pengamatan

	Sampel	Br_2	$KMnO_4$
Uji Alkena	Sampel		
	Aseton		

	Sampel	$AgNO_3$	NaI
Uji Alkil Halida	Klorobensena		
	Kloroform		

Pembahasan

1. Bagaimana prinsip pembuatan alkena pada praktikum ini? Apa fungsi asam sulfat? Apa fungsi kloroform ?
2. Bagaimana prinsip uji brom untuk identifikasi alkena ?
3. Tuliskan reaksi kimia yang terjadi pada uji identifikasi alkil halida ! Jelaskan proses yang terjadi !

Kesimpulan

PRAKTIKUM III

IDENTIFIKASI GUGUS ALKOHOL DAN FENOL

Tujuan

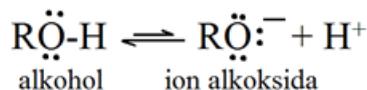
1. Mahasiswa dapat membedakan alkohol primer, sekunder dan tersier.
2. Mahasiswa mengetahui sifat asam-basa alkohol dan fenol
3. Mengetahui sampel mengandung alkohol dan fenol

Teori

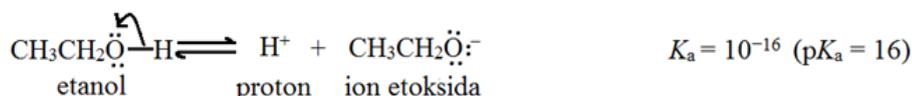
Dalam kimia organik, senyawa organik dikelompokkan berdasarkan gugus fungsi. Gugus fungsi adalah suatu kelompok gugus khusus dalam molekul yang memberikan ciri khas karakteristik dalam molekul tersebut akan mempengaruhi sifat fisik dan kimia pada molekul secara keseluruhan. Ada banyak gugus fungsi yang dipelajari dalam kimia organik, salah satunya adalah gugus fungsi -OH atau hidroksi. Gugus fungsi-OH yang akan dipelajari adalah alkohol dan fenol. Perbedaan antara senyawa alkohol dan fenol terletak dari gugus utama yang mengikat gugus fungsi tersebut. Senyawa alkohol berikatan dengan senyawa karbon rantai lurus ataupun siklik, sementara senyawa fenol berikatan dengan senyawa aromatik. Pada alkohol, gugus-OH berikatan dengan atom karbon tetrahedral, dimana karbon tersebut jika mengikat satu atom karbon lainnya dinamakan alkohol primer. Apabila gugus-OH tersebut berikatan dengan atom karbon yang mengikat dua atom karbon lainnya maka dinamakan alkohol sekunder. Apabila gugus-OH tersebut berikatan dengan dengan atom karbon yang mengikat tiga atom karbon lainnya maka dinamakan alkohol tersier. Perbedaan lainnya antara alkohol dan fenol adalah fenol bersifat lebih asam dibandingkan dengan alkohol. Alkohol dan fenol biasanya akan larut dalam air, namun apabila ukurannya semakin besar maka senyawa tersebut akan semakin susah larut di dalam air. Hal ini dimungkinkan terjadi karena gugus alkil akan semakin besar sehingga sulit untuk membentuk ikatan hidrogen dengan air. Senyawa hidrokarbon adalah senyawa yang terdiri dari unsur hidrogen dan karbon dan merupakan materi utama yang dipelajari dalam kimia organik. Senyawa hidrokarbon sendiri terbagi menjadi dua yaitu, senyawa hidrokarbon rantai lurus dan hidrokarbon rantai siklik. Selain itu, senyawa hidrokarbon juga dapat dikelompokkan sebagai senyawa jenuh dan senyawa tak jenuh. Yang termasuk ke dalam senyawa hidrokarbon jenuh adalah golongan alkana dan yang termasuk ke dalam senyawa hidrokarbon tak jenuh adalah golongan alkena dan alkuna. Senyawa jenuh adalah senyawa yang tidak memiliki ikatan rangkap, sementara senyawa tidak jenuh adalah senyawa yang memiliki ikatan rangkap. Senyawa-senyawa alkohol dan fenol ini juga dapat bereaksi dengan senyawa lainnya jika direaksikan, berikut adalah beberapa reaksi dari senyawa hidrokarbon :

1. Uji asam kromat : senyawa alkohol primer dapat teroksidasi menjadi senyawa asam karboksilat apabila direaksikan dengan asam kromat. Sementara senyawa asam kromat akan tereduksi dari Cr^{6+} menjadi Cr^{3+} , dimana senyawa asam kromat merah coklat akan berubah menjadi warna hijau. Senyawa alkohol sekunder juga dapat teroksidasi menjadi keton, sementara senyawa alkohol tersier tidak akan teroksidasi.
2. Uji dengan Natrium : dengan menggunakan natrium, atom hidrogen yang terdapat pada gugus hidroksil dapat disingkirkan sehingga akan dihasilkan garam natrium, dimana garam natrium ini akan larut di dalam air.

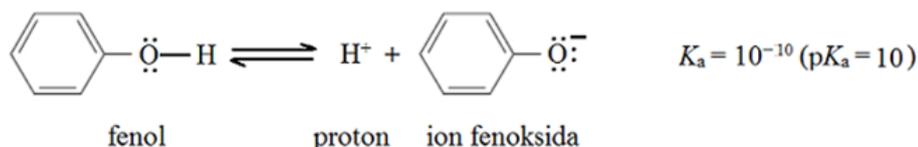
Seperti halnya air, alkohol dan fenol merupakan asam lemah. Gugus hidroksil dapat bertindak sebagai pendonor proton, dan disosiasi terjadi mirip seperti pada air :



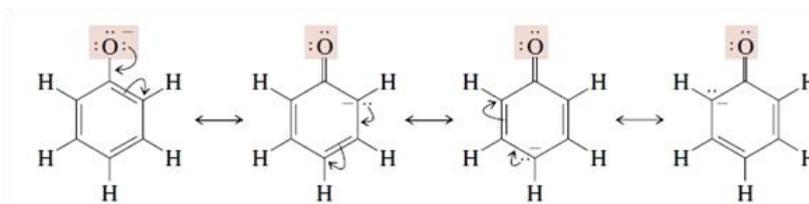
Fenol adalah asam yang lebih kuat daripada alkohol terutama karena ion fenoksidanya distabilkan oleh resonansi. Untuk membantu kita memahami mengapa fenol lebih asam dari alkohol, mari kita bandingkan kesetimbangan anionisasi untuk fenol dan etanol. Secara khusus, perhatikan perbedaan muatan delokalisasi dalam ion etoksida dan ion fenoksida. Muatan negatif dalam ion etoksida terlokalisasi pada oksigen dan distabilkan hanya dengan kekuatan solvasi.



Muatan negatif dalam ion fenoksida distabilkan baik oleh solvasi dan dengan elektron delokalisasi ke dalam cincin.



Delokalisasi elektron dalam fenoksida diwakili oleh resonansi antara struktur:



Muatan negatif dalam ion fenoksida dibagi oleh oksigen dan karbon yang ortodan para untuk itu. Delokalisasi muatan negatif kuat menstabilkan ion fenoksida.

Gugus fungsi alkohol (dan fenol) tidak saja berfungsi sebagai asam lemah melainkan juga sebagai basa lemah. Golongan tersebut memiliki pasangan elektron bebas pada oksigen dan dengan demikian merupakan basa lewis. Golongan ini dapat diprotonasi oleh asam kuat. Produknya, analog dengan ion oksonium, H_3O^+ , yaitu ion alkiloksonium

Alat dan Bahan**Alat:**

Tabung reaksi	16 buah
Penangas air	1 buah
Batang pengaduk	2 buah
Lakmus	8 lembar
Pipt volume 1 ml	4 buah

Bahan:

Reagen Lukas	
Metanol	3 mL
1-butanol	1 mL
2-butanol	3 mL
2-metil-2-propanol	1 mL
Fenol	2 mL
Butil alkohol	1 mL
Isopropil alkohol	1 mL
Asam asetat	1 mL
Natrium karbonat	0,5 mL
NaHCO ₃	1 mL
Etanol	3 mL
FeCl ₃	0,5 mL
Metil klorida	
Aseton	1 mL
Larutan asam kromat	1 mL

Prosedur Kerja**a. Membedakan alkohol primer, sekunder dan tersier dengan cara Lukas**

Siapkan empat buah tabung reaksi. Masing-masing diisi dengan 1 mL reagen lukas. Tabung reaksi pertama ditambahkan 1 mL alkohol primer (1-butanol). Tabung reaksi kedua ditambahkan 1 mL alkohol sekunder (2-butanol). Tabung reaksi ketiga ditambahkan 1 mL alkohol tersier (2-metil-2-propanol). Tabung reaksi keempat ditambahkan 1 mL fenol.

Tabung reaksi dikocok dan dibiarkan selama 3-5 menit (pada temperatur kamar). Apabila terdapat tabung yang larutannya masih bening, masukkan tabung tersebut ke dalam penangas air bersuhu 60°C selama 15 menit. Amati apakah terdapat kekeruhan atau tidak.

Perubahan yang terjadi diperhatikan dan dicatat waktu saat terjadi reaksi hingga kembalinya keadaan larutan kembali seperti semula saat sebelum dicampurkan.

b. Mengetahui sifat Asam Basa

Siapkan empat buah tabung reaksi. Tabung pertama diisi dengan 1 mL butil alkohol. Dan berilah label !, Tabung kedua diisi dengan 1 mL isopropil alkohol. Dan berilah label !, Tabung reaksi ketiga diisi dengan 1 mL fenol. Dan berilah label !, Tabung reaksi keempat diisi dengan 1 mL asam asetat. Dan berilah label ! Masing-masing tabung reaksi ditambahkan 0,5 mL Natrium Karbonat. Tabung reaksi dikocok dan dibiarkan selama 3-5 menit (pada suhu kamar).

Cek pH dengan kertas lakmus yang telah disediakan! Perubahan yang terjadi diperhatikan dan dicatat. Prosedur di atas dilakukan kembali dengan Na_2CO_3 diganti dengan NaHCO_3 .

c. Uji adanya fenol

Siapkan empat buah tabung reaksi.

Tabung pertama diisi dengan 1 mL methanol dan berilah label !, Tabung kedua diisi dengan 1 mL etanol dan berilah label !, Tabung reaksi ketiga diisi dengan 1 mL 2-butanol dan berilah label !, Tabung reaksi keempat diisi dengan 1 mL fenol dan berilah label !

Masing-masing tabung reaksi ditambahkan 0,5 mL FeCl_3 .

Perubahan yang terjadi diperhatikan dan dicatat.

d. Uji adanya alkohol

Siapkan empat buah tabung reaksi.

Masukkan 4 tetes sampel ke dalam tabung reaksi yang disediakan. Tabung pertama diisi dengan 1 mL metanol. Tabung kedua diisi dengan 1 mL etanol. Tabung ketiga diisi dengan 1 mL 2-butanol. Tabung keempat diisi dengan 1 mL metil klorida. Tambahkan 1 tetes aseton dan 1 tetes larutan asam kromat pada masing-masing tabung reaksi. Kocok campuran dan amati perubahan yang terjadi.

Tes positif jika terjadi perubahan warna dari kuning ke biru kehijauan atau terbentuk endapan.

Data Pengamatan

a. Membedakan Alkohol primer, sekunder, tersier, dan fenol dengan pereaksi lukas

Alkohol/ Fenol	Pereaksi Lukas	Keterangan		
		Laju Reaksi (dalam detik)	Fasa	Warna
1-butanol				
2-butanol				
2-metil-2-propanol				
Fenol				

b. Hasil pengamatan reaksi alkohol dan fenol dengan Na_2CO_3 dan Na_2HCO_3

Zat	Na_2CO_3	Na_2HCO_3	Keterangan			
			Na_2CO_3		NaHCO_3	
			Warna	Sifat	Warna	Sifat
Butil alkohol						
Isopropil alkohol						
Fenol						
Asam asetat						

c. Reaksi Alkohol dan Fenol dengan FeCl_3

Zat	FeCl_3	Keterangan	
		Warna	Fasa
Metanol			
Etanol			
2-butanol			
Fenol			

d. Reaksi Alkohol dan Fenol dengan Asam Kromat

Zat	Asam kromat	Warna	Keterangan Fasa
Metanol			
Etanol			
2-butanol			
Fenol			

Pembahasan

1. Pengamatan alkohol primer, sekunder, tersier, dan fenol dengan pereaksi Lukas
 - a. Tuliskan masing-masing mekanisme reaksi yang terjadi pada masing-masing percobaan!
 - b. Urutkan laju reaksi dari yang paling cepat hingga paling lambat! Mengapa terjadi demikian? Jelaskan !
 - c. Apakah ada yang tidak bereaksi dengan pereaksi Lukas? Apabila ada yang tidak bereaksi dengan pereaksi Lukas, jelaskan !
2. Reaksi dengan Na_2CO_3 dan NaHCO_3
 - a. Tuliskan masing-masing mekanisme reaksi yang terjadi pada masing-masing percobaan!
 - b. Pereaksi Na_2CO_3 dan NaHCO_3 termasuk ke dalam asam/basa? Jelaskan prinsip percobaan ini !
 - c. Bagaimana hasil pengamatan Anda? Apakah sesuai dengan teori?
3. Hasil pengamatan alkohol dan fenol dengan FeCl_3
 - a. Tuliskan masing-masing mekanisme reaksi yang terjadi pada masing-masing percobaan!
 - b. Mengapa menggunakan FeCl_3 untuk uji ini? Jelaskan !
 - c. Manakah sampel yang bereaksi dengan FeCl_3 ? Mengapa terjadi demikian? Jelaskan !
4. Hasil pengamatan alkohol dan fenol dengan asam kromat
 - a. Tuliskan masing-masing mekanisme reaksi yang terjadi pada masing-masing percobaan!
 - b. Mengapa menggunakan asam kromat untuk uji ini? Jelaskan !
 - c. Manakah sampel yang bereaksi dengan asam kromat? Mengapa terjadi demikian? Jelaskan !

Kesimpulan

PRAKTIKUM IV

PEMISAHAN DAN PEMURNIAN ZAT CAIR : REKRISTALISASI

Tujuan

1. Mahasiswa mampu untuk memurnikan zat padat dengan metoda rekristalisasi
2. Mahasiswa mampu untuk memurnikan zat padat dengan metoda sublimasi

Teori

Dalam praktikum kali ini akan diperkenalkan cara untuk memurnikan zat padat yaitu dengan kristalisasi dan sublimasi. Pemurnian dengan menggunakan teknik kristalisasi adalah proses memurnikan zat padat yang tidak murni dengan melarutkannya dalam suatu pelarut panas dan kemudian didinginkan kembali hingga membentuk suatu kristal. Pemurnian dengan teknik tersebut berdasarkan bahwa setiap zat padat memiliki kelarutan yang berbeda-beda dalam larutan tertentu dan setiap zat padat dapat mudah larut dalam larutan yang panas dibandingkan larutan yang dingin. Karena prinsip dari pemisahan ini adalah adanya perbedaan kelarutan dalam setiap pelarut, pemilihan pelarut adalah hal yang harus diperhatikan. Apabila pelarut yang dipilih tidak tepat, maka proses pemurnian tidak akan terjadi. Pelarut yang baik adalah pelarut yang dapat melarutkan suatu senyawa dalam keadaan panas (titik didihnya) dan sulit untuk melarutkan dalam keadaan suhu kamar.

Untuk melarutkan suatu zat padat dapat dengan cara melarutkan zat tersebut dalam air panas hingga tepat larut. Jumlah pelarut yang dibutuhkan untuk melarutkan zat padat disebut dengan larutan jenuh. Tidak semua zat padat mampu larut dalam keadaan kesetimbangan, karena apabila didinginkan maka zat tersebut akan mengendap. Untuk melakukan pemurnian, selanjutnya akan dilakukan proses kristalisasi yang merupakan kebalikan dari proses pelarutan. Apabila zat yang dikristalkan adalah zat murni, maka kristal yang dihasilkan adalah kristal yang identik dan bentuknya teratur. Ada beberapa kriteria pelarut yang dapat digunakan untuk proses rekristalisasi yaitu pelarut tidak boleh bereaksi dengan zat padat yang akan direkristalisasi, zat padat yang dilarutkan harus memiliki kelarutan yang terbatas pada suhu kamar, zat padat yang dilarutkan harus memiliki kelarutan tinggi dalam suhu didih pelarutnya, dan titik didih pelarut tidak melebihi titik leleh dari zat padat. Zat pengotor yang tidak diinginkan harus larut dalam pelarut pada suhu kamar atau tidak larut dalam suhu panas dan pelarut harus mudah menguap sehingga dapat diuapkan dengan mudah. Kekuatan suatu pelarut untuk melarutkan zat padat biasanya bertambah apabila titik didihnya bertambah tinggi. Contohnya adalah etanol memiliki titik didih yang lebih tinggi daripada metanol sehingga dapat melarutkan zat padat lebih baik dibandingkan dengan metanol. Namun, kadang diperlukan campuran larutan dalam melarutkan, seperti campuran metanol-air, etanol-air, asam asetat-air. Kristalisasi adalah suatu metode untuk pemurnian senyawa padat yang dihasilkan dari reaksi organik. Metode rekristalisasi melibatkan 5 tahap:

1. Pemilihan pelarut

Pelarut yang terbaik adalah pelarut dimana senyawa yang dimurnikan hanya larut sedikit pada suhu kamar tetapi sangat larut pada suhu yang lebih tinggi, misalnya pada titik didih pelarut tersebut. Pelarut harus memisahkan secara mudah pengotor-pengotor dan harus mudah menguap, sehingga dapat dipisahkan secara mudah dari materi yang dimurnikan.

Titik didih pelarut harus lebih rendah dari titik leleh padatan. Pelarut tidak boleh bereaksi dengan zat yang dimurnikan dan harus murah harganya.

2. Kelarutan senyawa padat dalam pelarut panas

Padatan yang dimurnikan harus dilarutkan dalam sejumlah minimum pelarut panas dalam labu erlenmeyer. Pada titik didihnya, sedikit pelarut ditambahkan sampai terlihat bahwa tidak ada tambahan materi yang larut lagi.

3. Penyaringan larutan

Larutan jenuh yang masih panas kemudian disaring melalui kertas saring yang ditempatkan dalam suatu corong saring.

4. Kristalisasi

Filtrat panas kemudian dibiarkan dingin dalam gelas kimia. Zat padat murni memisahkan sebagai kristal. Jika kristal tidak terbentuk selama pendinginan filtrat dalam waktu cukup lama maka larutan harus dibuat lewat jenuh.

5. Pemisahan dan pengeringan kristal

Kristal dipisahkan dari larutan induk dengan penyaringan. Penyaringan umumnya dilakukan di bawah tekanan menggunakan corong buchner. Bila larutan induk sudah keluar, kristal dicuci dengan pelarut dingin murni untuk menghilangkan kotoran yang menempel. Kristal kemudian dikeringkan dengan menekan kertas saring atau di dalam oven, desikator vakum, atau piston pengeringan.

Alat dan Bahan

Alat:

- | | |
|-----------------------------------|--------|
| 1. Gelas beker 150 mL | 1 buah |
| 2. Gelas beker 250 mL atau 300 mL | |
| 3. Corong penyaring | 1 buah |
| 4. Corong Buchner | 1 buah |
| 5. Batang pengaduk | 1 buah |
| 6. Erlenmeyer 100 mL | 2 buah |
| 7. Kertas saring | 2 buah |
| 8. Thermometer | 1 buah |
| 9. Gelas ukur 100 mL | 1 buah |
| 10. Pipet tetes | 2 buah |
| 11. Bunsen dan spiritus | 2 buah |
| 12. Hot Plate | 1 buah |
| 13. Cawan porselen | 1 buah |
| 14. Kaca arloji | 1 buah |
| 15. Oven | 1 buah |

- | | |
|-------------------|--------|
| 16. Baskom | 1 buah |
| 17. Tabung reaksi | 6 buah |

Bahan:

- | | |
|------------------------------|----------|
| 1. Asam benzoate | 2 gram |
| 2. Norit | 0,5 gram |
| 3. Kamper | 1 gram |
| 4. Es batu | |
| 5. Sampel A (asam salisilat) | 0,1 gram |
| 6. Sampel B(tablet bodrexin) | 0,1 gram |
| 7. Etanol 95% | 4 mL |
| 8. Etil asetat | 4 mL |
| 9. Aseton | 4 mL |
| 10. Toluena | 4 mL |
| 11. n-heksana | 4 mL |
| 12. aquades | 4 mL |

Prosedur Kerja

Percobaan 1

1. Kristalisasi asam benzoat

- Sebanyak 2 gram asam benzoat kotor dilarutkan dalam pelarut air dalam keadaan panas hingga tepat larut.
- Setelah larut tambahkan sedikit beberapa mL pelarut tersebut.
- Didihkan larutan tersebut di atas *hotplate*.
- Tambahkan 0,5 gram norit ke dalamnya sambil diaduk hingga tepat larut.
- Saring larutan tersebut dengan dengan corong penyaring dan kertas saring lipat ke dalam labu elenmeyer dalam keadaan panas.
- Apabila sampai dingin, maka dipanaskan kembali.
- Tampung filtrat panas di labu elenmeyer dan biarkan hingga dingin.
- Jika belum terbentuk kristal, maka dapat didinginkan di dalam es batu atau di bawah curahan air keran.
- Apabila belum terbentuk juga artinya larutan kurang jenuh, maka dapat diuapkan pelarutnya.
- Jika sudah terbentuk kristal maka lakukan penyaringan dengan corong buchner.
- Keringkan kristal yang didapat sekering mungkin menggunakan oven.
- Lalu timbang beratnya.

2. Sublimasi

- a. Timbang 1 gram kamper kotor diletakkan di dalam cawan porselen.
- b. Kemudian ditutup dengan kaca arloji.
- c. Setelah itu cawan porselen dipanaskan di atas *hotplate* hingga kristal menempel di kaca arloji. Timbang kristal yang menempel pada kaca arloji.

Percobaan 2

1. Pemilihan Pelarut

- a. Masukkan masing-masing 0.5 gram sampel A yang telah dihaluskan ke dalam 6 tabung reaksi.
- b. Tambahkan 2 mL akuades, etanol 95%, etil asetat, aseton, toluen dan heksana pada masing-masing tabung reaksi.
- c. Tabung dikocok dan diamati kelarutan sampel pada suhu kamar, dicatat hasil pengamatan.
- d. Sampel yang tidak larut dipanaskan, lalu dikocok tabung dan dicatat kelarutannya.
- e. Biarkan larutan menjadi dingin dan diamati pembentukan kristalnya.
- f. Lakukan prosedur yang sama untuk sampel B serta ditentukan pelarut yang sesuai untuk rekristalisasi.

2. Rekristalisasi Sampel

- a. Masukkan 0.1 gram sampel A ke dalam Erlenmeyer.
- b. Tambahkan 2 ml pelarut yang sesuai dari hasil prosedur A.
- c. Panaskan campuran perlahan sambil dikocok hingga semua padatan larut, lalu disaring. Erlenmeyer ditutup dan dibiarkan filtrat menjadi dingin.
- d. Setelah larutan berada dalam suhu kamar, siapkan *ice bath* untuk menyempurnakan proses kristalisasi.
- e. Masukkan wadah larutan ke dalam *ice bath* dan diamati pembentukan kristalnya.
- f. Saring kristal dan dicuci dengan sejumlah pelarut dingin menggunakan penyaring Buchner. Lanjutkan penyaringan hingga kering dan timbang bobot kristalnya.

Data Pengamatan

Percobaan 1

Percobaan 2
Pemilihan pelarut

Sampel	Pelarut	Keterangan		Pemananasan		Pengamatan
		L	TL	L	TL	
A	Aseton					
	Etanol					
	n-heksana					
	Etil asetat					
	Aquades					
	toluena					
B	Aseton					
	Etanol					
	n-heksana					
	Etil asetat					
	Aquades					
	toluena					

Rekristalisasi Sampel

Sampel	Pelarut	Keterangan		Pemananasan		Pengamatan	Proses pendinginan
		L	TL	L	TL		
A	Aseton						
	Etanol						
	n-heksana						
	Etil asetat						
	Aquades						
	toluena						
B	Aseton						
	Etanol						
	n-heksana						
	Etil asetat						
	Aquades						
	toluena						

Perhitungan:

Percobaan 1

Rekristalisasi sampel asam benzoat :

a. Berat kertas saring + sampel :

Berat kertas saring :

Massa sampel awal :

- b. Berat Kertas Saring + sampel setelah proses rekristalisasi :
Berat kertas saring :
Massa *recovery* sampel yang tersisa :
Berat kertas saring :
Rendemen: persentase massa *recovery* sampel A yang tersisa dalam massa total sampel awal

Percobaan 2

Rekristalisasi sampel A:

- a. Berat kertas saring + sampel:
Berat kertas saring:
Massa sampel A awal:
- b. Berat Kertas Saring + sampel setelah proses rekristalisasi:
Berat kertas saring:
Massa *recovery* sampel A yang tersisa :
Berat kertas saring :
- c. Rendemen: persentase massa *recovery* sampel A yang tersisa dalam massa total sampel awal

Rekristalisasi sampel B:

- a. Berat kertas saring + sampel:
Berat kertas saring:
Massa sampel B awal:
- B. Berat Kertas Saring + sampel setelah proses rekristalisasi:
Berat kertas saring:
Massa *recovery* sampel B yang tersisa :
Berat kertas saring :
- c. Rendemen: persentase massa *recovery* sampel B yang tersisa dalam massa total sampel awal

Pembahasan

1. Bagaimana prinsip rekristalisasi? Jelaskan!
2. Apakah yang dimaksud dengan pelarut yang cocok dalam proses rekristalisasi? Jelaskan!
3. Bagaimana cara menghilangkan zat pengotor? Mengapa saat melakukan penyaringan dalam keadaan panas?
4. Bagaimana hasil pengamatan dari percobaan ini? Carilah titik didih masing-masing senyawa! dan buatlah pembahasan !

Kesimpulan

PRAKTIKUM V

PEMISAHAN DAN PEMURNIAN ZAT CAIR : DESTILASI

Tujuan

1. Mahasiswa mampu merakit dan menggunakan alat distilasi
2. Mahasiswa mampu memurnikan zat cair dengan menggunakan alat distilasi

Teori

Distilasi merupakan salah satu metoda yang digunakan untuk memurnikan zat cair dengan proses memanaskan dan mendinginkan. Pemurnian zat cair dengan cara distilasi, dilakukan berdasarkan perbedaan titik didih zat tersebut. Hal ini dapat terjadi karena suatu zat terdiri dari molekul-molekul dan atom dimana atom-atom tersebut selalu bergerak bebas. Ketika dipanaskan maka akan ada energi yang diberikan kepada atom-atom tersebut untuk bergerak lebih cepat sehingga dapat melepaskan ikatan-ikatan antar atomnya, yang mengakibatkan wujudnya dapat berubah. Hasil dari distilasi dapat berupa senyawa yang hampir murni atau setengah murni. Distilasi memiliki banyak aplikasi dalam dunia industri, yaitu contohnya adalah digunakan dalam industri perminyakan untuk memisahkan minyak mentah dan dalam industri kimia untuk memisahkan hasil sintesis.

Distilasi sendiri dibagi menjadi tiga yaitu distilasi sederhana, distilasi bertingkat, dan distilasi azeotrop. Distilasi sederhana adalah distilasi yang dilakukan tanpa menggunakan kolom fraksinasi dan biasanya digunakan untuk memisahkan senyawa-senyawa yang memiliki perbedaan titik didih lebih dari 75 °C. Untuk senyawa-senyawa yang memiliki perbedaan titik didih yang tidak terlalu besar, maka distilasi sederhana tidak dapat digunakan. Distilasi bertingkat adalah distilasi yang dilakukan menggunakan kolom fraksinasi dan digunakan untuk memisahkan senyawa-senyawa yang memiliki titik didih berdekatan. Distilasi campuran azeotrop adalah distilasi yang dilakukan pada senyawa-senyawa yang memiliki interaksi antarmolekul yang kuat sehingga sulit untuk dipisahkan.

Destilasi atau penyulingan adalah metode yang banyak digunakan untuk memisahkan campuran berdasarkan perbedaan kondisi yang diperlukan untuk mengubah fase komponen campuran. Untuk memisahkan campuran cairan, cairan dapat dipanaskan untuk memaksa komponen, yang memiliki titik didih berbeda, ke dalam fasa gas. Gas tersebut kemudian dikondensasi kembali ke bentuk cair dan dikumpulkan. Jenis-jenis distilasi yang digunakan:

a. Destilasi Sederhana

Di dalam destilasi sederhana, dasar pemisahannya adalah perbedaan titik didih yang jauh atau dengan salah satu komponen bersifat volatil. Jika campuran dipanaskan maka komponen yang titik didihnya lebih rendah menguap lebih dulu. Selain perbedaan titik didih, perbedaan kevolatilan, yaitu kecenderungan sebuah substansi menjadi gas. Destilasi ini dilakukan pada tekanan atmosfer. Destilasi sederhana dimanfaatkan untuk memisahkan campuran air serta alkohol. Metode ini digunakan untuk memurnikan cairan-cairan yang tidak terurai pada titik didihnya dari pengotor-pengotor non volatil atau memisahkan cairan yang mempunyai perbedaan titik didih paling sedikit antara 70-80 °C.

b. Destilasi Fraksinasi

Destilasi fraksinasi merupakan salah satu destilasi yang berfungsi memisahkan komponen-

komponen cair dari suatu larutan berdasarkan perbedaan titik didihnya. Konstituen dari suatu campuran cairan yang berbeda titik didihnya sekitar 30°C atau lebih dapat dipisahkan dengan teknik ini. Susunan peralatan sama dengan destilasi sederhana, hanya dilengkapi dengan kolom fraksinasi. Aplikasi destilasi varian ini digunakan pada industri minyak mentah, untuk memisahkan komponen-komponen dalam minyak mentah. Perbedaan destilasi fraksinasi dengan destilasi sederhana adalah ada kolom fraksinasi. Di dalam kolom terjadi pemanasan bertahap dengan suhu berbeda setiap plat. Pemanasan yang berbeda-beda bertujuan untuk pemurnian distilat yang lebih dari plat di bawahnya. Semakin ke atas, semakin tidak volatil cairannya.

c. Destilasi Vakum

Destilasi vakum biasanya digunakan jika senyawa yang ingin didestilasi tidak stabil, terdekomposisi sebelum atau mendekati titik didihnya ataupun campuran yang memiliki titik didih di atas 150°C . Aplikasi metode ini digunakan untuk memurnikan cairan organik yang terurai pada atau di bawah titik didih normalnya atau untuk cairan yang mempunyai titik didih sangat tinggi yang sulit dilakukan pada tekanan biasa. Metode ini tidak dapat digunakan pada pelarut dengan titik didih rendah jika kondensor menggunakan air dingin, sebab komponen yang menguap tidak dapat dikondensasi oleh air. Untuk mengurangi tekanan dipakai pompa vakum atau aspirator. Aspirator berfungsi menurunkan tekanan pada sistem atau digunakan *Rotary Evaporator*.

d. Destilasi Uap

Destilasi uap menguapkan senyawa dengan suhu mendekati 100°C dalam tekanan atmosfer yang menggunakan uap atau air mendidih. Destilasi uap digunakan untuk campuran yang tidak larut dalam air, tetapi dapat didestilasi dengan air. Aplikasi destilasi uap untuk mengekstrak beberapa produk alam, seperti minyak eucalyptus dari eucalyptus, minyak sitrus dari citrus atau jeruk, dan ekstraksi minyak parfum yang tumbuhan. Campuran dipanaskan melampaui uap air yang dialirkan ke dalam campuran. Uap dari campuran akan naik menuju kondensor lalu masuk ke labu destilat. Metode ini digunakan untuk memurnikan senyawa organik yang volatil, tidak bercampur dengan air, mempunyai tekanan uap yang tinggi pada 100°C dan mengandung pengotor non volatil.

Alat dan Bahan

Alat:

- | | |
|------------------------|--------|
| 1. Set alat distilasi | 1 set |
| 2. Gelas ukur 10 mL | 1 buah |
| 3. Erlenmeyer 250mL | 1 buah |
| 4. Statif dan klem | 2 buah |
| 5. Kertas saring | 2 buah |
| 6. Batu didih | 4 buah |
| 7. Mantel pemanas | 1 buah |
| 8. Gelas ukur 100 mL | 1 buah |
| 9. Labu alas bulat 250 | 1 buah |

Pembahasan

1. Termasuk destilasi apakah percobaan dalam praktikum ini?
2. Jelaskan proses dekantasi !

Kesimpulan

