



# Praktikum Kimia Organik

## *Skala Kecil*

Program Studi Pendidikan Kimia dan Kimia  
Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Pendidikan Indonesia

## **TIM PENYUSUN**

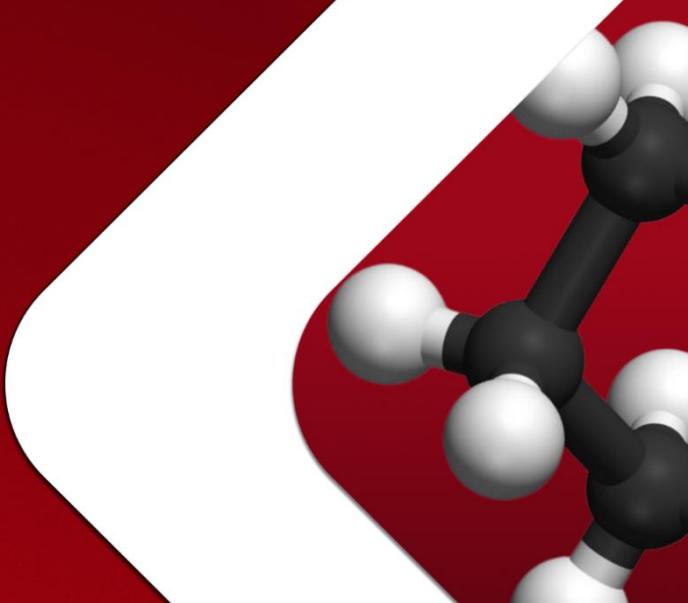
1. Prof. Dr. Asep Kadarohman, M.Si.
2. Triannisa Rahmawati, S.Pd., M.Si.
3. Rosi Oktiani, S.Pd., M.Pd.
4. Febriati Dian Mubarokah, S.Pd, M.Si.P.
5. Vidia Afina Nuraini, M.Sc.
6. Amelinda Pratiwi, M.Si.
7. Prof. Dr. Ratnaningsih Eko Sardjono, M.Si.
8. Dr. Iqbal Musthapa, M.Si.
9. Dr. Siti Aisyah, M.Si.
10. Miarti Khikmatun Nais, S.Pd., M.Pd.
11. Qonita Mu'minah, S.Pd., M.Si P.
12. Rosyidah Syafaatur Rohmah, S.Pd., M.Pd.

## **EDITOR**

Prof. Won Koo Lee (Sogang University)

## **LAYOUTER**

1. Qurrotu Aini Zahran
2. Deliana Amanda



# PRAKATA

Buku Praktikum Kimia Organik Skala Kecil disusun dengan tujuan mendukung implementasi *Sustainable Development Goals* (SDGs) dalam bidang pendidikan, khususnya *Education for Sustainable Development* (ESD). Praktikum Kimia Organik umumnya menggunakan banyak peralatan gelas, bahan kimia yang mudah menguap, mudah terbakar, dan bersifat beracun, serta jumlah pelarut yang banyak, sehingga praktikum kimia organik berbahaya bagi kesehatan dan juga kurang ramah lingkungan. Untuk mengatasi permasalahan praktikum kimia organik telah disusun Buku Praktikum Kimia Organik Skala Kecil, yang menggunakan jumlah bahan kimia sebagai perekensi atau digunakan sebagai pelarut dengan jumlah total kurang dari 3 mL untuk zat yang berwujud cair dan kurang dari 1 gram untuk zat yang berwujud padat. Dengan jumlah perekensi dan pelarut yang digunakan lebih sedikit, praktikum kimia organik lebih aman bagi kesehatan dan lebih ramah lingkungan serta biaya praktikum kimia organik lebih murah.

Pada Buku Praktikum Kimia Organik Skala Kecil dibahas tentang keselamatan kerja di laboratorium, mengenal sifat bahan yang digunakan dalam praktikum kimia organik, mengenal peralatan gelas, identifikasi unsur dan gugus fungsi senyawa organik, pemisahan dan pemurnian senyawa organik, penentuan sifat fisik senyawa organik, isolasi senyawa bahan alam , dan sintesis senyawa organik. Buku Praktikum Kimia Organik Skala Kecil disusun melengkapi *Organic Microscale Kit* yang didesain oleh Universitas Pendidikan Indonesia (UPI) diproduksi oleh IWAKI Glass Indonesia dengan bantuan pembiayaan oleh *Leading University Project for International Cooperation* (LUPIC).

Praktikum kimia organik skala kecil dengan menggunakan *Organic Microscale Kit*, yang didesain sama dengan desain alat yang sebenarnya akan memberikan pengetahuan dan keterampilan yang sama dengan praktikum skala kecil. Praktikum kimia organik skala kecil akan mampu melatih kemampuan keterampilan generik dan proses sains serta meningkatkan kemampuan berpikir kritis dan kreatif.

Semoga dengan terlaksananya Praktikum Kimia Organik Skala Kecil dapat berkontribusi dalam mendukung pencapaian tujuan pembangunan yang berkelanjutan.

Bandung, November 2024

Prof. Dr. Asep Kadarohman, M.Si.

# CONGRATULATORY STATEMENT

Dear My Esteemed Colleagues,

It is with great pride and enthusiasm that I extend my heartfelt congratulations on the successful collaboration between Sogang University and our esteemed Indonesian partners: UPI, UNNES, and UNDIKSHA. The development of the small-scale organic chemistry experiment guidebook represents not just an academic achievement, but a significant step forward in enhancing educational practices and fostering innovation in chemistry education across our institutions.



This initiative, supported by the Department of Education of Korea under the LUPIC program, exemplifies our collective commitment to advancing science education and cultivating a spirit of inquiry among students. I am confident that this guidebook will serve as an invaluable resource for educators and students alike, bridging gaps in practical learning and encouraging a hands-on approach to chemistry environmentally friendly way.

This new small scale organic chemistry laboratory guidebook using a new micro-organic chemistry experimental glassware kit designed by Prof. Asep Kadarohman and produced by Iwaki glassware company. The purpose of the micro-organic chemistry kit is to use minimum amount of chemicals which can contribute to environmental pollution and reduce the danger when there is an accident during experiments.

The purpose of organic chemistry experiments is to train students essentials of basic organic chemistry. Therefore, students have opportunities to become acquainted with many representative organic compounds and, they can observe the properties and characteristics of organic chemicals. Handling micro scale glassware require focus and caution. Therefore, students need to prepare before they come to the laboratory. During experiments students can gain information regarding organic compounds and acquire manipulative skills of small-scale apparatus. Organic chemistry laboratory operations deal with the preparation, purification, and characterization of compounds. Therefore, students who complete this laboratory class will be equipped with high knowledge and skills regarding organic chemistry.

# CONGRATULATORY STATEMENT

Once again, congratulations to everyone involved in this remarkable project! Without their contributions this guidebook could not have been realized. I wish this new guidebook can guide many students to the joyful organic chemistry world.

*December 2024*

**Won Koo Lee**

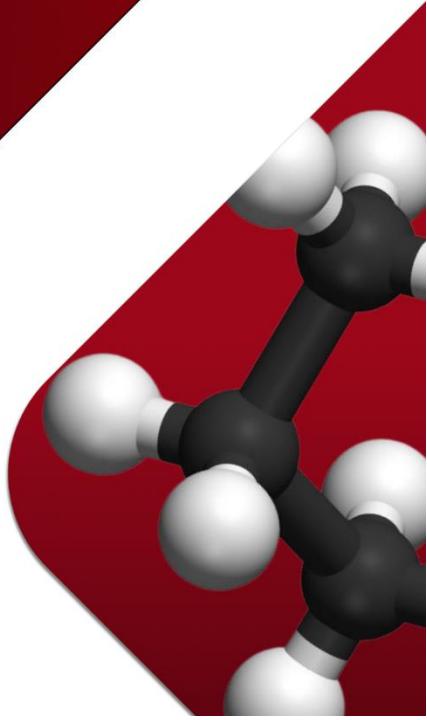
Director, LUPIC

Department of Chemistry, Sogang University

Seoul, Korea

# **ACKNOWLEDGEMENT**

Tim penulis berterima kasih atas dukungan yang diberikan Universitas Pendidikan Indonesia, serta kolaborator kami dalam bentuk konsorsium dengan Leading University Project for International Cooperation (LUPIC), Sogang University, melalui the National Research Foundation of Korea(NRF) funded by the Ministry of Education(MOE), Korea(NRF-2023H1A7A2A02000090), dimana LUPIC telah mendukung penyediaan paket alat Praktikum Kimia Organik dalam bentuk Small Scale Chemistry (ssc) dan lainnya. Serta PT. Iwaki Glass sebagai perusahaan yang memproduksi SSC.



# DAFTAR ISI

PRAKATA .....	i
CONGRATULATORY STATEMENT.....	ii
ACKNOWLEDGEMENT .....	iv
DAFTAR ISI .....	v
DAFTAR GAMBAR .....	ix
DAFTAR TABEL .....	xi
BAB 1. TATA TERTIB KERJA DI LABORATORIUM .....	1
1.1 Tata tertib sebelum bekerja di laboratorium .....	2
1.2 Tata tertib selama bekerja di laboratorium .....	2
1.3 Tata tertib setelah bekerja di laboratorium .....	3
BAB 2. KESELAMATAN KERJA DI LABORATORIUM .....	4
2.1 Pengenalan Jenis Bahaya di Laboratorium .....	5
2.2 Mendeteksi Kemungkinan-Kemungkinan Bahaya .....	5
2.3 Penyebab Bahaya di Laboratorium dan Cara Penggunaannya .....	8
BAB 3. PENGENALAN ALAT DAN KEGUNAANNYA .....	23
3.1 Alat-Alat Laboratorium .....	24
3.2 Alat Pengukur Titik Leleh dan Titik Didih .....	25
3.3 Kalibrasi Alat .....	27
3.4 Cara Kerja Alat .....	28
BAB 4. KETERAMPILAN DASAR PENGGUNAAN DAN PEMELIHARAAN ALAT .....	29
4.1 Cara Memperkecil Sumbat Gabus .....	30
4.2 Cara Memperkecil Sumbat Karet .....	30
4.3 Cara Membagi Sumbat Karet/Gabus .....	30
4.4 Cara Memasukkan Pipa Gelas ke dalam Lubang Sumbat .....	30
4.5 Cara Memasukkan Pipa Gelas dari Sumbat Karet .....	30
4.6 Cara Membuka Pipa Gelas dari Sumbat Karet .....	30
4.7 Cara Memotong Pipa Gelas .....	31
4.8 Cara Membuat Pipa Kapiler .....	31

4.9 Pemeliharaan dan Perawatan Gelas.....	31
4.10 Teknik-Teknik Dasar Percobaan .....	39
4.11 Teknik Mengetahui Bau Zat, Melarutkan/Mengocok, Mengendap Tuangkan dan Menyaring .....	42
4.12 Teknik Memanaskan dan Menguapkan Zat Cair dalam Tabung Reaksi .....	46
4.13 Pemanasan Zat Cair dalam Gelas Kimia .....	46
4.14 Teknik Menimbang dengan Neraca OHAUS .....	47
4.15 Teknik Mengukur Volum dan Mengencerkan .....	48
BAB 5. CARA MEMBUAT JURNAL .....	57
5.1 Format Penulisan Jurnal .....	58
5.2 Format Laporan .....	58
BAB 6. IDENTIFIKASI UNSUR DAN GUGUS FUNGSI .....	59
6.1 Tes Kualitatif Unsur .....	60
6.2 Kelarutan .....	62
6.3 Identifikasi Gugus Fungsi .....	65
BAB 7. PENENTUAN SIFAT FISIK SENYAWA ORGANIK .....	71
7.1 Penentuan Titik Didih .....	72
7.2 Pennetuan Indeks Bias .....	76
7.3 Penentuan Titik Leleh .....	82
7.4 Penentuan Bentuk Kristal .....	89
BAB 8. PEMISAHAN DAN PEMURNIAN SENYAWA ORGANIK .....	89
8.1 Sublimasi .....	98
8.2 Rekrystalisasi Asam Benzoat .....	101
8.3 Distilasi Sederhana .....	105
8.4 Distilasi Fraksinasi: Pemisahan Campuran Etanol- Aseton dengan Metode Distilasi Bertingkat .....	109
8.5 Kromatografi Kertas .....	114
8.6 Kromatografi Kolom .....	118
8.7 Ekstraksi Cair-Cair .....	121
BAB 9. ISOLASI BAHAN ALAM .....	123
9.1 Isolasi kafein dari daun teh (ekstraksi cair-cair): Isolasi Alkaloid Kafein dari Teh dengan Prinsip Salting-Out .....	124

9.2 Isolasi Etil Para-Metoksi Sinamat dari Kencur(Kaemferia Galanga), Sintesis, dan Hidrolisis Senyawa Etil Para-Metoksisinamat .....	125
9.3 Isolasi Asam Miristat dari Biji Pala: Isolasi Lemak dengan Ekstraktor Soxhlet .....	128
9.4 Isolasi Eugenol dari Bunga Cengkeh: Minyak Atsiri dengan Destilasi Uap .....	131
9.5 Isolasi Sinamaldehida Dari Kayumanis:Isolasi dengan Destilasi Uap Dan Penambahan Bisulfit .....	133
9.6 Isolasi Solanina dari Kentang: Isolasi Senyawa Steroid dengan Maserasi .....	135
<b>BAB 10. SINTESIS SENYAWA ORGANIK .....</b>	<b>137</b>
10.1 Sintesis Tersier Butil Klorida dari Tersier Butanol dan Asam Klorida Melalui Reaksi Substitusi Nukleofilik .....	138
10.2 Sintesis Dibenzalaseton dari Benzaldehid dan Aseton Melalui Reaksi Kondensasi Aldol Campuran (Claisen-Schmidt) .....	139
10.3 Sintesis Etil-Asetat dari Asam Asetat dan Etanol Melalui Reaksi Esterifikasi pada Suasana Asam .....	142
10.4 Sintesis Sikloheksena Melalui Reaksi Dehidrasi Sikloheksanol .....	143
10.5 Sintesis Polimer Nilon 610 .....	147
10.6 Asam Oksalat: Oksidasi Sukrosa .....	149
10.7 Asam Asetilsalisilat (Aspirin): Sintesis Zat Padat Melalui Asetilasi .....	151
10.8 Kloroform: Penggunaan Kaporit Dalam Substitusi Elektrofilik .....	154
10.9 Asam Benzoat Dan Benzilalkohol: Reaksi Oksidasi-Reduksi Cannizaro, dan Identifikasinya dengan Spektrometer IR .....	156
10.10 Iodoform: Sintesis Haloform Berfasa Padat .....	159

BAB 11. PRAKTIKUM KIMIA ORGANIK SKALA KECIL .....	152
11.1 Latar Belakang Praktikum Kimia Skala Kecil .....	163
11.2 Manfaat Penggunaan Alat Praktikum Kimia Skala Mikro .....	164
DAFTAR PUSTAKA .....	166
GLOSARIUM.....	167
INDEKS.....	171

# **DAFTAR GAMBAR**

Gambar 2.1	Teori segitiga api.....	11
Gambar 4.1	Jenis-jenis sikat pembersih alat gelas.....	33
Gambar 4.2	Cara membilas kaca arloji.....	34
Gambar 4.3	Cara mengeringkan alat gelas.....	34
Gambar 4.4	Teknik mengeringkan dan alat gelas yang tidak boleh dipanaskan.....	36
Gambar 4.5	Contoh bagian alat gelas yang menggunakan vaselin.....	36
Gambar 4.6	Rangkaian alat destilasi sederhana.....	38
Gambar 4.7	Cara mengambil dan menuangkan zat padat ke-1.....	39
Gambar 4.8	Cara mengambil dan menuangkan zat padat ke-2.....	40
Gambar 4.9	Cara mengambil dan menuangkan zat padat ke-3.....	40
Gambar 4.10	Cara membuka tutup botol.....	41
Gambar 4.11	Cara menuangkan zat cair.....	41
Gambar 4.12	Cara mengetahui bau suatu zat yang benar.....	42
Gambar 4.13	Cara pengocokan sampel.....	43
Gambar 4.14	Cara mengendapkan dilakukan dengan menggunakan alat sederhana sentrifugasi dan hasil dituangkan dengan cara dekantasi....	44
Gambar 4.15	Cara melipat kertas saring.....	45
Gambar 4.16	Cara menyaring sampel.....	45
Gambar 4.17	Teknik memanaskan dan menguapkan zat cair dalam tabung reaksi.....	46
Gambar 4.18	Teknik pemanasan zat cair dalam gelas kimia...	47
Gambar 4.19	Neraca Ohaus.....	48
Gambar 4.20	Cara membaca volume dengan menggunakan gelas ukur.....	49

# **DAFTAR GAMBAR**

Gambar 4.21	Teknik mengambil sampel cair dengan cara menghisap pada alat gelas pipet gondok.....	50
Gambar 4.22	Teknik mempersiapkan buret untuk titrasi.....	52
Gambar 4.23	Teknik membaca volume titran yang digunakan.....	53
Gambar 7.1	Kondisi tekanan udara luar dan tekanan uap zat.....	73
Gambar 7.2	Indeks bias.....	77
Gambar 7.3	Refraktometer Abbe (Bausch and Lomb Abbe 3L).....	79
Gambar 7.4	Diagram refraktometer Abbe yang disederhanakan.....	80
Gambar 7.5	Hasil pengamatan refraktometer.....	80
Gambar 7.6	Skala pada alat refraktometer.....	80
Gambar 8.1	Kurva tekanan uap untuk padatan dan cairan.	99
Gambar 8.2	Cara melliipat kertas saring.....	105
Gambar 8.3	Set alat distilasi.....	107
Gambar 8.4	Set alat distilasi bertingkat.....	109
Gambar 8.5	Macam-macam bentuk kolom fraksinasi.....	110
Gambar 8.6	Diagram fase untuk distilasi bertingkat suatu sistem ideal dengan dua komponen.....	111
Gambar 8.7	Vaporisasi-kondensasi dalam kolom fraksinasi.....	112
Gambar 8.9	Kromatografi lapis tipis.....	116
Gambar 10.1	Kolom kromatografi.....	118
Gambar 10.2	Proses pengambilan nilon 610.....	148
Gambar 11.1	Set alat pemurnian.....	156
	Set alat kit organik skala kecil.....	163

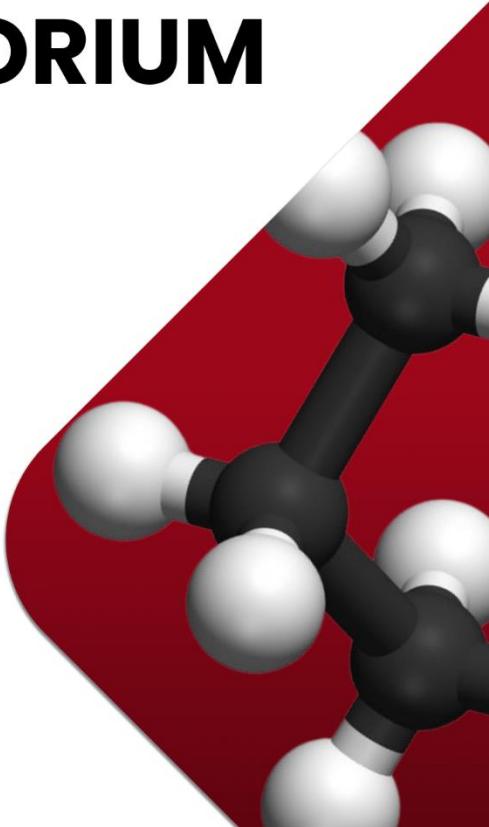
# **DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1 Beberapa contoh tanda bahaya dari suatu bahan kimia.....	8
Tabel 7.1 Titik leleh zat standar.....	86
Tabel 7.2 Hubungan antara titik leleh dan komposisi.....	88
Tabel 10.1 Data titik didih dan kelarutan senyawa.....	145

# **BAB 1**

## **TATA TERTIB KERJA**

## **DI LABORATORIUM**



Laboratorium berbeda dengan ruang kelas karena di laboratorium terdapat banyak bahan-bahan yang berbahaya dan memerlukan penanganan khusus. Oleh karena itu, untuk meningkatkan keselamatan kerja perlu adanya aturan dan tata tertib yang harus dipatuhi oleh setiap orang yang bekerja di laboratorium. Terdapat beberapa hal yang perlu diperhatikan sebelum, saat, dan setelah bekerja di laboratorium.

### **1.1 Tata Tertib Sebelum Bekerja di Laboratorium**

Sebelum bekerja di laboratorium, terdapat beberapa hal yang harus diperhatikan diantaranya:

- a. Membuat jurnal percobaan yang akan dilakukan di laboratorium.
- b. Menyiapkan perlengkapan Alat Perlindungan Diri (APD), meliputi jas lab, kacamata pelindung, sepatu tertutup dengan alas yang tidak licin, dan lain-lain.
- c. Menyiapkan alat-alat kebersihan, seperti lap pembersih, sabun, sikat tabung reaksi, dll.

### **1.2 Tata Tertib Selama Bekerja di Laboratorium**

Beberapa hal yang harus diperhatikan selama bekerja di laboratorium, diantaranya:

- a. Mengisi daftar hadir sebanyak dua kali, sebelum dan sesudah selesai bekerja di laboratorium.
- b. Menggunakan Alat Perlindungan Diri (APD), seperti jas lab, kacamata pelindung, sepatu, dan peralatan lainnya apabila diperlukan.
- c. Tidak diperbolehkan makan, minum, merokok dll.
- d. Menjaga kebersihan meja kerja, lantai, dan lingkungan sekitarnya.
- e. Membuang sampah pada tempat yang sesuai dengan jenisnya. Sampah kaca/gelas dibuang pada tempat yang terpisah dari sampah lainnya.
- f. Limbah larutan dalam pelarut organik seperti alkohol, kloroform, aseton dll., dibuang dengan cara dikumpulkan dalam wadah khusus yang telah disediakan.
- g. Limbah larutan yang menggunakan asam-asam kuat seperti  $H_2SO_4$ ,  $HCl$ , dll., dibuang dengan cara dikumpulkan dalam wadah khusus yang telah disediakan.
- h. Reaksi yang menggunakan zat berbahaya seperti asam kuat dan reaksi yang menghasilkan gas berbahaya dilakukan dalam lemari asam/lemari asap.
- i. Data-data temuan hasil percobaan dituliskan dalam jurnal percobaan.

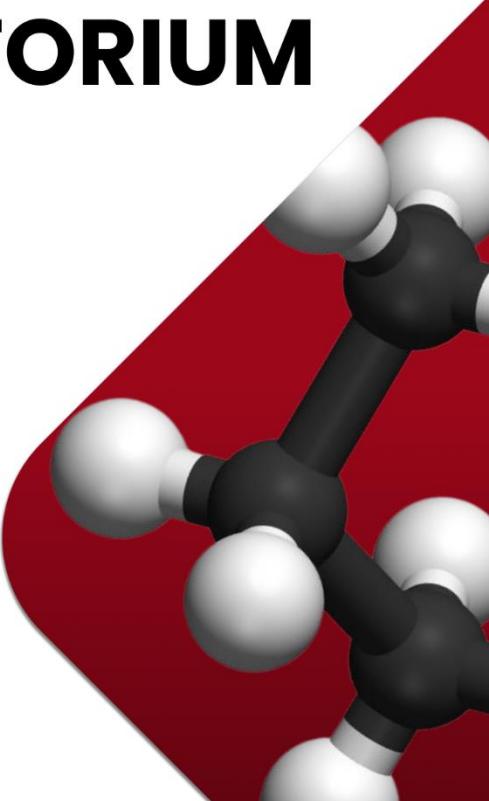
### **1.3 Tata Tertib Setelah Bekerja di Laboratorium**

Beberapa hal yang harus diperhatikan setelah bekerja di laboratorium, diantaranya:

- a. Membersihkan meja kerja dan lantai sebelum meninggalkan laboratorium.
- b. Menyimpan peralatan dalam keadaan bersih dan kering pada tempatnya.
- c. Menyimpan bahan yang digunakan pada tempatnya dalam keadaan tertutup rapat.

# **BAB 2**

## **KESELAMATAN KERJA DI LABORATORIUM**



Keselamatan kerja di laboratorium merupakan hal yang perlu dipahami oleh setiap orang yang bekerja di laboratorium agar dapat bekerja dengan selamat dan terhindar dari bahaya, baik bagi dirinya maupun untuk orang lain. Untuk tujuan tersebut, pada bab ini akan dibahas mengenai bagaimana cara mengelola zat-zat kimia dan peralatan laboratorium serta pertolongan pertama pada kecelakaan.

## 2.1 Pengenalan Jenis Bahaya di Laboratorium

Jenis bahaya yang dapat menimbulkan kecelakaan di laboratorium meliputi:

- a. **Keracunan** yang diakibatkan oleh penyerapan zat kimia beracun (*toxic*) baik melalui oral maupun kulit. Keracunan dapat bersifat akut atau kronis. Akut artinya memberikan akibat yang dapat dilihat atau dirasakan dalam waktu pendek. Misalnya keracunan fenol yang dapat menyebabkan diare atau gas karbon monoksida yang dapat menyebabkan pingsan atau kematian dalam waktu singkat, sedangkan penyerapan bahan kimia yang terakumulasi terus-menerus dan pengaruhnya baru dirasakan setelah waktu yang lama disebut kronis. Contohnya, menghirup uap benzena, kloroform, atau karbon tetraklorida secara terus menerus dapat menyebabkan sakit hati (lever).
- b. **Iritasi** dapat berupa luka, atau peradangan pada kulit, saluran pernapasan dan mata akibat kontak dengan bahan kimia korosif. Bahan kimia yang dapat menyebabkan korosif misalnya asam sulfat, asam klorida, natrium hidroksida, gas klor, amonia dan belerang dioksida.
- c. **Luka kulit** dapat terjadi sebagai akibat bekerja dengan gelas. Kecelakaan ini sering terjadi pada tangan atau mata karena pecahan gelas.
- d. **Luka bakar** atau **kebakaran** biasanya disebabkan kurang hati-hati dalam menangani pelarut-pelarut organik yang mudah terbakar, seperti eter, alkohol dan petroleum eter.

## 2.2 Mendeteksi Kemungkinan-Kemungkinan Bahaya

Pada waktu kita bekerja di laboratorium, kita harus terampil menggunakan seluruh indra untuk mendeteksi serta mengenal gejala-gejala yang berbahaya bagi keselamatan. Hal ini akan mempermudah penghindaran terjadinya kecelakaan di laboratorium. Beberapa cara untuk mengenali tanda-tanda yang mungkin menimbulkan bahaya adalah sebagai berikut:

### **a. Penglihatan**

Asap, bunga api khususnya yang berasal dari peralatan listrik merupakan gejala-gejala pemanasan yang berlebihan dan merupakan suatu bahaya api. Perhatikan keretakan-keretakan atau kerusakan lain yang terlihat khususnya pada barang-barang dari gelas, benda berlapis gelas, kebocoran-kebocoran pada katup, paking serta penutup atau segel. Amati perubahan-perubahan fisik dari bahan kimia seperti perubahan warna, pembentukan gumpalan-gumpalan, pembentukan kristal, gelembung-gelembung maupun buih. Jangan jengukkan kepala untuk melihat isi bejana pada saat mereaksikan atau membuat larutan.

### **b. Pendengaran**

Suara-suara lengkingan atau desisan merupakan peringatan keluarnya gas atau uap akibat tekanan. Suara-suara seperti pukulan-pukulan palu, maupun ketokan-ketokan dalam pipa menunjukkan perubahan tekanan yang amat cepat. Suara-suara tetesan atau percikan dapat digunakan untuk mendeteksi kebocoran pada bejana. Suara-suara gelas pecah atau retak sering berkaitan dengan keretakan pada pipa berlapis kaca, bejana-bejana gelas atau sambungan-sambungan yang diakibatkan oleh tekanan yang berlebihan, benturan-benturan atau karena perubahan-perubahan yang mendadak dalam temperatur (*thermal shock*).

### **c. Perabaan**

Beberapa cara untuk mengenali tanda-tanda yang mungkin menimbulkan bahaya melalui perabaan diantaranya adalah:

- Getaran-getaran yang tidak wajar menandakan adanya perubahan tekanan atau kerja alat yang tidak merata, sebagai akibat alat yang tidak terpasang dengan baik atau tidak seimbang seperti pembebanan sentrifuge yang tidak merata.
- Radiasi panas yang berlebihan dari bejana-bejana reaksi mengindikasikan terjadinya reaksi eksotermik. Pada kasus peralatan listrik atau mesin hal ini menunjukkan beban yang terlalu berlebihan dari yang seharusnya diberikan.

- Kulit yang terasa panas, mengalami iritasi, ataupun gatal-gatal menunjukkan terjadinya kontak dengan bahan-bahan kimia yang bersifat korosif (menimbulkan iritasi serta peradangan pada kulit).
- Bibir atau kulit yang kering menunjukkan terjadinya kontak dengan pelarut-pelarut organik.
- Mata yang terasa sakit, pedih karena iritasi, berair ataupun gatal-gatal diakibatkan oleh kontak dengan debu-debu tertentu atau uap yang pedas (aldehid) yang dapat mencucurkan air mata.
- Kesukaran pernapasan, tercekik, pusing-pusing, maupun lemasnya persendian lutut dapat diakibatkan oleh gas-gas, debu-debu atau uap-uap yang berbahaya.

#### **d. Penciuman**

Untuk mendeteksi adanya bahaya dari zat kimia, dapat dilakukan melalui penciuman. Bau manis (seperti oksida-oksida nitrogen) dapat menyebabkan iritasi pada mukosa. Bau pedas dan terasa mencekik dari ammonia dapat menyebabkan sesak napas. Bau yang pedas dari gas klor dan brom dapat menimbulkan iritasi. Bau-bauan yang manis dan wangi dapat menandakan adanya bahan-bahan organik yakni ester (seperti amil asetat). Senyawa-senyawa organik dari benzena memberikan karakteristik bau-bauan aromatik yang dapat dengan mudah dideteksi. Hidrogen sulfida memiliki bau seperti telur busuk.

Dengan adanya bau tersebut seseorang dapat mendeteksi identitas dari suatu bahan. Jangan sekali-sekali menghirup bahan-bahan kimia dengan sengaja secara langsung. Gunakan tangan anda sebagai kipas (dengan cara mengkibas-kibaskan di atas zat ke arah hidung) untuk membau zat yang ingin diketahui baunya.

#### **e. Pencicipan**

Bahan kimia sama sekali tidak boleh diuji dengan dicicipi, karena praktik ini sangat berbahaya. Apabila ada bahan kimia yang secara tidak sengaja masuk ke dalam mulut, maka perlu segera dicuci dengan air dingin sebanyak-banyaknya paling sedikit selama 15 menit. Beberapa contoh rasa bahan kimia,

seperti rasa masam yang disebabkan oleh asam, rasa pahit yang disebabkan oleh basa, serta rasa manis, tawar yang dikarenakan oksida-oksida nitrogen.

### 2.3 Penyebab Bahaya di Laboratorium dan Cara Penanganannya

Penyebab bahaya di laboratorium dapat dikelompokkan ke dalam tiga kelompok, yaitu: bahan-bahan kimia berbahaya, teknik percobaan, dan sarana lab.

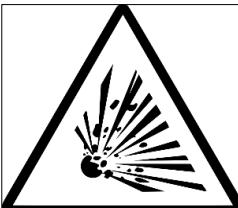
#### a. Bahan-bahan Kimia Berbahaya

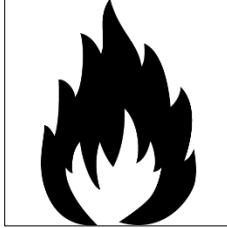
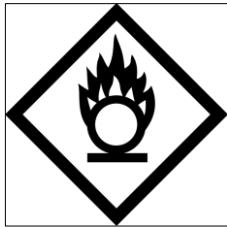
Bahan kimia berbahaya dapat dikategorikan sebagai: bahan kimia beracun (*toxic*), korosif (*corrosive*), mudah terbakar (*flammable*), mudah meledak (*explosive*), oksidator (*oxidizing*), reaktif terhadap air (*water reactive*), reaktif terhadap asam (*acid reactive*), gas bertekanan tinggi (*compressed gases*), dan bahan kimia radioaktif (*radioactive substance*).

- Simbol tanda bahaya

Untuk mempermudah mengenali bahan kimia berbahaya, dapat dilihat dari simbol-simbol tanda bahaya yang terdapat pada label botol/wadah bahan kimia. Suatu bahan kimia dapat mempunyai lebih dari satu simbol tanda bahaya. Tabel 2.1 memperlihatkan beberapa contoh tanda bahaya dari suatu bahan kimia.

**Tabel 2. 1** Beberapa contoh tanda bahaya dari suatu bahan kimia.

Zat Beracun		<i>Toxic</i> (beracun). Berbahaya bagi kesehatan bila terisap, tertelan, atau kontak dengan kulit, dan juga dapat mematikan. Contoh: arsen triklorida, merkuri klorida. Hindari kontak atau masuk ke dalam tubuh, segera berobat ke dokter bila kemungkinan keracunan
Zat Mudah Meledak		<i>Explosive</i> (meledak). Meledak pada kondisi tertentu. Contoh: amonium nitrat, nitroselulosa. Hindari benturan, gesekan, percikan api, dan panas.

Zat Mudah Terbakar		<p><i>Flammable</i> (Mudah terbakar).</p> <p>Zat mudah terbakar meliputi:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• zat terbakar langsung (contoh: aluminium alkil fosfor). Hindari kontak dengan udara.</li> <li>• gas mudah terbakar (contoh: butana, propana). Hindari kontak dengan udara dan hindari sumber api.</li> <li>• zat mudah bereaksi apabila terkena air dan menghasilkan api.</li> <li>• cairan mudah terbakar (contoh: eter, aseton, etanol). Jauhkan dari api.</li> </ul>
Zat Oksidator		<p>Oksidator.</p> <p>Bahaya dapat membakar bahan lain, penyebab timbulnya api atau penyebab kesulitan dalam pemadaman api. Contoh hidrogen peroksida dan kalsium perklorat. Hindari panas serta bahan mudah terbakar dan reduktor.</p>
Zat Korosif		<p>Korosif,</p> <p>Merusak jaringan atau tubuh manusia. Contoh belerang dioksida dan klor. Hindari kontak dengan kulit dan mata.</p>

Zat Iritan		Iritan. Kerusakan kecil pada tubuh atau iritasi terhadap kulit, mata, dan alat pernapasan. Contoh: piridin, amonia, dan benzil klorida. Hindari kontak dengan tubuh atau hindari penghirupan.
------------	--	--

- Bahan kimia beracun

Semua bahan kimia pada dasarnya beracun, akan tetapi bahaya kesehatan bergantung pada jumlah zat tersebut masuk ke dalam tubuh.

Bahan kimia dapat masuk ke dalam tubuh melalui tiga saluran, yaitu:

- Melalui mulut atau tertelan. Hal ini jarang terjadi kecuali kesalahan memipet dengan mulut atau makan dan minum di laboratorium.
- Melalui kulit. Misalnya anilin, nitrobenzena, fenol, dan asam sianida.
- Melalui pernapasan. Gas, debu, dan uap seperti  $\text{SO}_2$ ,  $\text{Cl}_2$ , gas HCN,  $\text{H}_2\text{S}$ , uap Pb, dan Zn akan masuk ke dalam darah kemudian terdistribusi ke seluruh organ tubuh.ska

Untuk menghindari keracunan tersebut, beberapa zat perlu perlakuan:

- percobaan dilakukan dalam lemari asam/asap,
- diperhatikan sirkulasi udara di ruangan kerja,
- memakai alat pelindung pernapasan (masker),
- memakai sarung tangan (*gloves*), dan
- kacamata pelindung (*goggles*).

- Bahan kimia korosif/iritan

Bahan kimia ini dapat merusak peralatan logam. Bila terkena kulit dapat menimbulkan kerusakan berupa rangsangan atau iritasi dan peradangan kulit. Asam sulfat pekat dapat menimbulkan luka yang sukar dipulihkan.

- Contoh bahan korosif cair, yaitu:  $\text{HNO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{HCOOH}$ ,  $\text{CH}_2\text{ClCOOH}$ ,  $\text{CS}_2$ , hidrokarbon terklorinasi.

- Contoh bahan korosif padat, yaitu: NaOH, KOH, CaO, Ca(OH)<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>O.xSiO<sub>2</sub>, CaC<sub>2</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH, Na, K, P, AgNO<sub>3</sub>.
- Contoh bahan korosif gas: NH<sub>3</sub>, HCl, HF, SO<sub>2</sub>, Cl<sub>2</sub>, Br<sub>2</sub>, PCl<sub>5</sub>.

Bahaya zat korosif dapat dicegah dengan menghindarkan kontak dengan tubuh. Alat proteksi yang perlu digunakan adalah sarung tangan, kacamata pelindung, dan pelindung muka. Pertolongan pertama selalu dilakukan dengan mencuci bagian yang terkena dengan air yang cukup banyak, sebelum dibawa ke dokter.

- Bahan kimia mudah terbakar

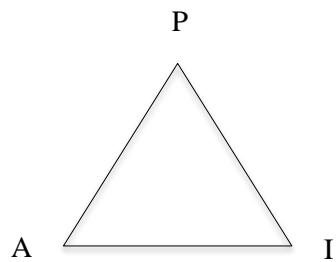
Berdasarkan teori segitiga api

**Gambar 2.1**, kebakaran dapat terjadi apabila tiga faktor yaitu A (bahan mudah terbakar), P (panas atau energi yang cukup), dan I (oksigen yang cukup) berada bersamaan. Dalam lab, oksigen tidak dapat dihindakan. Untuk menghindari kebakaran, dapat dilakukan dengan cara mencegah adanya pertemuan antara panas atau sumber penyalaan dan bahan mudah terbakar. Sumber penyalaan dapat berasal dari api, logam bersuhu tinggi (permukaan pemanas), reaksi eksotermis, dan loncatan listrik. Bahan-bahan kimia yang mudah terbakar seperti:

- Padat: S<sub>8</sub>, P<sub>4</sub>, hidrida logam, Na, K.
- Gas: hidrogen, asetilen.
- Cair: eter, alkohol, metanol, n-heksana, benzena, aseton, pentana.

Urutan tindakan yang harus dilakukan bila terjadi kebakaran di lab:

- Menolong korban ✓
  - ✓ Luka bakarnya kecil, dibasahi air mengalir,
  - ✓ Rambut yang terbakar disiram dengan air atau ditutup dengan lap yang telah dibasahi,
  - ✓ Pakaian korban terbakar, jangan lari-lari tetapi berguling di atas lantai atau ditutup dengan lap basah, akan lebih baik lagi memakai selimut kebakaran,



**Gambar 2.1** Teori segitiga api.

- ✓ Luka bakar sebaiknya minta diobati oleh tenaga medis.
- Melaporkan terjadinya kebakaran kepada pemadam kebakaran setempat
- Batasi lingkup kabakaran
  - ✓ Tutup keran gas
  - ✓ Matikan saklar listrik utama
  - ✓ Singkirkan bahan-bahan mudah terbakar
  - ✓ Jika kebakaran di ruang asam/asap, matikan kipas ruang asam/asap
- Padamkan kebakaran dengan pemadam kebakaran (kebakaran skala kecil)

### b. Teknik Percobaan

Sumber bahaya lain yang terjadi di laboratorium dapat diakibatkan oleh kesalahan teknik bekerja. Beberapa contoh yang berhubungan dengan aspek ini adalah:

- Banyak peralatan yang tidak diperlukan berada pada meja praktikum. Simpanlah kelebihan peralatan tersebut pada lemari alat.
- Mengarahkan tabung reaksi yang sedang dipanaskan ke badan atau teman di dekatnya.
- Melubangi sumbat karet tanpa dibasahi dahulu dengan air dan sebagai tumpuannya menggunakan telapak tangan. Memasukkan pipa kaca ke dalam sumbat karet tanpa memakai kain lap, tanpa dibasahi air, sumbat. dan cara memegang pipa kacanya agak jauh dari permukaan
- Memasukkan selang karet pada pipa kaca tanpa memakai kain lap dan tanpa diolesi vaselin
- Memindahkan zat ke botol reagen bermulut kecil tanpa menggunakan batang pengaduk sebagai pengalir atau corong
- Melarutkan atau mereaksikan zat pada alat gelasa yang tidak tahan panas (misalnya gelas ukur).
- Memanaskan pelarut organik dengan api terbuka (gunakan panangas air untuk pelarut dengan titik didih dibawah 100 °C). Untuk bahan tidak mudah terbakar pemanasan selalu menggunakan kawat kasa.

- Pekerjaan destruksi sering mengundang bahaya di samping bahannya berbahaya juga dilakukan pada suhu tinggi. Untuk melakikan pekerjaan ini sebaiknya mengikuti prosedur secara seksama, percobaan dilakukan dalam lemari asam dan hati-hati membuka dan menutup lemari asam, lindungi diri dengan kaca pelindung dan sarung tangan.
- Pekerjaan destilasi sering menimbulkan bahaya. Terutama loncatan (bumping) cairan pada labu sehingga dari awal harus dimasukkan batu didih. Bahaya kedua lepasnya selang dari pendingin Liebig, di samping mengakibatkan banjir juga uap cairan dapat berhamburan ke dalam ruangan. Karena itu pilihlah labu didili yang kuat dan selang harus diikat kawat.
- Pengukuran cairan dengan pipet. Gunakan pipet filler (bola karet isap) itu lebih aman
- Penggunaan pendingin es kering dan gas nitrogen. Keduanya dapat membakar dan menggigit kulit. Karena itu jika bekerja dengan bahan kimia ini harus memakai sarung tangan dan pelindung mata.
- Perlakuan terhadap silika (gel, asbes, dan gelas wool). Silika dalam bentuk partikel-partikel kecil dapat terserap ke dalam paru-paru dan dapat menyebabkan penyakit silikosis. Bubuk halus gelas wool dapat masuk ke dalam kulit. Karena itu gunakan penjepit logam atau plastik untuk mengambil gelas qool
- Perlakuan terhadap air raksa, Bekerja dengan termometer, manometer, atau polarograf selalu menggunakan air raksa. Hati-hati karena air raksa beracun Tetesan air raksa meloncat tanpa dapat kita lihat, dan pecah berhamburan di atas meja. Sebaiknya daerah kerja air raksa perlu dipasang dulang berisi air Bila sudah berserakan di lantai tebarkanlah serbuk logam seng agar tetangkap membentuk amalgam.
- Bekerja dengan peralatan UV atau sinar-X. Cahaya UV dapat merusak kornea mata terlebih lebih peralatan menggunakan sinar-X. Karena itu bekerja dengan alt ini perlu menggunakan pelindung mata yang menyerap radiasi tersebut.

### c. Sarana Lab

Tiga jenis sarana lab yang sangat penting untuk memperlancar kegiatan lab yaitu gas, air, dan listrik. Ketiga sarana tersebut dapat menimbulkan kerusakan dan kecelakaan apabila tidak dijaga penggunaannya dengan baik. Gas dapat menimbulkan kecelakaan akibat kebocoran dari sambungan selang atau dari pembakar. Periksa setiap kali akan praktikum. Hindari kran terbuka setelah bekerja. Pipa utama menuju lab harus dilengkapi kran di luar lab dan diketahui oleh staf dan pembimbing praktikum. Sebelum kran utama dibuka, semua kran pada meja praktikum atau bunsen barus ditutup.

Air sangat penting untuk mencuci peralatan gelas, pendingin, pemanas, dan untuk pemadam api. Kecelakaan terputusnya air dapat menimbulkan kebakaran khususnya jika di lab ada orang yang sedang melakukan destilasi. Sebagaimana penanganan gas, hindarilah kran air dalam keadaan terbuka setelah bekerja. Kelalaian ini dapat menyebabkan banjir.

Listrik di lab digunakan untuk penerangan, pemanasan, dan sumber tenaga peralatan. Bahaya utama adalah sengatan listrik, hubungan pendek, dan loncatan api. Karena itu lab kimia harus selalu diperiksa oleh ahli listrik secara khusus. Staf pengelola lab harus mengetahui jaringan listrik yang ada di labnya. Tuliskanlah besarnya tegangan dari masing-masing stop kontak (110 V atau 220 V) untuk menghindari rusaknya peralatan yang menggunakan sumber listrik. Padamkan aliran listrik setelah selesai keberja. Kebakaran karena listrik tidak diperbolehkan menggunakan pemadam kebakaran air atau busa karena akan menimbulkan buhungan pendek.

### d. Pengelolaan Zat-Zat Kimia

- **Zat-zat yang korosif**

Zat kimia yang korosif antara lain sulfida, asam klorida, asam nitrat, kalium hidroksida dan natrium hidroksida. Jika zat tersebut mengenai kulit sifat korosif segera tampak, zat tersebut merusak kulit. Cara yang paling efektif bila zat yang korosif mengenai kulit ialah dengan cara menyirami bagian yang terkena dengan air dingin secara terus menerus. Setiap zat yang korosif berbahaya bila kena mata, oleh karenanya bila dalam percobaan ada kecenderungan terjadi percikan zat yang korosif, diharuskan menggunakan

kacamata pelindung. Jika akan menuangkan zat korosif sebaiknya di lemari asam dan yang beralaskan nampan plastik, sehingga kalau ada zat yang tercecer tidak merusak lantai atau meja.

- **Zat beracun**

Banyak zat kimia beracun yang tak memperlihatkan sifat korosif. Zat kimia beracun ada yang berbentuk uap dan ada pula yang berbentuk cairan. Zat yang berwujud uap beracun antara lain ialah : uap benzen, asam sianida, karbon tetraklorida, anilin, nitrobenzena, dan gas-gas nitro. Penggunaan ventilasi dan lemari asam sangat diperlukan jika bekerja dengan zat-zat beracun. Selain dalam keadaan uap beracun, zat beracun terdapat pula dalam keadaan sebagai cairan beracun. Di samping itu masih banyak lagi zat cairan beracun lainnya. Jika cairan zat organik terkena kulit, cairan tersebut biasanya diabsorbsi. Tindakan yang paling efektif bila kulit terkena cairan beracun ialah dengan cara menuangkan air kepada bagian yang terkena zat secara cepat dan dengan jumlah air yang cukup banyak, kemudian diberi sabun dan dicuci dengan air hangat. Hindarkan penggunaan larutan organik untuk mencuci zat organik yang terpercik kebagian kulit.

Untuk menghindarkan kecelakaan akibat zat beracun/korosif, hal-hal berikut merupakan ketentuan yang harus diperhatikan: jangan memipet zat yang korosif atau beracun dengan mulut, jangan mencoba mencicipi bahan laboratorium, jangan menggunakan alat laboratorium untuk minum, meskipun kelihatan bersih, dan jangan merokok atau makan dalam laboratorium.

- **Zat cair organik yang mudah terbakar**

Kebanyakan zat organik mudah terbakar misalnya: benzen, metanol, etanol, aseton, ester, dietileter dan pertroleum eter. Zat-zat tersebut banyak digunakan dalam kegiatan destilasi, kristalisasi, ekstraksi dan kromatografi. Untuk menghindarkan kecelakaan akibat zat yang mudah terbakar, jangan menyalaikan api dekat dengan zat-zat yang mudah terbakar. Tutup kembali botol-botol zat organik dengan rapat setelah digunakan.

- **Pencegahan kecelakaan dalam laboratorium**

- Gunakan kaca mata pengaman pada waktu melakukan praktikum.
- Hendaknya mengetahui dengan tepat letak tabung karbon dioksida dan penggunaannya untuk memadamkan kebakaran. Bila tiba-tiba terjadi api, padamkan semua aliran listrik dan gas. Gunakan gas karbon dioksida sebagai pemadam. Air dapat digunakan untuk memadamkan zat padat yang terbakar, misalnya kayu atau kertas yang terbakar. Jangan menggunakan air untuk memadamkan cairan yang terbakar, karena sebagian besar zat organik tidak larut/sedikit larut dalam air. Zat cair organik kebanyakan memiliki berat jenis yang lebih ringan daripada air sehingga zat cair yang terbakar akan mengapung di atas permukaan air. Kain asbes biasanya tersedia dalam laboratorium digunakan untuk memadamkan api dengan cara menutupkannya pada api kemudian di atasnya disemprotkan gas karbon dioksida. Jika ada anggota badan yang terbakar bagaimanapun kecilnya harus segera mendapat perawatan medis dari yang berwenang.
- Jangan memanaskan suatu alat yang sama sekali tertutup kecuali pada beberapa alat tertentu yang biasanya disertai petunjuk tersendiri.
- Jangan memanaskan suatu tempat berisi senyawa organik dengan api langsung. Pelarut organik harus dipisahkan dengan cara destilasi dan bukan dengan cara penguapan dalam udara terbuka.
- Jika merekrystalisasi zat padat organik dari cairan organik yang mempunyai titik didih di bawah 100°C hendaknya dilakukan hal-hal sebagai berikut:
  - ✓ Pada waktu pemanasan harus menggunakan labu yang dilengkapi dengan pendingin (refluks).
  - ✓ Pemanasan dilakukan di atas penangas air.
  - ✓ Api pembakar harus dipindahkan pada tempat yang aman jika akan menambahkan pelarut yang mudah terbakar.
- Jika memanaskan cairan pada saat merefluks atau destilasi tambahkan sedikit batu didih sebelum refluks dimulai, untuk menghindari pemanasan yang terlalu tinggi dan loncatan yang timbul. Jangan sekali-kali menambahkan batu didih dalam larutan yang mendidih.

Penambahan batu didih dalam keadaan percobaan sudah jalan bisa dilakukan dengan cara memadamkan api terlebih dahulu. Kemudian biarkan larutan menjadi dingin di bawah temperatur titik didihnya sebelum menambahkan batu didih.

- Matikan api jika hendak melakukan kegiatan filtrasi (penyaringan), ekstraksi dengan menggunakan pengocokan corong pisah, menuangkan cairan dari satu tempat ke tempat yang lain.
- Jika mengocok cairan dalam corong pisah, secara periodik tekanan uap dalam corong harus dikurangi. Hal tersebut perlu diperhatikan terutama kalau mengekstraksi dengan menggunakan eter, aseton dan zat cair lain yang memiliki titik didih yang rendah.
- Jika menggunakan pendingin air dalam destilasi atau refluks, aliran air harus berjalan baik supaya hasil yang diharapkan dapat dicapai.
- Disamping hal-hal yang telah disebutkan di atas masih banyak zat kimia yang dapat memberikan pengaruh secara perlahan bila tersentuh kulit atau terhirup melalui pernapasan, misalnya zat kimia karsinogen. Oleh karena itu bila bekerja dalam laboratorium:
  - ✓ Harus membiasakan rapi dalam mengelola zat-zat kimia.
  - ✓ Jika menggunakan suatu pereaksi tertentu untuk pertama kali, harus dicari penjelasan terlebih dahulu mengenai sifat pereaksi tersebut melalui pembimbing atau buku teks, apakah bersifat racun, mudah terbakar dan sebagainya.

- **Pertolongan pertama pada kecelakaan dalam laboratorium**

Bekerja dalam laboratorium memerlukan ketelitian dan kecermatan untuk menghindari kecelakaan yang mungkin dapat terjadi. Kecelakaan dalam laboratorium dapat terjadi karena salahnya perlakuan terhadap zat-zat yang mudah menguap atau yang beracun. Oleh karenanya dalam laboratorium perlu dilengkapi dengan kotak obat untuk pertolongan pertama yang berisi:

- Pembalut untuk segala ukuran
- Kain pendukung, gunting, jarum, benang dan peniti

- Obat-obatan yang paling sedikit meliputi: vaselin, serbuk asam borat, serbuk natrium bikarbonat, serbuk kloramin T, serbuk sulfa piridin, salep butesin pikrat, salep akrivlafin.
- Botol-botol yang berisi: asam asetat satu persen, asam borat satu persen, larutan natrium bikarbonat jenuh, larutan natrium bikarbonat satu persen, gliserin, petroleum eter dan desinfektan misalnya Detol.

Kecelakaan dapat terjadi diantaranya karena terbakarnya zat atau cairan yang bersifat mudah terbakar. Senyawa yang mudah sekali menguap seperti dietileter, karbondisulfida, aseton dan benzen tidak boleh dipanasi dengan pemanasan langsung dengan api. **Kesalahan** yang sering dilakukan oleh orang yang belum berpengalaman adalah memanaskan senyawa yang mudah menguap dalam suatu cawan yang kemudian dipanasi dengan api. Prosedur yang benar adalah memanaskan zat cair yang mudah menguap itu dengan menggunakan pendingin refluks dan menggunakan penangas air atau penangas listrik.

Beberapa tindakan yang dapat dilakukan untuk pertolongan pertama di laboratorium meliputi:

- Kebakaran

Apabila terjadi kebakaran, matikan semua keran gas, dan aliran listrik. Pindahkan semua zat yang mudah terbakar. Api yang masih kecil misalnya pada pemanasan cairan dalam gelas piala atau dalam suatu labu tertentu, atau api yang terjadi karena penangas minyak yang terbakar, biasanya dapat dipadamkan dengan cara menutup permukaan labu atau penangas yang terbakar itu dengan lap basah atau pasir. Oleh karenanya perlu ada persediaan tempat berisi pasir yang kering dalam laboratorium untuk keperluan tersebut. Sekali pasir itu sudah digunakan, selanjutnya harus dibuang dan jangan digunakan lagi, karena kemungkinan sudah mengandung zat cair yang mudah terbakar. Meskipun pasir pada umumnya dapat digunakan sebagai pemadam api yang efektif, namun menimbulkan hal-hal yang juga merugikan misalnya saja zat yang sedang direaksikan tentu tidak dapat digunakan lagi karena tercemarnya pasir tersebut. Di samping itu sering pula

menimbulkan kerusakan pada gelas karena beratnya pasir. Jika api ternyata sudah besar, gunakan tabung pemadam kebakaran (biasanya berisi karbon dioksida). Minyak atau zat organik yang terbakar jangan dipadamkan dengan cara menyiramnya dengan air karena tindakan itu justru akan membuat api meluas, campuran pasir dan natrium bikarbonat akan memadamkannya dengan sangat efektif.

- Luka bakar

Penanganan luka bakar akibat kecelakaan di laboratorium disesuaikan dengan faktor penyebab luka bakar tersebut.

- ✓ Luka bakar karena panas (misalnya api, atau benda yang panas)

Untuk luka yang ringan di mana kulitnya tidak terkelupas dapat diberi salep butesin pikrat. Jika luka lebih berat segera minta pertolongan dokter.

- ✓ Luka bakar karena suatu asam

Segera cuci dan siramkan air terus menerus kepada bagian yang kena asam. Selanjutnya cucilah dengan larutan natrium bikarbonat jenuh dan kemudian dengan air. Untuk luka yang lebih parah, setelah tindakan di atas, selanjutnya bersihkan bagian luka dengan desinfektan, keringkan, kemudian berilah salep akriflavin.

- ✓ Luka bakar karena basa

Segera cuci dengan air yang banyak pada bagian yang kena basa itu, kemudian siram dengan asam asetat satu persen dan selanjutnya dengan air. Untuk luka yang lebih parah setelah melakukan tindakan di atas, siramlah dengan desinfektan, kemudian keringkan dan berikan salep akriflavin.

- ✓ Luka bakar karena brom

Cuci bagian yang terkena brom dengan petroleum eter. Kemudian oleskan gliserin untuk beberapa saat. Setelah dibersihkan dari gliserin, oleskan salep akriflavin atau salep butesin pikrat.

- ✓ Luka bakar karena natrium

Bila masih terlihat adanya potongan logam natrium, ambilah potongan logam tersebut dengan penjepit. Segera cuci dengan air

- pada bagian yang terkena logam itu kemudian cuci dengan asam asetat satu persen selanjutnya olesi dengan salep akriflavin.
- ✓ Luka bakar karena fosfat pada kulit  
Cucilah dengan air kemudian olesi larutan perak nitrat 1%.
  - ✓ Luka bakar karena zat organik lain pada kulit  
Cucilah dengan alkohol, kemudian dengan sabun dan terakhir cuci dengan air hangat.
  - ✓ Luka karena pecahan gelas  
Jika luka yang terjadi ringan saja, biarkan sebentar darah keluar. Amatilah apakah ada pecahan gelas yang tertinggal. Jika tidak ada, cucilah luka tersebut dengan desinfektan kemudian pasanglah pembalut. Jika luka cukup parah, segera mintalah bantuan dokter.
  - ✓ Kecelakaan pada mata  
Jika mata terkena zat-zat kimia atau terkena benda lainnya. Setelah dilakukan pertolongan pertama, selanjutnya yang harus dilakukan pemeriksaan oleh dokter terhadap mata tersebut. Untuk kasus khusus pada mata, beberapa hal perlu perlakuan khusus.
    - Mata kena asam  
Bila asam itu encer, cucilah mata dengan larutan natrium bikarbonat satu persen dalam cawan yang bersih. Bila asam itu pekat cucilah mata itu dengan air yang banyak, kemudian cuci dengan larutan bikarbonat satu persen.
    - Mata terkena basa  
Lakukan cara yang sama seperti bila mata terkena asam. Selanjutnya sebagai pencuci gunakan larutan satu persen asam borat.
    - Mata terkena air brom  
Cucilah segera dengan air kemudian dengan larutan satu persen natrium bikarbonat.
    - Percikan gelas pada mata

Keluarkan pecahan gelas dengan pincet atau dengan cara mencuci mata dengan air dalam pinggan. Kemudian segera minta pertolongan dokter.

✓ Menolong yang terkena aliran listrik

Matikan arus listrik. Apabila tidak mungkin, tarik penderita ke luar dengan bahan yang tidak menghantar arus, seperti kain yang kering, tongkat, potongan kayu atau potongan karet. Apabila penderita sudah dikeluarkan dan pernapasan lemah atau terhenti, segera berikan pernapasan buatan.

✓ Menolong yang terkena gas

Dalam usaha menolong seseorang yang terkena gas, jangan memasuki ruangan yang mengandung gas berbahaya itu kecuali apabila mengenakan perlengkapan pernapasan. Pindahkan penderita ke udara segar dan longgarkan pakaian-pakaiannya terutama leher dan pinggang. Baringkan di bawah (jangan tinggalkan dia jauh-jauh). Apabila pernapasannya melemah atau terhenti berikan pernapasan buatan. Usahakan suhu badan penderita tetap hangat selanjutnya periksa oleh dokter. Jangan memberikan obat-obat perangsang. Jika anda sendiri yang terkena, anda akan merasakan gejala-gejala: sakit kepala dan mual, persendian terasa lemas, jantung berdebar-debar dan sesak napas. Bila anda mengalami gejala-gejala di atas, peringatkan orang di sekitar anda dan segera keluar ruangan mencari udara segar.

✓ Pernapasan buatan metode dari mulut ke mulut

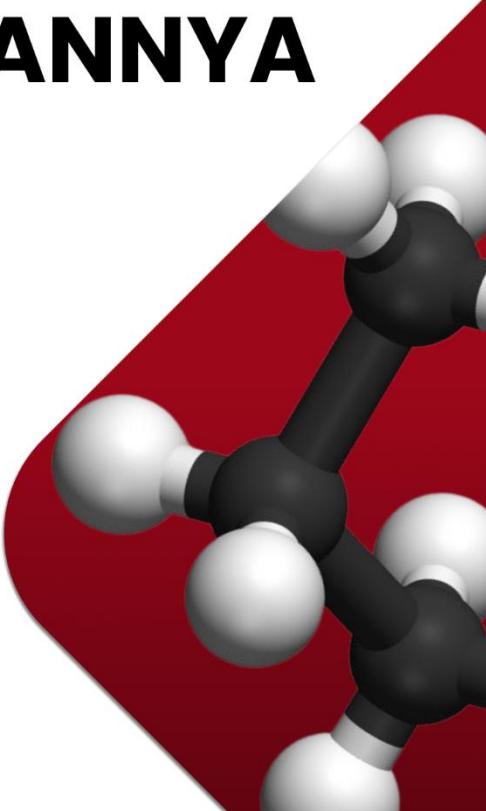
Pindahkan penderita dari tempat kecelakaan ke udara segar dan mulailah segera melakukan pernapasan buatan. Setiap waktu yang hilang akan menghilangkan kesempatan.

- Baringkan penderita terlentang.
- Buka rahangnya dan bersihkan mulutnya dari benda yang menyumbat. Julurkan lidahnya ke luar, apabila lidah tersebut tertarik ke belakang dan menyumbat kerongkongannya.

- Miringkan kepalanya ke belakang dan sangga bagian tengukunya.
- Pijit hidung untuk menutup cuping hidungnya.
- Ambil napas dalam-dalam dan buka mulut anda lebar-lebar.
- Tempatkan bibir anda rapat-rapat pada sekeliling mulutnya.
- Tiup ke dalam mulutnya sampai paru-parunya terisi, lihat apakah dadanya menaik.
- Lepaskan mulut anda.
- Perhatikan apakah dadanya menurun pada saat paru-parunya mengempis.
- Ulangi keseluruhan proses di atas (2-9) sampai kira-kira 6 kali secepat mungkin, kemudian ulangi keseluruhan proses dengan laju 10 sampai 12 kali per menit. Apabila mulut penderita tidak dapat dibuka, atau mulut tersebut tidak dapat dengan tepat ditutup dengan bibir anda maka sebaiknya mulut penderita ditutup dan prosedur yang sama diberikan dengan meniupkannya melalui hidung penderita.

# **BAB 3**

## **PENGENALAN ALAT DAN KEGUNAANNYA**



### **3.1 Alat-Alat Laboratorium**

Peralatan yang digunakan di laboratorium Kimia Organik pada dasarnya dapat dibagi dalam 3 katagori alat, yaitu:

- a. **Alat-alat pembantu**, seperti alat pemotong, peruncing, pelubang dll.
- b. **Alat-alat gelas** yang dapat dibagi lagi menjadi:
  - Alat gelas mandiri, yang bisa digunakan sendiri-sendiri, contohnya tabung reaksi, gelas kimia, labu dll.
  - Alat gelas rakitan, yang dalam penggunaannya harus dirangkai dengan alat lainnya, seperti alat destilasi, alat soxhlet dll.
- c. **Alat elektronik**, yang menggunakan tenaga listrik dalam operasionalnya, contohnya pemanas listrik, *magnetic stirrer*, alat spektroskopi dl.

Proses melaksanakan percobaan di laboratorium Kimia Organik ada beberapa tahap pekerjaan, yaitu:

- a. Penimbangan dan pengukuran, dapat menggunakan alat timbangan manual dan elektronik.
- b. Reaksi kimia.
- c. Isolasi dan pemurnian produk
- d. Identifikasi produk

Selama berlangsungnya proses reaksi kimia, ada beberapa tindakan yang harus diberikan pada reaksi kimia tersebut, yaitu:

#### **a. Pengocokan**

Reaksi kimia harus berlangsung dalam keadaan homogen, oleh karena itu pengocokan suatu campuran yang heterogen sangat dibutuhkan. Ada beberapa cara pengocokan, yaitu menggunakan:

- Batang pengaduk, untuk reaksi yang berlangsung dalam keadaan terbuka.
- *Mechanical stirrer*, untuk larutan pekat dan banyak mengandung zat padat.
- *Magnetic stirrer*, untuk larutan yang agak encer.

#### **b. Permanasan**

Sering terjadi reaksi harus berlangsung pada suhu tinggi, yaitu dengan cara dipanaskan. Untuk itu ada beberapa cara pemanasan reaksi kimia, yaitu pemanasan dengan:

- Pembakar Bunsen
- *Electric hot plate*, termasuk:
- *Heating mantle*
- *Heating magnetic stirrer*
- *Electric water bath*

**c. Pendinginan**

Kadang-kadang juga reaksi harus terjadi dalam suhu rendah, untuk itu biasanya digunakan penangas es (0-5°C), es dengan garam (-5 sampai-18°C) dll.

**d. Mengatur atmosfer reaksi kimia**

Untuk reaksi kimia yang sangat sensitif, lingkungan udara reaksi kimia harus dilindungi dari:

- Cahaya matahari, maka alat harus ditutupi dengan kertas hitam.
- Kontak dengan air yang ada di udara, untuk itu alat harus ditutup kondensor yang berisi silikagel.
- Kontak dengan oksigen dan senyawa lain yang ada di udara, maka reaksi harus dialiri gas lain yang inert seperti gas helium, argon atau nitrogen.
- Masalah Isolasi dan Pemurnian serta Identifikasi senyawa akan dikerjakan pada bab tersendiri.

**3.2 Alat Pengukur Titik Leleh dan Titik Didih**

Alat pengukur titik leleh dan titik didih telah mengalami perkembangan, mulai dari alat Tile dan Melting Block, kemudian *Kofler Hot Bench* atau *Microscope Hot Stage* yang menggunakan mikroskop. Akhir-akhir ini di Laboratorium Kimia Sintesis UPI telah datang alat baru produksi Sibata Scientific Technology Model MEL-270, yang merupakan modifikasi alat-alat pendahulunya.

Alat ini dapat digunakan untuk menentukan titik leleh (TL), juga bisa didesain untuk mengukur titik didih (TD) suatu senyawa. Minyak silikon dipakai sebagai media penangas yang dilengkapi dengan kipas pengaduk untuk meratakan pemanasan. Untuk melihat melelehnya sampel dengan jelas, alat ini juga dilengkapi dengan kaca pembesar. Berikut adalah cara mengoperasikan alat pengukur titik leleh dan titik didih.

- Pasang alat-alat seperti terlihat dalam gambar di atas.
- Cara mengisi minyak penangas, (silikon oil, parafin, gliserol, dll), semua alat harus dalam keadaan OFF:
  - Angkat kipas pengocok ke atas.
  - Buka klem pemanas, kemudian keluarkan termometer dan elemen pemanas. Hati-hati jangan sampai merusak elemennya.
  - Masukkan minyak penangas sampai batas yang tertera.
  - Masukkan lagi elemen pemanas, kemudian kuatkan dengan klem.
  - Turunkan kembali posisi pengocok, sehingga ketinggian kipas berada kira-kira 2 cm dibawah permukaan minyak.
  - Masukkan termometer ditengah-tengah sumbat pemanas sampai ujung termometer terletak dalam hamparan dasar.
- Cara mengukur titik leleh atau titik didih sampel:
  - Setiap tombol harus dalam posisi OFF, kemudian hubungkan kabel dengan arus listrik AC.
  - Simpan sampel yang akan diukur dalam pipa kapiler (zat padat), atau dalam tabung reaksi kecil yang diberi pipa kapiler tertutup (zat cair), sehingga tercelup dalam penangas.
  - Atur posisi kaca pembesar, sehingga sampel dalam terlihat dengan jelas.
  - Tekan tombol POWER, kemudian lampu pilot akan menyala.
  - Putar tombol pengocok (AGITATOR) searah jarum jam sampai pada ON, atau tingkat tertentu sampai kipas berputar, kemudian kecepatan putaran diatur. Bila permukaan minyak naik karena suhu naik dan kekentalan minyak berkurang, kecepatan bisa diatur kembali.
  - Putar tombol pemanas (HEATER) searah jarum jam sampai pada ON sampai suhu yang diinginkan. Kenaikan suhu adalah antara 1 sampai 2°C per menit.
  - Tekan tombol lampu untuk menerangi sampel.
  - Pada waktu sampel padat mulai meleleh sampai meleleh seluruhnya (untuk zat padat), atau terlihatnya gelembung udara pada ujung kapiler (untuk zat cair), bacalah suhu dari termometer yang menandakan TL atau TD.

- Sesudah pengukuran selesai, tekan tombol lampu OFF, putar tombol pemanas (HEATER) berlawanan arah jarum jam.
- Bila ingin menurunkan suhu penangas secara cepat, tekan tombol kipas angin (FAN).
- Bila semua pengukuran sudah selesai set semua tombol pada posisi OFF, dan lepaskan kabel arus listrik.
- Perhatikan beberapa hal berikut:
  - Jangan memanaskan tabung penangas tanpa minyak, karena elemen pemanas bisa rusak dan pecah. Jadi alat dipanaskan sesudah terisi minyak.
  - Selama percobaan, suhu penangas akan naik terus, akibatnya kekentalan minyak akan menurun, permukaan minyak akan naik, dan kecepatan putaran pengocok akan naik juga. Untuk itu bila volume minyak melebihi tanda batas, maka keluarkan sebagian volume minyak. Begitu juga kurangi kecepatan pengocok dan hindari adanya gelembung udara di dalam minyak.
  - Selama dan sesudah pemakaian alat, minyak penangas, lampu dan alat-alat akan menjadi panas. Hati-hati jangan menyentuh alat itu.

### 3.3 Kalibrasi Alat

Berikut ini adalah salah satu cara melakukan kalibrasi alat refraktometer. Refraktometer adalah alat yang digunakan untuk menentukan indeks bias. Tahapan kalibrasi untuk alat ini adalah:

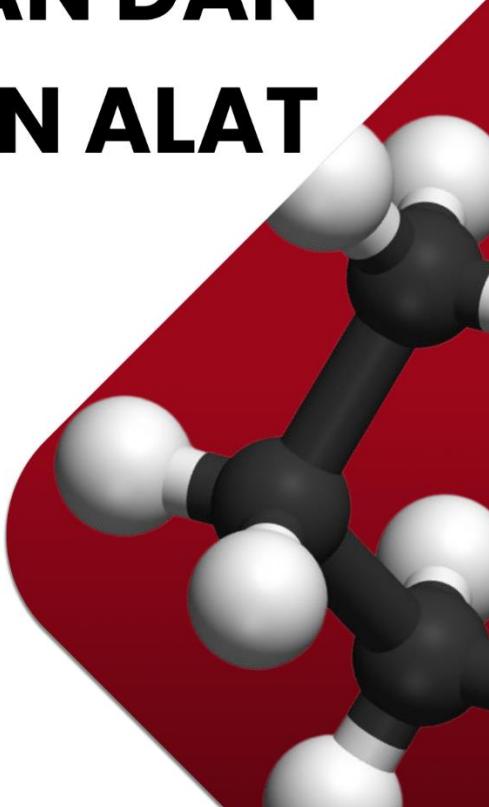
- Buka prisma kedua sampai terbuka penuh, masukkan lempeng buram untuk menutupi prisma kedua.
- Bilas prisma utama dan kristal standar yang mengkilap dengan sedikit monobromonaphthalen (jika kelebihan monobromonaphthalen akan berakibat salah pengukuran).
- Letakkan muka mengkilap dari kristal standar tersebut dalam prisma utama.
- Atur cahaya yang masuk apabila belum jelas. Putar makrometer, apabila tidak kelihatan batas terang dan gelap putar mikrometer, kemudian putar kembali makrometer sampai batas terang gelap memotong titik perpotongan dua garis diagonal yang saling berpotongan. Baca angka pada layar, harus menunjukkan nD 1,5161.

### **3.4 Cara Kerja Alat**

Buka prisma refraktometer, bersihkan dengan kapas beralkohol kemudian keringkan. Set alat refraktometer dengan menggunakan kristal standar, indeks bias yang diperiksa harus sama dengan indeks bias yang tercantum dalam kristal standar tersebut. Jika sesuai dengan standar, maka alat tersebut bekerja dalam keadaan baik dan dapat digunakan. Cara pengukuran indeks bias dengan menggunakan refraktometer adalah dengan meneteskan zat cair yang akan diperiksa dengan pipet tetes sampai menutupi semua permukaan prisma, kemudian tutup. Atur cahaya yang masuk apabila belum jelas. Atur knop pengatur skala hingga garis batas antara area terang dan gelap pada skala yang ada di refraktometer. Skala tersebut menunjukkan indeks bias cairan yang diukur. Biasanya, pembacaan dilakukan pada garis batas yang terlihat di skala tersebut, di mana perbedaan antara area terang dan gelap paling jelas.

# **BAB 4**

## **KETERAMPILAN DASAR PENGGUNAAN DAN PEMELIHARAAN ALAT**



Berikut adalah beberapa teknik yang dapat digunakan dalam pemeliharaan alat, diantaranya:

#### **4.1 Cara Memperkecil Sumbat Gabus**

Pasang sumbat gabus yang akan diperkecil pada alat untuk memperkecil sumbat gabus, putar perlahan-lahan dengan cara menekan dan mengangkat pegangan alat pemutar sampai ukuran sumbat sesuai dengan yang diinginkan. Untuk mempermudah gunakan sumbat yang mendekati ukuran yang diinginkan.

#### **4.2 Cara Memperkecil Sumbat Karet**

Untuk memperkecil sumbat karet, gunakan alat pemotong (pisau) sampai besar sumbat tersebut mendekati ukuran yang diinginkan. Haluskan permukaan sumbat tersebut dengan menggunakan sikat yang terbuat dari logam (parut) sampai permukaan sumbat rata.

#### **4.3 Cara Melubangi Sumbat Karet/Gabus**

Runcingkan pelubang yang sesuai dengan lubang sumbat yang diinginkan. Letakkan sumbat yang akan dilubangi dengan permukaan yang besar ada di bagian bawah. Dengan menggunakan bantuan lap, tekan pelubang yang telah diolesi gliserin atau pelumas di atas sumbat dan putar. Setelah selesai buka pelubang dengan cara memutar kembali ke arah yang berlawanan.

#### **4.4 Cara Memasukkan Pipa Gelas ke Dalam Lubang Sumbat**

Basahi bagian pipa gelas yang akan dimasukkan dengan air atau gliserin. Pegang sumbat yang berlubang dengan tangan kiri, kemudian dengan bantuan lap tekan pipa gelas ke dalam sumbat sambil diputar.

#### **4.5 Cara Membuka Pipa Gelas dari Sumbat Karet**

Dengan menggunakan bantuan lap putar pipa yang akan dibuka dengan arah yang berlawanan pada waktu memasukkan pipa sambil ditarik. Apabila sukar, masukkan terlebih dahulu ke dalam air panas kemudian ulangi cara di atas.

#### **4.6 Cara Memotong Pipa Gelas**

Letakkan pipa di atas meja, gores dengan pisau pemotong gelas sehingga terjadi goresan yang agak dalam. Setelah terjadi goresan dengan menggunakan bantuan lap peganglah pipa gelas, dan kedua ibu didekatkan pada goresan. Tekan hati-hati hingga pipa patah. Untuk pipa yang garis tengahnya besar goresan harus dibuat pada sekeliling pipa gelas tersebut. Ujung gelas yang baru dipotong supaya

tidak runcing dapat dilakukan dengan cara membakar ujung pipa tersebut, menggosokkannya pada ampelas atau karborundum.

#### **4.7 Cara Membengkokkan Pipa Gelas**

Pegang kedua ujung pipa yang akan dibengkokkan, letakkan di atas api oksidasi, kemudian putar perlahan-lahan. Setelah pipa lunak, keluarkan pipa dari api, diamkan beberapa detik kemudian bengkokkan dan pegang hingga keras kembali.

#### **4.8 Cara Membuat Pipa Kapiler**

Pegang kedua ujung pipa yang akan dibengkokkan, letakkan di atas api oksidasi, kemudian putar perlahan-lahan. Setelah pipa lunak, keluarkan pipa dari api, tarik perlahan-lahan secara tetap.

#### **4.9 Pemeliharaan dan Perawatan Alat Gelas**

Kegiatan laboratorium Kimia Organik hampir tidak dapat dipisahkan dengan peralatan gelas. Pipa kapiler hingga rangkaian alat gelas yang kompleks merupakan peralatan yg biasa digunakan di laboratorium kimia organik. Makna pemeliharaan dan perawatan peralatan gelas bukanlah merupakan sesuatu hal yang sederhana karena menyangkut berbagai aspek, yaitu pencucian dan pengeringan, penyimpanan penggunaan, merangkai serta membuka rangkaian alat. Kekurangpahaman terhadap aspek-aspek tersebut akan menyebabkan kerusakan alat karena perlatan gelas mudah pecah, dan dapat bereaksi dengan zat-zat kimia tertentu sehingga terjadi kemacetan sabungan.

##### **a. Pencucian dan pengeringan alat gelas**

###### **• Pencucian**

Mempunyai alat-alat gelas yang bersih dan kering akan menghemat waktu dan siap untuk digunakan sewaktu-waktu. Membersihkan secara langsung alat-alat gelas yang bekas digunakan akan mempermudah, karena kotoran dan sisa-sisa zat sangat mudah dihilangkan apabila masih baru.

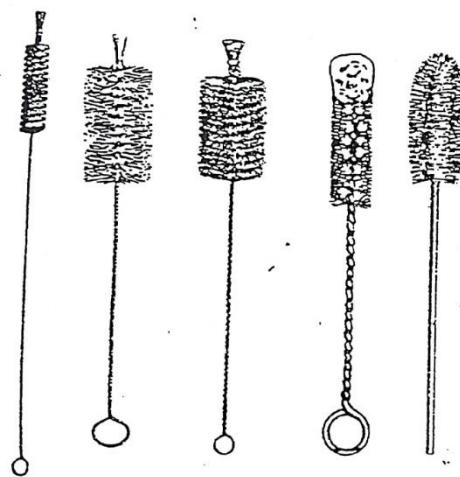
Cara menghilangkan kotoran sisa-sisa zat, pertama keluarkan sebanyak mungkin bahan (bisa dengan menggunakan bantuan penggosok) ke dalam wadah khusus untuk kotoran. Jangan membuang kotoran, sisa-sisa zat, kertas atau zat padat buangan ke dalam bak cuci. Analisa jenis

pengotor dan alat yang akan dibersihkan. Apakah zat pengotor merupakan senyawa anorganik atau organik. Apabila pengotor merupakan zat anorganik maka untuk menghilangkannya digunakan abu bubuk penggosok/sabun, air, dan sikat. Jika kotoran tidak hilang gunakan larutan  $\text{HNO}_3$  encer. Hati-hati menggunakan larutan  $\text{HNO}_3$  lakukan di lemari asam. Asam-asam anorganik tidak boleh dibuang secara langsung pada bak pencuci sebelum diencerkan karena akan merusak bak pencuci. Alirkan air dari kran pada bak pencuci buang larutan asam sisa sambil dialiri air. Untuk mempercepat reaksi lakukan pemanasan dengan pelan-pelan.

Apabila pengotor merupakan zat organik, senyawa organik dan kotoran yang tidak larut dalam air dengan mudah dan cepat dapat dihilangkan dengan menggunakan abu penggosok/sabun, sikat dan air hangat. Penggunaan asam-asam kuat seperti asam sulfat pekat atau larutan pembersih asam sulfat kromat adalah berbahaya. Asam nitrat sebagai pembersih secara khusus itu berbahaya karena bereaksi eksplosif dengan senyawa-senyawa organik. Kemudian coba hilangkan kotoran dengan menggunakan sedikit aseton atau benzene (10-20 ml) dan biarkan pelarut kontak dengan kotoran selama lima atau sepuluh menit. Untuk mempercepat kerja pelarut bisa dilakukan dengan cara memanaskannya di atas penangas air (tidak boleh di atas api) dengan menghindarkan kemungkinan terbakarnya uap pelarut yang mudah terbakar. Jangan mengharapkan kotoran cepat larut, berikan waktu yang cukup untuk pelarut bekerja. Untuk menghilangkan sisa kotoran dapat dilakukan dengan menggunakan abu gosok/sabun dan sikat tabung reaksi yang besar. Dengan membengkokkan sikat tabung secara tepat mengenai tempat zat pengotor yang melekat pada labu, kemudian menggosok-gosokkannya.

Penggunaan sedikit abu pembersih yang diikuti dengan pembilasan oleh air yang baik akan menghasilkan alat kaca yang bersih dan berkilap terang apabila alat kaca tersebut kering. Dalam membersihkan kotoran juga perlu diperhatikan jenis alat yang akan dibersihkan. Tabung reaksi dapat dibersihkan secara langsung dengan bantuan sikat tabung, tetapi

untuk alat-alat yang berukuran panjang dan berlubang kecil, seperti pendingin vigreux dan pendingin spiral cara membersihkannya dengan menggunakan air sabun, digojok, setelah dicuci dengan air kemudian dibilas dengan pelarut. Untuk menghilangkan lemak pada alat-alat seperti pipet ukur dan pipet gondok dapat dilakukan dengan cara merendam dalam larutan asam sulfat kromat. Contoh beberapa jenis sikat pembersih, perbedaan tabung reaksi masih kotor dan sudah bersih tertera pada **Gambar 4.1**.

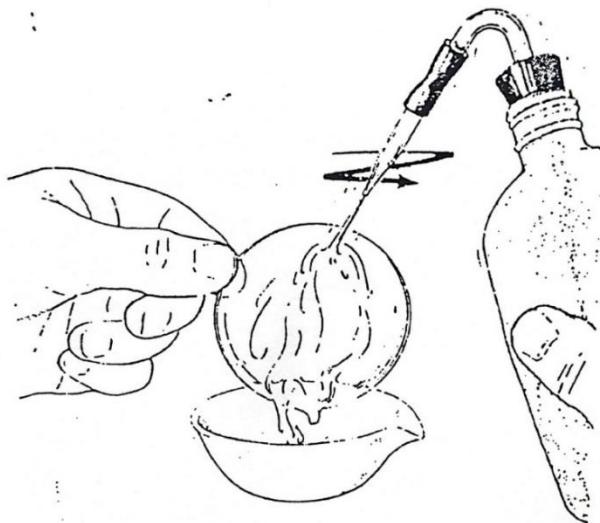


**Gambar 4. 1** Jenis-jenis sikat pembersih alat gelas.

- **Teknik membilas alat gelas**

Teknik membilas alat gelas dapat dilakukan melalui langkah-langkah berikut:

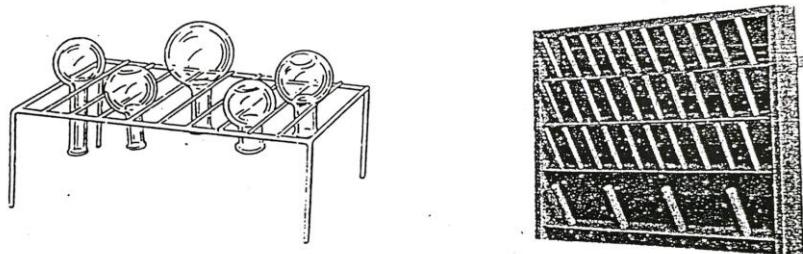
- Memeriksa alat yang akan dibilas harus dalam keadaan bersih.
- Menyemprotkan air suling secara perlahan ke seluruh permukaan bagian dalam alat. Alat yang bagian dalamnya tertutup seperti buret/volum pipet dilakukan dengan mengisikan air suling kira-kira 1/5 bagian volum kemudian alat diputar perlahan-lahan agar air suling membilas seluruh permukaan dalam.
- Alat yang akan dijadikan penyimpanan larutan harus dibilas terlebih dahulu dengan larutan tersebut. Salah satu contoh teknis membilas kaca arloji terlihat pada **Gambar 4.2**.



**Gambar 4. 2** Cara membilas kaca arloji.

- **Pengerigan**

Cara yang terbaik untuk mengeringkan alat-alat kaca dangan membiarkan selama semalam pada meja kerja laboratorium (rak pengering). Gelas piala dan labu diletakan terbalik pada saat pengeringan. Tabung reaksi, corong kecil, dan sebagainya, diletakan terbalik di atas sobekan kertas saring yang disimpan pada bagian bawah gelas piala seperti pada **Gambar 4.3**.



**Gambar 4. 3** Cara mengeringkan alat gelas.

Jika alat kaca yang basah harus dikeringkan dengan cepat karena segera akan digunakan, itu mungkin dilakukan dengan cara membilas labu dengan aseton (tidak lebih dari 10 ml aseton) tuangkan aseton ke dalam penampung khusus untuk aseton bekas, terakhir hilangkan sisa aseton dengan mengalirkan udara kering. Metanol dan etanol itu mungkin digunakan sebagai pengganti

aseton, tetapi menguapnya lambat. Biasanya pompa udara tidak tepat digunakan untuk maksud-maksud pengeringan kecuali jika dilengkapi dengan menggunakan zat-zat pengering udara, karena udara yang terdapat dalam tank (penampung udara) hampir jenuh dengan air dan mengandung tetesan-tetesan air. Oleh karena itu biasanya lebih disukai dengan cara menghubungkan peralatan yang akan dikeringkan dengan pompa isap udara.

Pengeringan alat yang ukurannya panjang seperti buret, pipet dilakukan dengan menyimpan secara tegak dengan ujung terbalik. ukur, kolom kromatografi, pendingin udara. Pengeringan alat dapat dipercepat dengan menggunakan oven pengering, hair dryer, atau dibilas dengan aseton. Hati-hati waktu menggunakan aseton jangan dekat api karena mudah terbakar.

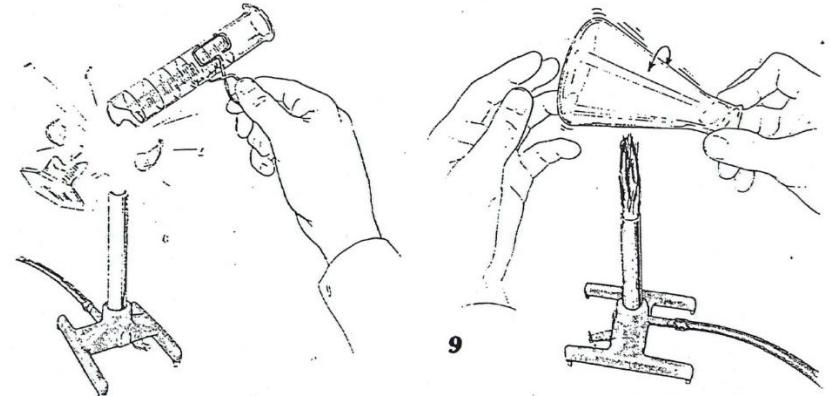
Hal yang harus diperhatikan pada waktu pengeringan menggunakan oven, peralatan yang terbuat dari karetatau plastik tak tahan panas dan sambungan gelas yang menempel pada peralatan yang akan dikeringkan harus dicopot terlebih dahulu, karena jika tidak kemungkinan akan meleleh atau alat macet.

Pengeringan alat gelas dengan pemanasan dilakukan melalui langkah-langkah berikut:

- Siapkan nyala api agak kecil berwarna biru dari pembakar gas.
- Dekatkan bagian bawah misalnya labu erlenmeyer pada ujung api sambil diputar agar semua air yang menempel dapat menguap. Pemanasan diteruskan sampai mendekati leher labu erlenmeyer.
- Uapkan air pada bagian leher labu erlenmeyer dan tangan hanya memegang bagian alas labu. Jika terasa panas pakailah lap tangan yang telah dilipat agar tidak kena api.

Perhatian: Tidak diperbolehkan mengeringkan dengan pemanasan untuk alat-alat gelas seperti gelas ukur, pipet ukur, volum pipet, buret, atau alat gelas tebal karena mudah pecah.

Contoh teknik mengeringkan dan alat gelas yang tidak boleh dipanaskan terlihat pada **Gambar 4.4**.

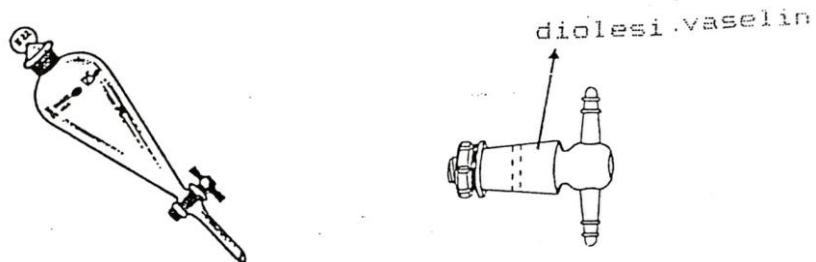


**Gambar 4.4** Teknik mengeringkan dan alat gelas yang tidak boleh dipanaskan.

#### b. Penyimpanan

Penyimpanan peralatan gelas tidak boleh disatukan dengan peralatan besi dan kayu. Alat-alat yang jenisnya sama di simpan pada tempat yang sama. Cara penyimpanan ini selain mempermudah dalam pengambilan juga mencegah terjadinya gesekan atau benturan sehingga alat tersebut kemungkinan pecah. Beberapa alat kaca yang panjang ukurannya sebaiknya disimpan dalam posisi tegak dalam rak khusus misalnya, pipet ukur, pipet gondok.

Dalam penyimpanan alat harus diperhatikan peralatan yang mempunyai sambungan gelas misalnya corong pisah, buret dan soxhlet. Untuk mencegah macetnya sambungan gelas pada waktu penyimpanan, sambungan gelas dicopot atau bisa juga diolesi dengan vaselin. **Gambar 4.5** memperlihatkan penggunaan sedikit dan memasangkan sambungan dan memutar, sehingga vaselin merata pada seluruh sambungan.



**Gambar 4.5** Contoh bagian alat gelas yang menggunakan vaselin.

Kejadian yang sering ditemui dalam kerja laboratorium adalah macetnya sambungan gelas. Untuk membuka sambungan alat gelas yang macet dilakukan dengan cara memanaskan sambungan menggunakan api kecil sambil diputar. Hindari sambungan gelas bersuasana basa karena akan menyebabkan sambungan macet yang diakibatkan terjadinya reaksi antara gelas dengan basa. Untuk itu setelah alat gelas digunakan untuk menyimpan basa (seperti burat dalam reaksi) cucilah dengan air sampai bersih dan bilaslah dengan larutan HCl 0,1 M. Untuk menghindari pecahnya alat gelas karena tertimpa oleh benda jatuh, sebaiknya alat gelas disimpan pada rak bagian atas. Untuk menghindari debu, peralatan gelas sebaiknya disimpan dalam rak tertutup.

### c. Penggunaan

Untuk dapat memelihara alat gelas dengan baik, maka kita harus mengetahui kegunaannya. Jenis alat yang akan kita gunakan dalam praktikum Kimia banyak melibatkan pemanasan. Satu hal yang harus diketahui, tidak semua alat gelas tahan panas, tergantung jenisnya. Umumnya alat-alat gelas yang bermerek/berlabel tahan terhadap panas seperti pyrex, yena, polax. Sedangkan alat gelas yang tidak berlabel tidak tahan panas. Zat yang disimpan dalam alat gelas perlu diperhatikan. Alat gelas tidak dapat digunakan untuk menyimpan larutan HF karena HF bereaksi dengan alat gelas. Alat gelas bertutup gelas tidak dapat digunakan untuk menyimpan larutan basa seperti larutan NaOH dan KOH karena akan memacetkan tutup. Oleh karena itu apabila larutan NaOH atau KOH disimpan dalam alat gelas tutupnya harus menggunakan plastik atau karet. Menggunakan alat-alat sesuai fungsinya, misalnya pendingin Liebig digunakan untuk mendidangkan destilat dengan suhu maksimum 100 C. Penggunaan pendingin Liebig untuk destilat yang suhunya sangat tinggi kemungkinan pendingin tersebut akan pecah.

Alat gelas yang panas tidak boleh dipanaskan atau didinginkan secara mendadak karena akan pecah. Hal ini biasanya terjadi pada penggunaan labu atau termometer. Alat gelas sebaiknya didinginkan dengan cara pertama dibiarkan di udara terbuka, setelah agak dingin kemudian dibalut dengan lap dingin.

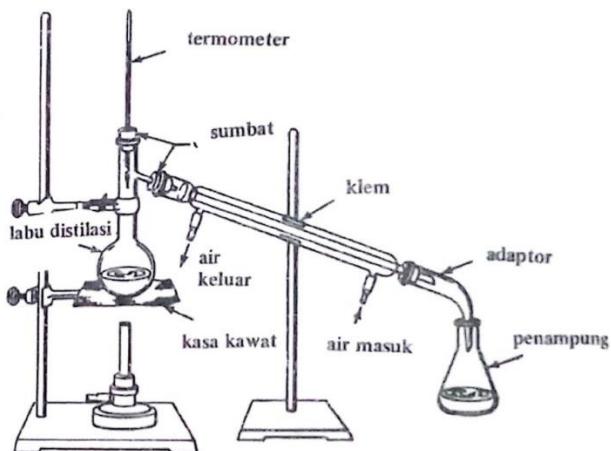
#### d. Merangkai dan membuka rangkaian alat

Pemahaman dan keterampilan merangkai dan membuka rangkaian alat merupakan hal yang penting untuk mencegah terjadi pecahnya alat. Merangkai alat sebaiknya dimulai dari bawah, yakinkan setiap rangkaian dalam posisi yang benar dan harmonis. Pasang klem berkaret pada tempatnya atau pada posisi sehingga alat tersebut seimbang. Gunakan vaselin pada setiap sambungan gelas.

Periksa aliran pendingin (misalnya air) harus masuk mulai dari posisi yang jauh pada sumber pemanasan serta pendingin penuh. Hentikan proses jika rangkaian alat akan diperbaiki. Pada waktu membuka rangkaian alat harus dimulai dari bagian alat yang terakhir pada waktu dipasang.

Berikut gambaran cara memasang rangkaian alat destilasi sedehana dan gambar susunan alat destilasi sederhana seperti pada **Gambar 4.6**.

- Siapkan statif, kaki tiga dan wadah penangas
- Pasang labu destilasi dalam posisi tegak dalam penangas
- Pasang pendingin yang telah berselang
- Pasang adaptor
- Pasang labu penampung
- Pasang termometer



**Gambar 4. 6** Rangkaian alat destilasi sederhana.

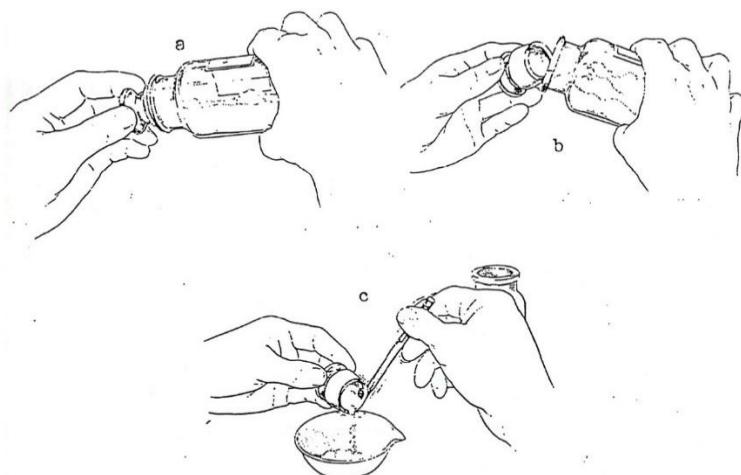
## 4.10 Teknik-Teknik Dasar Percobaan Kimia

### a. Teknik mengambil dan menuangkan zat

Setiap mengambil zat padat atau zat cair dari botol pertama kali harus melihat dan membaca label zat dengan teliti karena banyak zat-zat kimia yang rumusnya hampir sama. Kemudian etiket harus dijaga jangan sampai rusak, karena itu etiket harus selalu langsung ada di bawah telapak tangan. Langkah-langkah mengambil dan menuangkan zat padat:

**Gambar 4.7** menunjukkan cara mengambil dan menuangkan zat padat cara ke-1. Adapun car pertama ini dilakukan dengan tahapan:

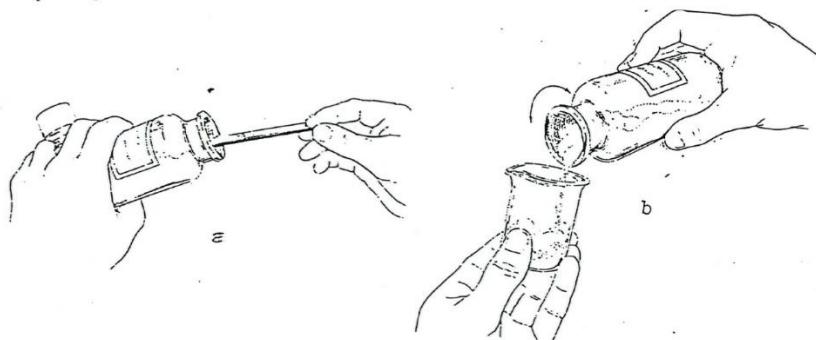
- Putar dan miringkan botol sehingga beberapa zat masuk ke dalam tutupnya.
- Keluarkan dengan hati-hati tutup botol yang berisi zat itu.
- Ketuk pelan-pelan tutup botol dengan pensil/kayu kecil/batang plastik hingga sejumlah zat padat jatuh.



**Gambar 4.7** Cara mengambil dan menuangkan zat padat ke 1.

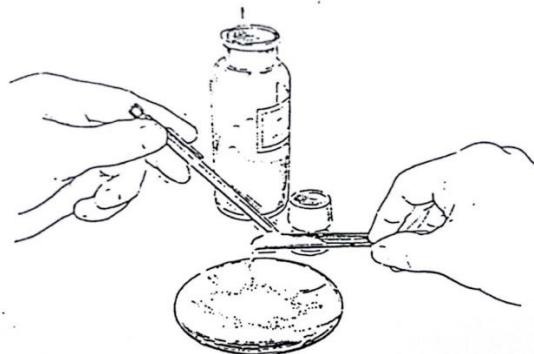
**Gambar 4.8** menunjukkan cara mengambil dan menuangkan zat padat cara ke-2. Adapun car pertama ini dilakukan dengan tahapan:

- Ambil zat padat dalam botol dengan spatula atau sendok plastik dan tutup botol dijepit dengan jari tangan.
- Ketuk pelan-pelan spatula hingga zat padat jatuh.



**Gambar 4. 8** Cara mengambil dan menuangkan zat padat ke 2.

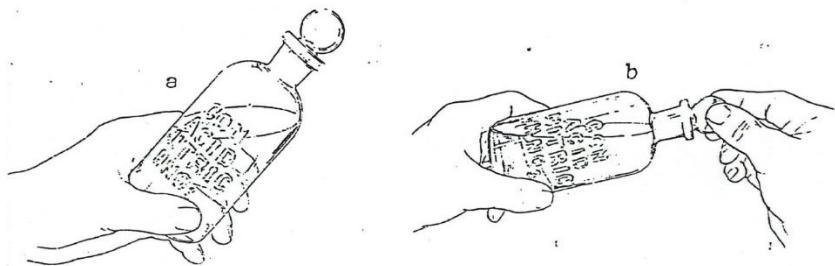
**Gambar 4.9** menunjukkan cara mengambil dan menuangkan zat padat cara ke-2. Adapun cara ketiga ini dilakukan dengan cara memutar tutup botol, kemudian botolnya dimiringkan dan diguncang pelan-pelan sampai zat kimianya jatuh pada tempat yang disediakan.



**Gambar 4. 9** Cara mengambil dan menuangkan zat padat ke 3.

Cara melepas tutup botol diperlihatkan **Gambar 4.10**, dengan tahapan sebagai berikut:

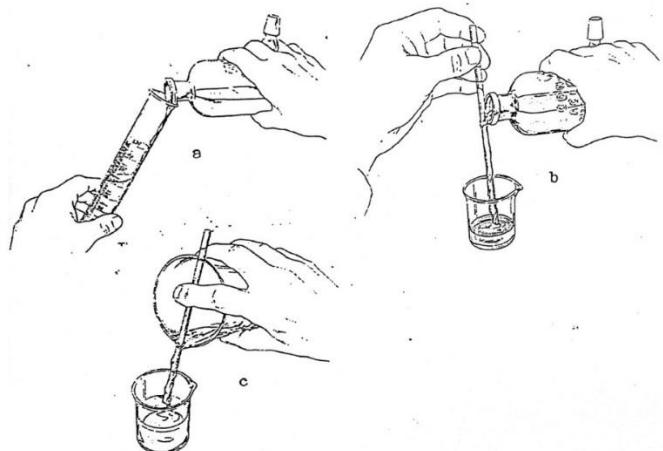
- Baca label zat dua kali
- Pegang tutup botol dan miringkan botolnya sampai zat cair membasahi tutup.
- Basahi bagian dalam leher sampai bibir botol dan aliran zat cair itu ditahap dengan tutup botol basah itu.
- Masukkan kembali tutup botol dan jepit dengan bagian belakang jari tangan.



**Gambar 4. 10** Cara membuka tutup botol.

Cara menuangkan zat cair, **Gambar 4.11**, dengan tahapan sebagai berikut:

- Basahi leher botol hingga bibirnya untuk mencegah tetesan pertama yang kuat. Tutup botol tidak boleh dilepas.
- Tuangkan zat cair dari botol dengan bantuan batang pengaduk.
- Jika zat cair dituangkan dari gelas kimia batang pengaduknya dapat langsung ditahap dengan telunjuk.



**Gambar 4. 11** Cara menuangkan zat cair.

#### LATIHAN KETERAMPILAN

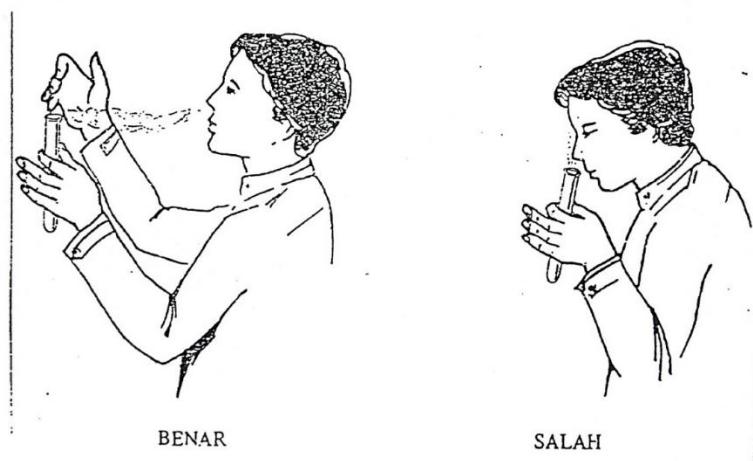
- Kerjakan latihan dengan seksama menuangkan zat cair dari botol bersumbat yang berisi zat cair ke dalam :
  - tabung reaksi
  - gelas kimia dengan memakai batang pengaduk
- Menuangkan zat cair dari tabung reaksi yang satu kepada tabung reaksi yang lain.
- Kerjakan cara pengambilan zat padat dari botol bersumbat ke dalam kaca arloji dan beker gelas.

## **4.11 Teknik Mengetahui Bau Zat, Melarutkan/Mengocok, Mengendap Tuangkan dan Menyaring**

### **a. Cara mengetahui bau zat**

Bau suatu zat dapat diketahui dengan cara, dan **Gambar 4.12** memperlihatkan cara mengetahui bau suatu zat yang benar.

- Zat yang akan ditentukan baunya agar berada kira-kira 30 cm dari hidung.
- Kibaskan tangan pada bagian atas atau tempat zat sehingga hidung dapat menentukan baunya.



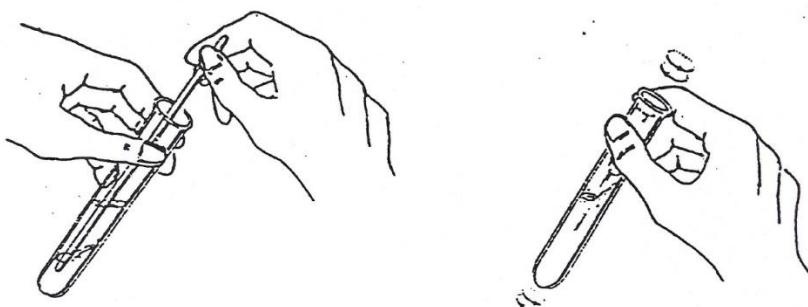
**Gambar 4. 12** Cara mengetahui bau suatu zat yang benar.

### **b. Cara melarutkan/mengocok zat**

Cara melarutkan /mengocok zat diperlihatkan **Gambar 4.13**. Pengocokan atau pengadukan berfungsi untuk mempercepat proses pelarutan, proses diperlihatkan **Gambar 4.13**.

- Pengadukan sering dilakukan dengan batang pengaduk. Caranya yaitu batang pengaduk dimasukkan ke dalam larutan kemudian digerak-gerakan dengan tangan. Perhatian bahwa ujung batang pengaduk jangan mengenai dasar wadah gelas.
- Pengadukan dalam tabung reaksi dapat dilakukan dengan memutar tabung reaksi. Cara lain menjepit bagian atas tabung reaksi dengan ibu jari dan telunjuk kemudian digerak-gerakan ke depan dan ke belakang secara terus menerus.

- Pengadukan dengan magnetic stirrer (pengaduk magnet) dilakukan dengan cara memasukkan batang kaca berisi logam (stirrer) ke dalam wadah berisi larutan. Wadah diletakan di atas generator magnet. Batang kaca dalam larutan akan berputar dan kecepatannya dapat diatur.
- Pengadukan dengan mechanic stirrer. Wadah berisi larutan dijepitkan/diklem pada alat itu, setelah dikontakkan arus listrik ke alat tersebut, maka alat tersebut bergerak-gerak dan kecepatannya dapat diatur.



**Gambar 4. 13 Cara pengocokan sampel.**

### c. Cara mengendapkan zat

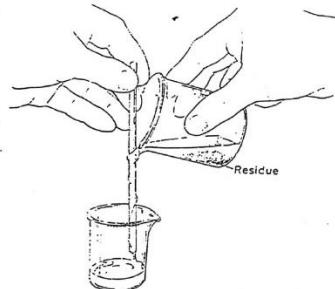
**Gambar 4.14** memperlihatkan cara mengendapkan dilakukan dengan menggunakan alat sederhana, sentrifuga dan hasil dituangkan dengan cara dekantasi. Proses dilakukan dengan cara:

- Menyiapkan larutan ke dalam tabung reaksi atau gelas kimia misalnya larutan barium klorida
- Meneteskan larutan lain misalnya asam sulfat dengan pipet tetes. Campuran kedua zat ini akan menghasilkan endapan. Penetesan asam sulfat dihentikan hingga tidak terlihat lagi pembentukan endapan.
- Tabung reaksi/gelas kimia jangan diguncang-guncang segera turun ke dasar agar endapan yang terbentuk besar-besar dan tabung reaksi gelas kimia.
- Gunakan centrifuge bila endapan yang terbentuk cukup halus,
  - Tabung sentrifuge yang berhadapan harus diisi seimbang
  - Kecepatan pusingan diatur jangan terlalu tinggi
  - Tutup harus selalu dipasang sewaktu sentrifuge bekerja

- Pemisahan endapan dengan cairan dapat dilakukan secara dekantasi (lihat gambar di bawah ini)



Centrifuge



Proses dekantasi

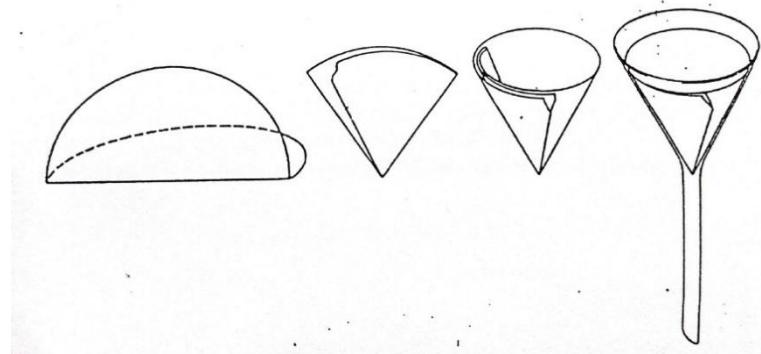
**Gambar 4. 14** Cara mengendapkan dilakukan dengan menggunakan alat sederhana, sentrifugasi dan hasil dituangkan dengan cara dekantasi.

#### d. Cara menyaring zat

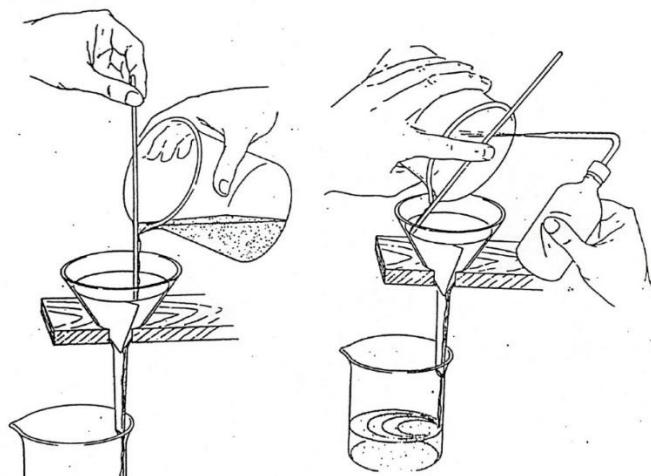
**Gambar 4.15** memperlihatkan cara melipat kertas saring dan menyaring. Proses melipat kertas saring yang digunakan unutuk menyaring dilakukan dengan cara (**Gambar 4.16**):

- Pilih jenis kertas saring sesuai ukuran endapan yang akan disaring
- Mula-mula kertas saring dilipat dua, kemudian lipat lagi hingga menjadi perempat bagian dan lipatan bawah disobek sedikit untuk memberi kesempatan udara masuk lebih banyak sehingga proses penyaring berlangsung cepat.
- Bukalah lipatan kertas saring hingga berbentuk kerucut dan ukurkan pada corong. Bila belum tepat lipatannya diubah.
- Bilas kertas saring yang telah dipasang pada corong dengan air suling sampai betul-betul melekat. Selanjutnya corong tersebut siap untuk dipakai menyaring.
- Pasang corong pada statif dan masukkan ke bagian pinggir gelas kimia penampung air saringan.
- Isi corong dengan larutan yang akan disaring. Larutan yang dimasukkan tidak melebihi bagian atas kertas saring (sisakan sekitar 1 cm).
- Kristal-kristal halus yang masih tersisa pada gelas kimia dicuci dengan botol semprot.

- Filtrat (air saringan) diharapkan sudah tidak mengandung kristal halus.
- Keringkan endapan yang ada pada kertas saring.



**Gambar 4. 15** Cara melipat kertas saring.



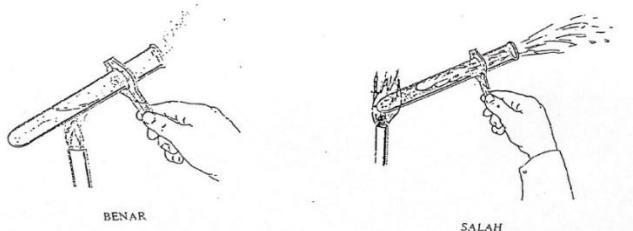
**Gambar 4. 16** Cara menyaring sampel.

### LATIHAN KETERAMPILAN

- Coba amati baunya larutan amonia, asam asetat, alkohol, dan larutan lain yang disediakan. Catat hasilnya dan dilaporkan.
- Sediakan liga tabung reaksi, tabung pertama isi dengan kristal NaCl, kedua Ca(OH)<sub>2</sub>, dan ketiga dengan sedikit kristal KMnO<sub>4</sub>, ambah masing-masing dengan air suling dalam jumlah yang sama. Kemudian masing-masing dikocok. Amati perbedaan kelarutannya 1.
- Ambil 2 tabung reaksi. Tabung ke-1 diisi asam sulfat, dan tabung ke-2 diisi barium klorida. Teteskan dengan pipet tetes asam sulfat ke dalam larutan barium klorida sampai tiklak terbentuk lagi endapan. Bila endapannya halus lakukan penggerjaan dengan centrifuge. Kemudian endapan dipisahkan dari cairannya secara dekantasi. Ulangi percobaan yang sama pemisahan endapannya dilakukan dengan cara menyaring.

**Gambar 4.17** memperlihatkan teknik memanaskan dan menguapkan zat cair dalam tabung reaksi, dan tahapan dilakukan dengan cara:

- a. Tabung reaksi dijepit dengan penjepit tabung reaksi
- b. Nyala api harus berwarna biru
- c. Pemanasan awal harus menggunakan nyala apikecil
- d. Nyala api jangan diarahkan pada bagian bawah tabung reaksi o Pemanasan jangan ditetapkan pada satu bagian tabung reaksi (tabung digerak-gerakan) sewaktu-waktu ada di atas nyala api, dan sewaktu-waktu ada di luar nyala api.
- e. Jangan mengarahkan mulut tabung ke daerah yang ada orang atau daerah yang dipakai penyimpanan zat kimia.

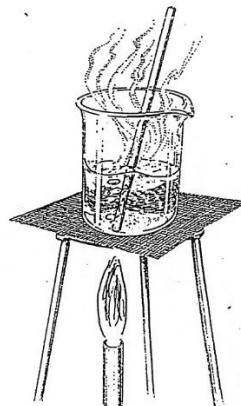


**Gambar 4.17** Teknik memanaskan dan menguapkan zat cair dalam tabung reaksi.

#### 4.13 Pemanasan Zat Cair dalam Gelas Kimia

**Gambar 4.18** memperlihatkan teknik pemanasan zat cair dalam gelas kimia, dan tahapan dilakukan dengan cara:

- a. Gelas kimia harus diletakkan di atas kawat kasa berasbes
- b. Masukkan batang pengaduk untuk pemerata panas, atau menggunakan digunakan batu didih (butiran kaca)
- c. Arahkan api tepat pada batang pengaduk
- d. **Catatan:** penguapan prinsipnya sama dengan pemanasan tetapi alat yang digunakan adalah cawan penguapan (porcelain)

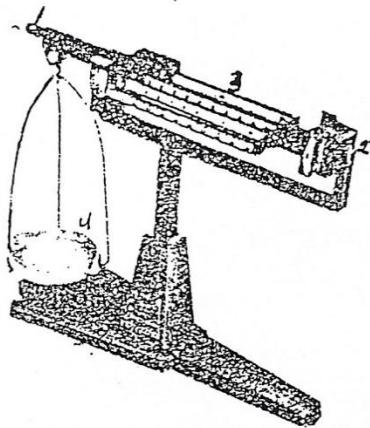


**Gambar 4. 18** Teknik pemanasan zat cair dalam gelas kimia.

#### 4.14 Teknik Menimbang dengan Neraca OHAUS

**Gambar 4.19** memperlihatkan gambar neraca Ohaus yang dapat digunakan untuk menimbang, dan tahapan penimbangan dengan menggunakan neraca Ohaus dilakukan dengan cara:

- a. Siapkan botol timbang atau kaca arloji bersih untuk menimbang zat yang higroskopis (penyerap air), atau kertas untuk zat tidak higroskopis
- b. Bersihkan piring neraca (4) dari zat-zat kimia yang menempel bekas pemakai sebelumnya.
- c. Menyetimbangkan neraca pada skala nol dengan cara:
  - Menggeserkan semua beban neraca (3) menuju skala nol
  - Atur sekrup nomor (1) sedemikian rupa sehingga lengan penunjuk kesetimbangan (2) ada pada posisi garis kesetimbangan.
- d. Timbang botol timbang/kaca arloji kosong dengan menempatkannya pada pinng (4), Geser-geser beban neraca sehingga lengan neraca tepat dengan tada garis (2). Catat semua beban neraca harganya itu menunjukkan berat botol timbang kosong.
- e. Masukkan zat yang akan ditimbang ke dalam botol timbang, pasang beban timbangan sebesar berat botol timbang ditambah berat zat yang diperlukan. Sampai tahap ini penimbangan selesai.
- f. Setelah selesai menimbang kembalikan lagi semua beban neraca pada posisi nol dan penahan pinng neraca dinaikkan agar piring terkunci (tidak bergoyang-goyang). Ingat piring neraca dalam keaddan bersih lagi.



OHAUS CENT – O. Gram 311

**Gambar 4. 19** Neraca Ohaus.

#### LATIHAN KETERAMPILAN

- Panaskan air ledeng dalam tabung reaksi, dan gelas kimia hingga mendidih
- Timbanglah garam dapur sebanyak 5,50 gram dalam neraca OHAUS kemudian larutkan dalam air hingga larutan mencapai 100 ml.
- Uapkan sampai kisar larutan garam dapur yang telah dibuat dengan menggunakan cawan penguapan

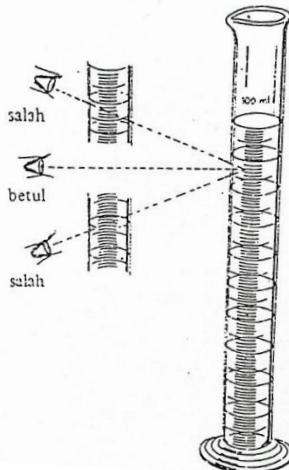
#### 4.15 Teknik Mengukur Volum dan Mengencerkan

##### a. Cara mengukur volum dengan gelas ukur

**Gambar 4.20** memperlihatkan cara membaca volume dengan menggunakan gelas ukur, dan tahapan dilakukan dengan cara:

- Pilih gelas ukur yang volumnya lebih besar atau sama dengan volum zat cair yang akan diukur. Misal untuk mengukur 12,5 ml air harus digunakan gelas ukur berukuran 25 ML. atau paling besar 50 mL.
- Baca dahulu skala gelas ukur yang dipakai dan tentukan harga nya. Misal setiap 1 mL skalanya dibagi 10, maka harga skalanya (harga setiap garis) adalah 0,1 mL.
- Pembacaan skala harus lurus dengan mata, jangan terlu atas dan jangan pula terlalu bawah.

- Zat cair yang memberikan permukaan cekung dalam gelas ukur, pembacaannya adalah pada garis paling bawah. Zat cair yang memberikan permukaan cembung, harus dibaca permukaan paling atas.
- Bilas dahulu gelas ukur dengan air suling sebelum digunakan
- Masukkan zat cair yang akan diukur sampai volum yang diinginkan



**Gambar 4. 20** Cara membaca volume dengan menggunakan gelas ukur.

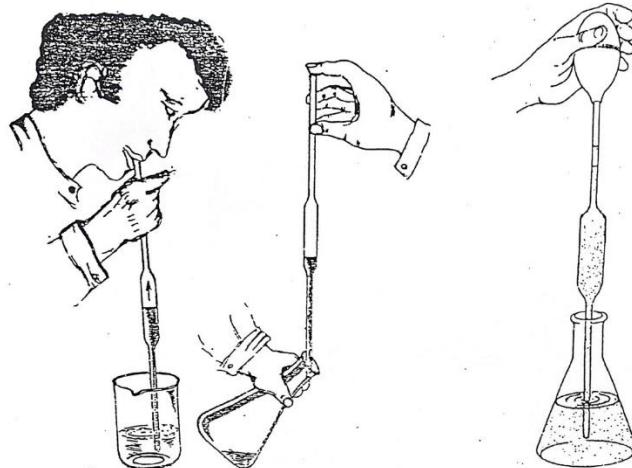
#### b. Cara mengukur volum dengan volum pipet (pipet gondok)

**Gambar 4.21** memperlihatkan teknik mengambil sampel cair dengan cara menghisap pada alat gelas pipet gondok, dan tahapan dilakukan dengan cara:

- Pilih volum pipet yang akan digunakan (volumnya tertentu 5 mL., 10 mL, 25 mL dsb.)
- Bilas bagian dalam volum pipet dengan air suling kemudian dengan zat cair yang akan diambil.
- Isaplah larutan dengan volum pipet sampai di atas garis batas.
- Keringkan ujung bawah volum pipet dengan kertas saring bekas.
- Turunkan sampai garis batas dengan cara menutup ujung atas pipet dengan telunjuk kering, ibu jari dan jari lainnya memutar-mutar agar cairan turun.
- Masukkan zat cair ke dalam tempat yang disediakan dengan mengalirkan melalui dinding. Biarkan zat cair sisa pada ujung pipet.

**Catatan:** -Gunakan ball pipet untuk mengisap cairan berbahaya!

- Zat cair yang akan diisap minimal 0,5 botol, jika terlalu sedikit bisa terisap langsung ke mulut.
- Jika zat cair yang diukur tadi ingin diencerkan, tambahkan air suling sampai volum yang diinginkan.



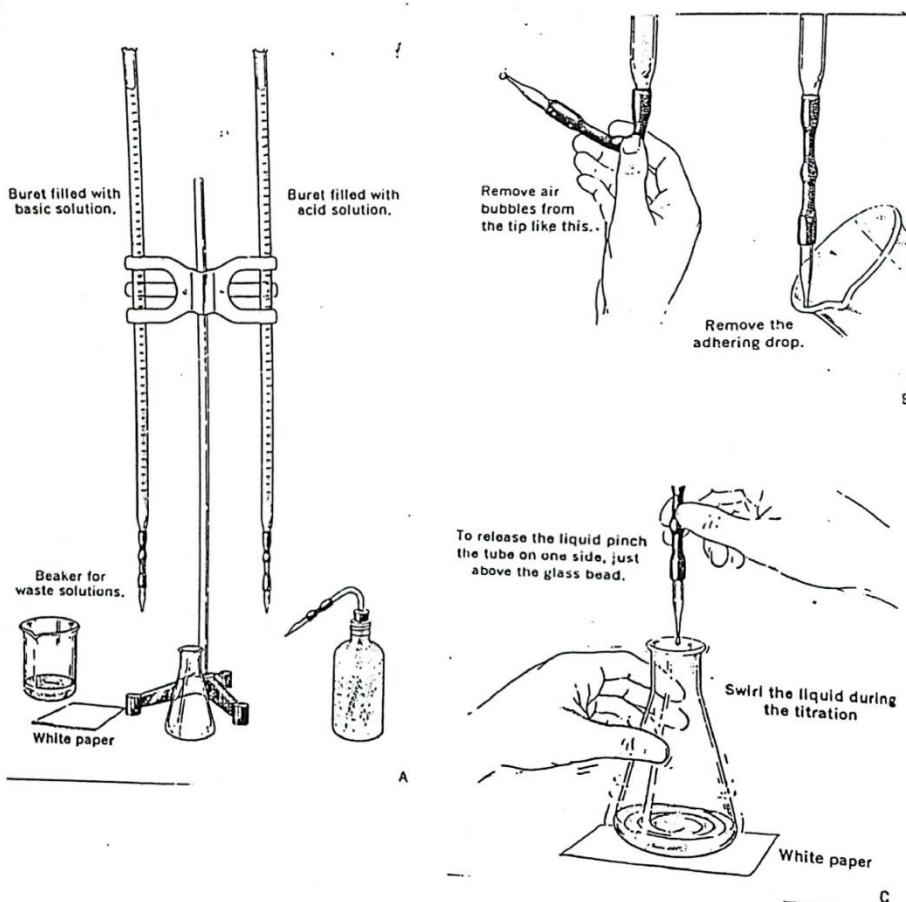
**Gambar 4.21** Teknik mengambil sampel cair dengan cara menghisap pada alat gelas pipet gondok.

### c. Cara Melakukan Titrasi

**Gambar 4.22** memperlihatkan teknik mempersiapkan buret untuk titrasi dan **Gambar 4.23** memperlihatkan teknik membaca volume titran yang digunakan saat titrasi. Sementara itu, titrasi dilakukan dengan tahapan:

- Menyiapkan alat-alat untuk melakukan titrasi (buret, volum pipet, botol semprot, ball pipet, labu erlenmeyer, statif, klem, corong)
- Menyiapkan larutan misalnya asam oksalat sebagai larutan baku primer, larutan NaOH yang akan ditentukan konsentrasi, dan larutan indikator fenolftalein.
- Membilas alat-alat dengan air suling, labu erlenmeyer dibilas lagi dengan larutan asam oksalat, dan buret dibilas dengan larutan NaOH.
- Memasang alat-alat, kedudukan buret harus lurus dan garis biru harus diletakkan dibagian belakang untuk memberi latar belakang agar pembacaan skala jelas.

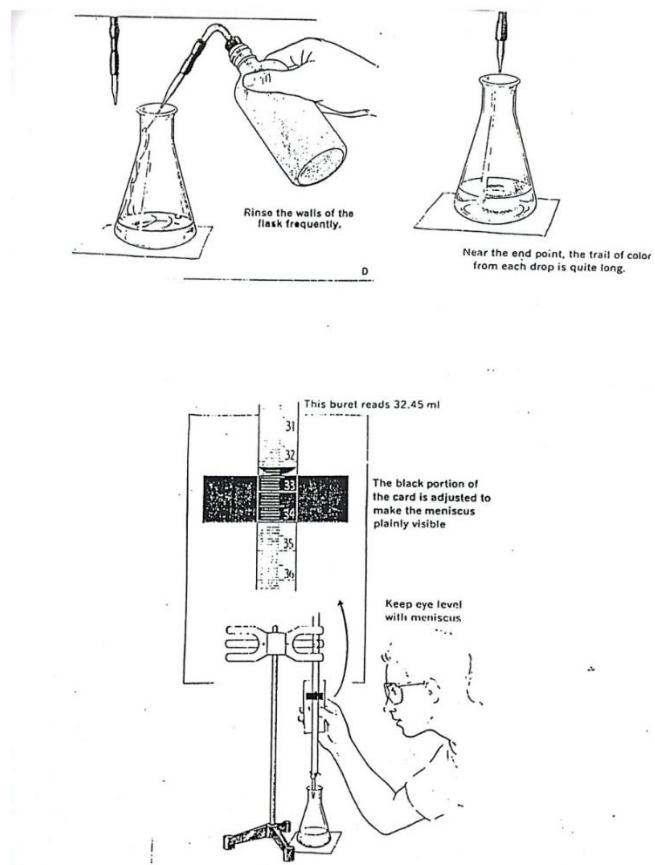
- Mengisi buret dengan larutan NaOH, dengan memakai corong bagian atas larutan harus menunjukkan angka nol. Larutan NaOH yang menempel di bagian atas skala nol diserap dengan kertas saring sisa.
- Menyediakan 3 buah labu erlenmeyer kemudian diisi masing-masing dengan 10 mL asam oksalat dengan menggunakan pipet gondok. Setiap kali pengambilan larutan asam oksalat ujung pipet dilap dengan kertas saring bekas, cairan pada ujung pipet tidak dikeluarkan.
- Meneteskan larutan fenolftalein pada larutan asam oksalat dalam labu erlenmeyer.
- Sewaktu menitrasi tangan kiri memegang kran buret dan menurunkan larutan NaOH sedikit-sedikit, tangan kanan memgang labu erlenmeyer dan sambil menggoyang-goyangkannya.
- Taruh kertas putih di bawah labu erlenmeyer yang digoyang-goyang, supaya perubahan wama terlihat jelas.



**Gambar 4. 22** Teknik mempersiapkan buret untuk titrasi.

### LATIHAN KETERAMPILAN

- Latihlah mengukur volum zat cair dengan gelas ukur.
- Ambilah air dengan pipet tetes kemudian masukkan ke dalam gelas ukur. Hitung berapa tetes yang diperlukan untuk mencapai volum 1 mL.
- Latihlah cara memipet dengan menggunakan pipet ukur dan pipet gondok. Mengapa telunjuk yang basah menyulitkan pengaturan volum pada pipet ukur/gondok?
- Latihlah pembacaan volum zat dalam buret
- Latihan keterampilan vana diperlukan dalam menitrasikan



**Gambar 4. 23** Teknik membaca volume titran yang digunakan.

#### d. Pembuatan Larutan

Pembuatan larutan dilakukan sebagai berikut:

- Membuat larutan asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  1M)

Massa molekul asam sulfat adalah 98 Dengan menggunakan pipet ukur, ambilah 2,8 ml.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dengan hati-hati, kemudian larutkan ke dalam beker gelas yang berisi 98,6 mL air suling melalui dinding gelas kimia secara perlahan. Perhatian! Pelarutan ini akan terjadi panas. Masukkan larutan yang dibuat ke dalam botol dan tempelkan etiketnya!

- Membuat larutan natrium hidroksida (NaOH 1N)

Massa molekul NaOH adalah 40. Timbanglah 4 gram kristal NaOH kemudian larutkan dalam air suling hingga larutan mencapai 100 mL. Pindahkan larutan tersebut ke dalam botol dan tempelkan etiketnya.

- Membuat larutan tembaga sulfat (CuSO<sub>4</sub>)

Massa molekul tembaga sulfat adalah 249,50. Timbang 2,495 gram kristal tembaga sulfat pentahidrat (CuSO<sub>4</sub> .5H<sub>2</sub>O ), larutkan ke dalam air suling hingga volum mencapai 100 ml. Tetesi dengan 3 tetes asarn awet (tidak mudah rusak), Pindahkan ke dalam botol dan berikan labelnya.

- Membuat larutan kaliumdikromat (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, 0, 1N)

Massa molekul kaliumdikromat adalah 1,225 gram kristal kaliumdikromat, larutkan ke air suling hingga volumenya 250 mL.. Pindahkan ke dalam botol dan berikan labelnya!

- Membuat larutan amilum/kanji 1%

Timbang 1 gram amitum/kanji, larutkan dalam 10 nil, air dingin, kemudian tuangkan ke dalam 90 mL air mendidih sambil terus diaduk sampai lurutan bening. Jika perlu tambahkan sedikit zat pengawet seperti HgO, Hgl., NaCl atau asam salisilat. Pindahkan pada botol plastik bermulut besar dan tempelkan labelnya

- Membuat larutan stano klorida (SnCl<sub>2</sub>, 0,1M)

Massa molekul stanoklorida dihidrat (SnCl<sub>2</sub> .2H<sub>2</sub>O) adalah 226. Timbang 1,13 gram SnCl<sub>2</sub> .2H<sub>2</sub>O dalam campuran dingin 10 ml. HCl pekat dan 8 ml air, lalu encorkan hingga menjadi 100 ml. Untuk mencegah oksidasi taruh terus butiran timah pada dasar larutan. Pindahkan larutan ke dalam botol berwarna coklat dan beri label.

- Membuat Larutan indikator fenolftalein

Timbang serbuk fenolftalein sebanyak 0,04 gram, masukkan ke dalam gelas kimia dan tambah 24 mL etanol 95%. Aduk sampai larut. Pindahkan ke dalam gelas ukur, tambahkan air suling hingga volumenya 100 mL. Pindahkan ke dalam botol tetes dan beri label. Ambil 1 mL larutan NaOH dan 1 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dari larutan yang telah anda buat sebelumnya lalu

mamsukan ke yang terpisah. Tetesi masing-masing tabung dengan 2 tetes larutan fenolftalein, amati perubahan wama.

- Membuat larutan Fehling A dan Pehling B

Fehling A:

Timbang 3,45 gram terusi ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), larutkan dengan air suling sampai 50 ml., tetesi 2 tetes asam sulfat pekat.

Fehling B:

Timbang 18,2 gram kalium natrium tartrat dan 5 gram NaOH, Larutkan dengan air hingga 50 mL. Simpan Fehling A dan B dalam masing-masing dan lengkapi labelnya.

- Membuat larutan Benedict

Timbang 8,65 gram natrium sitrat dan 5 gram  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , satukan dan larutkan dalam 35 ml. Larutkan pula 0,865 gram  $\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dalam 5 mL air. Campurkan semua, kocok larut an jadi 50 mL.. Simpan dalam botol A dan beri etiket.

- Membuat larutan pewarna (kristal violet).

Fungsinya untuk memberi wama yang kontras pada bakteri Larutkan 1 gram kristal violet (gentian violet) di dalam 10 mL etil alkohol 95%. Tambahkan air suling sampai volumnya 100 ml. Simpan ke dalam botol dan beri etiket.

- Membuat larutan fiksatif (Bouin's: formo-acetic-alcohol)

Fungsinya untuk memfiksasi preparat histologis. Larutkan 2 gram kaliumkromat ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) di dalam larutan yang terdiri dari 0,5 ml. formalin/formaldehid 40%, 1 ml, asam asetat glas al dan 100 ml air suling. Simpan pada botol dan beri label.

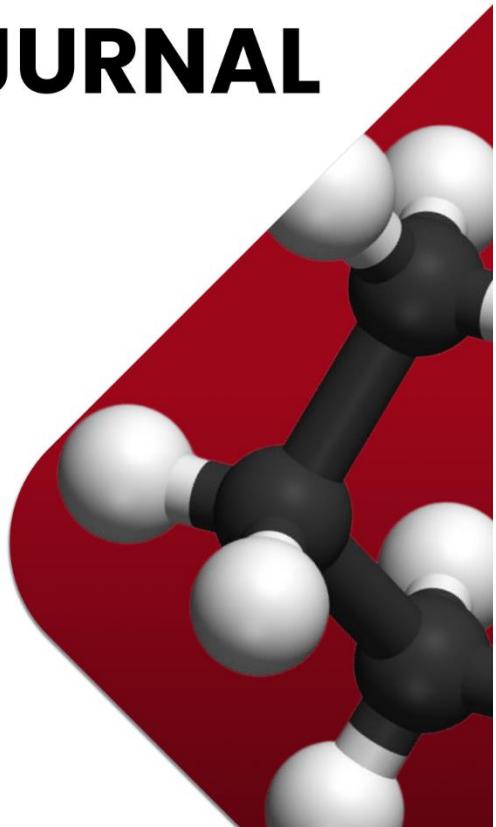
- Membuat larutan fisiologis (larutan Ringer's) untuk amfibi

Fungsinya untuk menjaga agar jaringan otot yang akan diamati tetap dalam keadaan hidup (segar). Timbang 0,14 gran KCl, 6,5 gram NaCl, 0,12 gram  $\text{CaCl}_2$ , dan 0,2 gram  $\text{NaHCO}_3$ . Larutkan CaCl<sub>2</sub> dalam 100 mL air suling (1), Larutkan NaCl, KCl, dan  $\text{NaHCO}_3$  dalam 900 mL air suling (2). Campurkan larutan (1) dan (2) kemudian aduk. Pindahkan pada botol dan berikan labelnya.

- Membuat larutan pengawet (FAA: formalin-acetic-alcohol)  
Fungsinya untuk memfiksasi dan mengawetkan preparat hewan dan tumbuhan rendah Sediakan 50 ml etil alkohol 95%, tambahkan 2 ml. asam asetat glasial, 10 mL formalin 40% dan 38 ml. air suling. Pindahkan ke botol dan beri label.
- Membuat larutan baku dan penetapan konsentrasi  
Membuat larutan baku primer asam oksalat 1,0000 N dengan cara menimbang 6,3 gran H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O lalu masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, tambah air suling sampai garis batas. Kocok sampai larut. Tetapkan larutan NaOH yang telah anda buat pada pembuatan larutan (2) terhadap larutan asam oksalat dengan cara titrasi. Untuk indikatornya, gunakan fenoiftalein yang anda buat sebelumnya. Hitung konsentrasi NaOH hasil penetapan untuk dijadikan larutan bahan sekunder. Sediakan 8,33 mL. HCl pekat (12 N), kemudian larutkan ke dalam air suling sampai larutan mencapai 100 mL. Tetapkan larutan HCl ini terhadap NaOH dengan indikatornya masih tetap yaitu fenolftalein. Hitung berapa konsentrasi HCl yang telah anda buat!

# **BAB 5**

## **CARA MEMBUAT JURNAL**



## **5.1 Format Penulisan Jurnal**

Jurnal praktikum adalah panduan yang dapat digunakan sebagai pedoman melakukan praktikum. Umumnya jurnal praktikum terdiri dari:

- a. Nama Percobaan
- b. Tanggal Percobaan: Mulai dan selesai
- c. Tujuan Percobaan
- d. Teori Dasar: Reaksi yang terjadi sifat fisik pereaksi dan produk (titik didik, titik leleh, massa jenis, indeks bias, dll)
- e. Alat dan Bahan
- f. MSDS Bahan
- g. Gambar Set Alat
- h. Bagan Alir Percobaan
- i. Tabel Pengamatan
- j. Perhitungan
- k. Jawaban Pertanyaan dan Tugas
- l. Daftar Pustaka

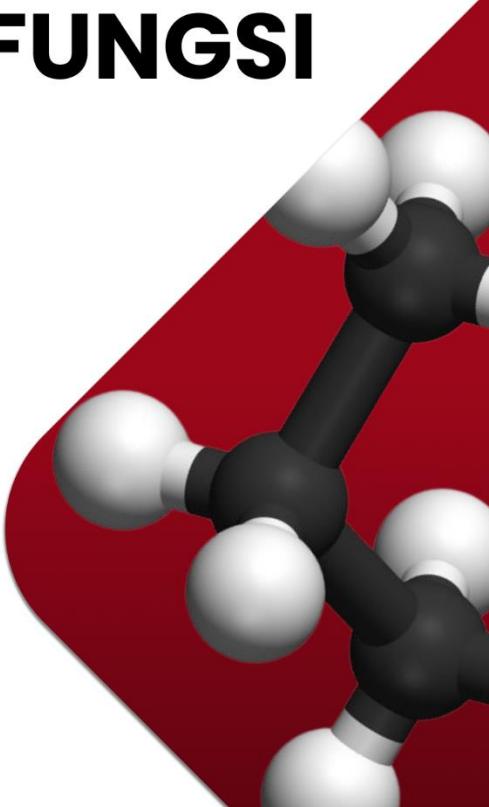
## **5.2 Format Laporan**

Sementara itu laporan praktikum adalah bundle yang berisi laporan hasil praktikum. Umumnya laporan praktikum terdiri dari:

- a. Cover yang terdiri dari: judul praktikum, tanggal praktikum, logo sekolah/universitas, nama praktikan, nama asisten, nama guru/dosen pengampu
- b. Tujuan praktikum
- c. Tabel hasil dan pengamatan terdiri dari foto beserta keterangannya
- d. Hasil perhitungan, reaksi atau spektrum
- e. Pembahasan hasil
- f. Kesimpulan
- g. Daftar pustaka

# **BAB 6**

## **IDENTIFIKASI UNSUR DAN GUGUS FUNGSI**



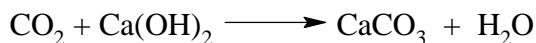
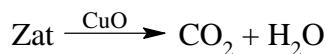
## 6.1 Tes Kualitatif Unsur

Tes kualitatif unsur bertujuan menentukan unsur-unsur apa yang terdapat dalam suatu zat. Unsur-unsur yang umumnya terdapat dalam zat organik adalah C, H, O, N, S, atau halogen.

### a. Tes unsur C dan H

Masukkan 0,1 gram zat ke dalam tabung reaksi tahan panas, campur dengan 1-2 gram CuO dan aduk sampai rata. Bila zat berwujud cair maka campuran tersebut harus sampai berwujud seperti pasta. Isi tabung reaksi yang lain dengan air kapur.

Panaskan tabung reaksi yang berisi zat sampel dengan api kecil. Amati apa yang terjadi. Endapan yang terbentuk pada tabung yang berisi air kapur menunjukkan adanya unsur C dan bintik-bintik air yang ada pada pipa bengkok penghubung atau pada dinding tabung yang berisi air kapur menunjukkan adanya unsur H.



### b. Tes unsur N, S, dan Halogen

Untuk mempermudah menentukan adanya unsur-unsur N, S, atau halogen dalam senyawa organic, maka terlebih dahulu harus dibuat garam natrium dari zat organic yang akan diperiksa.

#### Cara Pembuatan Garam Natrium

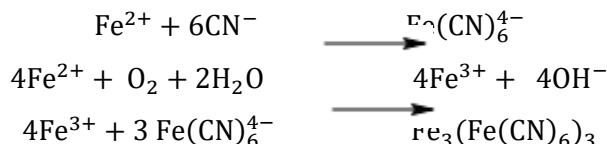
Masukkan  $\pm$  50 mg logam Na yang bersih dan kering ke dalam tabung kecil yang kering dan bersih. Panaskan tabung dengan api kecil bila setengah tabung telah berisi uap Na, masukkan 1 tetes atau 30 mg zat yang akan diperiksa. Apabila zat sampel berbentuk cair, dinginkan terlebih dahulu tabung tersebut sebelum diisi zat sampel. Biasanya pada waktu penambahan ini menimbulkan api atau asap. Panaskan lagi tabung selama 30 detik., kemudian tambahkan Kembali satu tetes atau 30 mg zat yang akan diperiksa. Panaskan tabung dengan api besar sampai tabung berpijar, masukkan dengan serentak ke dalam gelas piala 50/100 ml yang berisi 10 mL air, sehingga tabung tersebut pecah. Panaskan larutan beserta pecahan kaca tersebut beberapa menit sampai semua

garam dianggap melarut sempurna, dan saring. Dinginkan filtrat untuk test selanjutnya.



### c. Tes unsur N

Larutkan  $\pm 50$  mg ferosulfat dalam 3 tetes larutan KF 2 M dengan pemanasan perlahan-lahan. Masukkan 0,5 mL filtrat yang diperoleh dari pelelehan Na diatas. Panaskan campuran sampai mendidih. Asamkan campuran yang panas itu dengan menambahkan beberapa tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M. Setelah basa dari besi melarut akan timbul suatu suspensi yang berwarna biru kehijau-hijauan atau biru prusia bila zat yang diperiksa mengandung N. Kebanyakan asam akan menggagalkan ini.



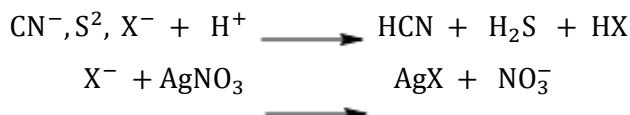
### d. Tes unsur S

Masukkan tiga tetes larutan  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  0,1 M dalam tabung reaksi dan tambahkan larutan NaOH sampai hidroksida dari timbal itu melarut. Tambahkan 3 tetes filtrat yang berasal dari pelelehan logam Na diatas. Jika terjadi endapan hitam menunjukkan adanya unsur S.



### e. Tes unsur Halogen (X)

Masukan 0,5 ml filtrat yang diperoleh dari hasil pelelehan dengan logam Na. Tambahkan beberapa tetes  $\text{HNO}_3$  6 M dalam sebuah tabung reaksi. Bila dalam filtrat juga mengandung sulfida atau sianida, didihkan campuran yang telah diasamkan selama 2 menit. Tambahkan 2 tetes larutan  $\text{AgNO}_3$  0,5 M. Adanya endapan putih menunjukkan adanya unsur halogen.



### Tugas

1. Apa fungsi dari penambahan CuO dalam identifikasi unsur C dan H?

2. Jelaskan mengapa untuk mengidentifikasi unsur N, S, atau halogen harus dibuat garam natrium terlebih dahulu, sedangkan C dan H tidak?
3. Mengapa tabung kecil yang akan digunakan untuk membuat garam natrium sebelumnya harus kering?
4. Mengapa pemberaan tabung kecil pada pembuatan garam Na harus sampai pijar?
5. Mengapa jumlah pearut yang digunakan pada pembuatan garam natrium tidak boleh terlalu banyak?
6. Apa fungsi pemanasan larutan garam natrium sebelum disaring?
7. Apa yang menyebabkan orang tidak berhasil melihat warna biru prusia pada tes N?
8. Apa fungsi penambahan larutan NaOH pada tes unsur S?
9. Apa fungsi pemberian suasana asam pada tes unsur halogen?
10. Ada tes kualitatif unsur-unsur, mengapa tes terhadap unsur oksigen tidak dilakukan?

## 6.2 Kelarutan

Larutan adalah *campuran dari sejumlah zat terlalut dan pelarut membentuk cairan yang homogen.*

Klarutan dari suatu senyawa organic dalam pelarut inert (air, alcohol, eter, hidrokarbon, dsb.) dan bahan pelarut aktif, secara kimia tergantung pada struktur molekulnya, sehingga secara kualitatif dapat meramalkan penggolongan klarutan senyawa organik berdasarkan struktur zat terlalut dan sifat fisika juga kimia zat pelarut. Klarutan dalam sebuah pelarut diramalkan berdasarkan hukum klarutan:

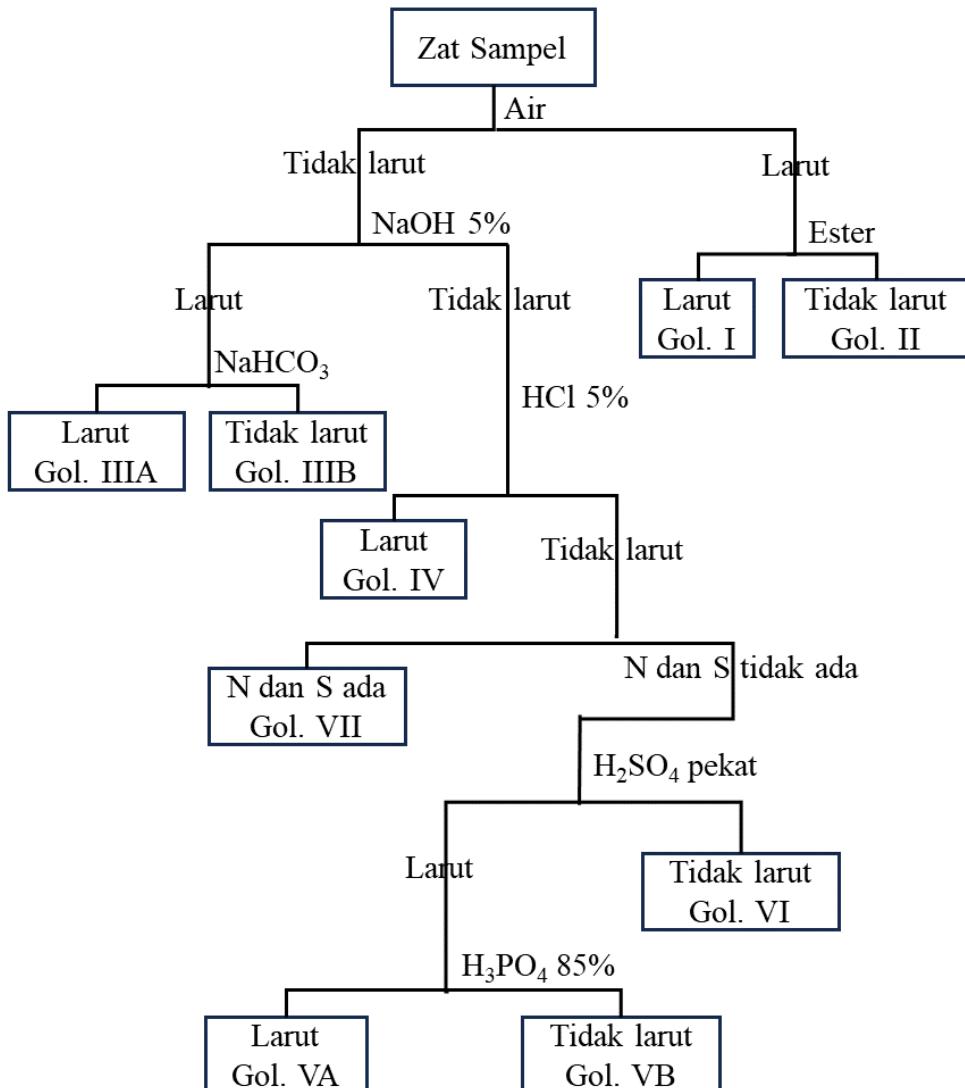
- a. Suatu zat sangat larut dalam pelarut, jika mempunyai struktur yang sangat mirip. Contoh alcohol larut dalam air.
- b. Suatu senyawa yang mempunyai rantai cabang lebih mudah larut dalam pelarut dari pada rantai lurus isomernya.
- c. Dalam beberapa deret homolog, anggota yang lebih tinggi menjadi lebih mendekati sifat, seperti hidrokarbon seperti dalam sifat fisikanya.

- d. Senyawa yang mempunya berat molekul tinggi (misal: polimer) sedikit larut dalam pelarut inert. Tetapi, polimer sering membentuk dispersi koloid dalam pelarut tertentu.
- e. Zat cair dan zat padat yang titik lelehnya rendah, umumnya mudah larut daripada zat padat yang titik lelehnya tinggi dalam pelaut inert.

### **Cara Menentukan Kelarutan Zat Organik**

Masukkan 20 gram atau 2 tetes sampel ke dalam tabung reaksi yang bersih dan kering, kemudian masukkan air sebanyak 10 tetes, kocok. Amati apa yang terjadi. Tentukan apakah zat sample tersebut larut, atau bereaksi. Ulangi percobaan mengikuti alur bagan klasifikasi kelarutan berikut ini.

### Bagan Klasifikasi Kelarutan



### Tugas

1. Jelaskan mengapa suatu zat hanya larut dalam suatu pelarut tertentu?
2. Jelaskan mengapa kelarutan termasuk pada perubahan fisika?
3. Sebutkan ciri-ciri suatu zat larut dalam suatu pelarut!
4. Tuliskan senyawa-senyawa yang termasuk dalam golongan: I-VII menurut bagan klasifikasi kelarutan.
5. Jelaskan kegunaan tes kelarutan dalam Analisa zat organik!

### 6.3 Identifikasi Gugus Fungsi

Gugus fungsi adalah kedudukan kereaktifan kimia dalam molekul.

Setelah kita melakukan analisa unsur terhadap senyawa yang akan kita periksa, untuk dapat mengetahui termasuk dalam golongan senyawa apakah senyawa Organik tersebut, kita dapat melakukan test yang disebut reaksi identifikasi terhadap gugus fungsional yang dimiliki oleh senyawa Organik tersebut. Karena setiap golongan senyawa Organik mempunyai sifat tertentu tergantung pada gugus fungsional yang dimilikinya. Untuk senyawa-senyawa Organik yang mempunyai gugus fungsional yang sama akan mempunyai sifat-sifat yang sama pula.

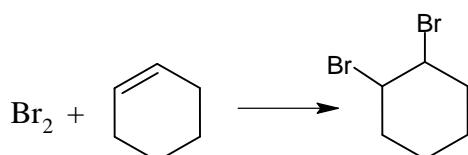
Secara sistematik, reaksi identifikasi terhadap gugus fung- sional yang dimiliki oleh senyawa Organik yang akan diperiksa, dapat dilakukan secara berturut-turut sebagai berikut:

1. Reaksi identifikasi terhadap senyawa yang mempunyai ikatan rangkap antara dua atom C yang saling berikatan/ senyawa hidrokarbon tak jenuh.
2. Reaksi identifikasi terhadap senyawa alkil halida dan aril halida.
3. Reaksi identifikasi terhadap alkohol dan terhadap fenol.
4. Reaksi identifikasi terhadap asam karboksilat.
5. Reaksi identifikasi terhadap adanya gugus karbonil yang dimiliki oleh aldehida dan gugus karbonil yang dimiliki oleh keton.
6. Reaksi identifikasi terhadap karbohidrat.
7. Reaksi identifikasi terhadap protein.

#### a. Ikatan Tak Jenuh

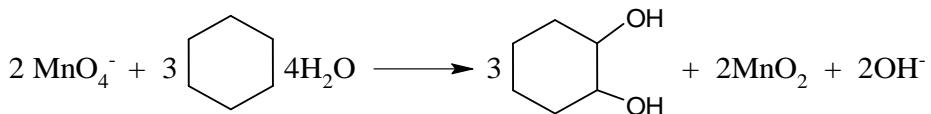
- Dengan Brom

Larutkan 5-10 tetes atau 20 mg zat tidak diketahui dalam 0,2 mL kloroform, tambahkan 1 tetes 0,3 M larutan brom dalam  $\text{CCL}_4$ . Jika warna brom hilang menunjukkan adanya ikatan tak jenuh.



- Dengan KMnO<sub>4</sub>

Larutkan 5-10 tetes atau 20 mg senyawa yang tidak diketahui dalam 0,5 mL t-butil alcohol. Tambahkan 0,1 M KMnO<sub>4</sub> setetes demi setetes.



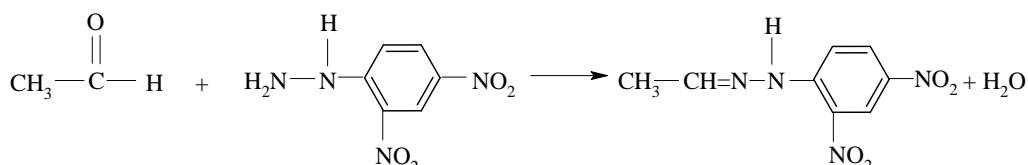
### Tugas

1. Apa kegunaan kloroform?
2. Bagaimana rumus struktur t-butil alcohol dan apa kegunaannya?
3. Apa arna larutan KMnO<sub>4</sub>?
4. Apa yang kita amati sehingga kita dapat menyimpulkan bahwa sampel mempunyai ikatan tak jenuh dengan test KMnO<sub>4</sub>?
5. Mengapa larutan KMnO<sub>4</sub> harus disimpan dalam botol berwarna gelap?
6. Jelaskan apakah saudara akan melakukan percobaan untuk ikatan tak jenuh ini dengan menggunakan satu test saja atau kedua-keduanya?

### b. Gugus Karbonil (C=O)

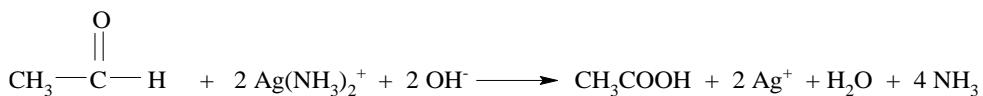
- Dengan 2,4-dinitrofenilhidrazin

Tambahkan 5-10 tetes atau 20 mg zat yang tidak diketahui ke dalam 1 mL pereaksi 2,4-dinitrofenilhidrazin. Kocok campuran tersebut apakah terjadi endapan atau tidak. Adanya endapan menunjukkan kemungkinan adanya aldehid atau keton.



- Dengan test Tollen

Bersihkan sebuah tabung reaksi dengan asam nitrat panas dan cuci dengan air sampai bersih. Tambahkan 1 mL 0,5 M larutan AgNO<sub>3</sub> kemudian encerkan dengan menambahkan NH<sub>4</sub>OH setetes demi setetes sampai endapan yang tebentuk tepat melarut. Ke dalam larutan ditambahkan 20 mg atau 1 mL dari zat yang tidak diketahui, kocok dan letakkan dalam air hangat selama 5 menit, adanya cermin atau endapan hitam menandakan adanya aldehid.



### Tugas

1. Jelaskan mengapa ada beberapa alcohol yang lama dibiarkan di udara dapat bereaksi positif dengan 2,4-dinitrofenilhidrazin, menghasilkan endapan kuning?
2. Untuk apa test tollen dilakukan?
3. Apa perbedaan test tollen, test benedict, dan test fehling?
4. Mengapa untuk melakukan test tollen tabung reaksi harus dibersihkan dengan asam nitrat panas terlebih dahulu?
5. Endapan apa yang terbentuk Ketika larutan perak nitrat ditambah dengan larutan ammonium hidroksida?, mengapa endapan tersebut larut jika larutan ammonium hidroksida ditambah terus?
6. Dalam keadaan bagaimana cermin perak atau endapan hitam kita peroleh dalam test tollen?

#### c. Gugus Alkohol (OH)

- Alkohol yang larut dalam air dan asam dibedakan di antaranya dengan memeriksa keasaman, dengan test indikator.

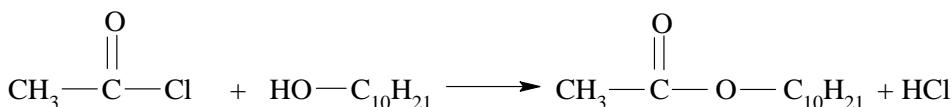
Tes indikator:

20 mg zat yang diperiksa dicampur dengan 1 mL air. Periksa larutan dengan indicator universal dan periksa berapa pH larutan berdasarkan warna yang tampak

- Alkohol yang tidak larut dalam air dan eter dibedakan dengan mengubah alkohol menjadi ester

Tes Asetil Klorida:

Tambahkan satu tetes asetil klorida perlahan-lahan ke dalam 40 mg zat yang diperiksa. Jika terjadi reaksi eksotermik, tambahkan 4 tetes asetil klorida, dan biarkan 2 menit. Tambahkan 1 mL air dingin untuk menghidrolisis asetil klorida berlebih. Tambahkan 1 tetes phenolphthalin dan sedikit natrium bikarbonat sambik dikocok, sampai reaksi bersifat basa. Tambah 5 tetes benzene, kocok kemudian biarkan kedua fasa terpisah. Ambillaj 2 tetes lapisan benzene dan selidiki adanya ester dalam lapisan.



- Dengan logam Na

Masukkan sebutir logam Na yang kering dan bersih ke dalam zat sampel yang telah dipastikan bebas air, dengan cara mengujinya terlebih dahulu dengan tembaga sulfat anhydrous. Jika keluar gas, mungkin sampel kita termasuk golongan alcohol. Oleh karena itu untuk meyakinkannya menguji pK dengan test indicator.

- Dengan pembuatan ester

Untuk alcohol yang tidak larut dalam air, sesudah diuji dengan logam Na, dapat kita uji lebih lanjut dengan mengubah alcohol menjadi ester, dengan cara:

Masukkan 1 mL asam asetat glasial ke dalam tabung reaksi, kemudian tambahkan 2 mL zat sampel yang tidak diketahui dan 2 tetes asam sulfat pekat. Panaskan tabung reaksi tersebut sambil dikocok. Amati apa yang terjadi dan cium baunya, apa Kesimpulan anda tentang zat yang anda miliki.

- Test Iodoform

Jika zat sampel termasuk alcohol, maka dapat diuji lagi dengan melakukan test iodoform, dengan cara:

Tambahkan 2 mL air, 2 tetes alcohol, dan 8 tetes larutan NaOH 1 N ke dalam tabung reaksi. Lalu tambahkan tetes demi tetes larutan iodium pekat sampai terjadi endapan kuning. Masukkan thermometer ke dalam cairan, hangatkan sampai 60°C selama beberapa menit. Catat baunya. Berdasarkan percobaan tersebut buat Kesimpulan sementara tentang zat sampel anda.

### **Tugas**

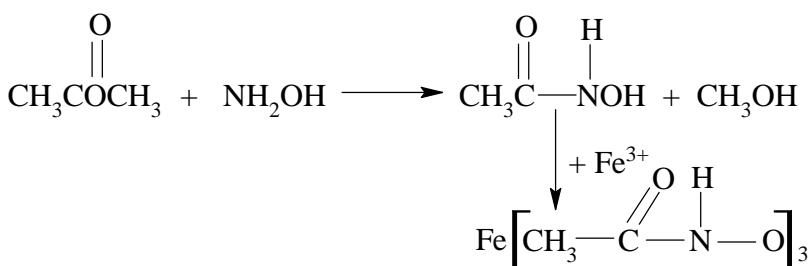
1. Mengapa digunakan tembaga sulfat anhydrous untuk menguji ada tidaknya air di dalam sampel sebelum ditest dengan logam Na?
2. Mengapa sampel harus bebeas air sebelum di uji dengan logam Na?
3. Jika sampel mempunyai pH 5, bereaksi dengan logam Na, dan tidak tercium bau ester pada esterifikasi, apa Kesimpulan anda mengenai gugus fungsi dari sampel tersebut?

- Pereaksi apa lagi yang dapat anda gunakan untuk mengubah alcohol menjadi ester? Tuliskan persamaan reaksi dan beri namaz at/senyawa yang terlibat dalam reaksi tersebut.
- Apa fungsi  $H_2SO_4$  pada pembuatan ester?

#### d. Membedakan Eter dari Ester

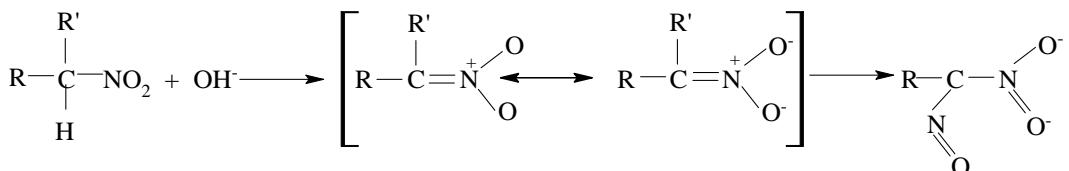
Test Feri Hidroksamat

Larutkan 20 mg zat yang tidak diketahui ke dalam 0,5 mL metanolik hidrosilamine hidroklorida 1 M. tambahkan 1 tetes larutan phenolphthalin dan metanolik kalium hidroksida 2M setetes demi setetes, dan kocok sampai larutan bersifat basa, didihkan larutan dalam penangas air selama satu menit, tambahkan satu tetes feriklorida dan 0,2 mL air, kocok beberapa waktu. Tambahkan HCl 1 M setets demi setetes dan kocok untuk melarutkan ferihidroksida yang coklat. Adanya warna merah anggir menunjukkan adanya ester.



#### e. Gugus Nitro ( $\text{NO}_2$ )

Campurkan 5-10 tetes atau 20 mg zat yang diperiksa dengan 0,5 mL larutan  $\text{NaOH}$  10%. Setelah 2 menit tambahkan 0,2 mL larutan natrium nitrat dan 5 tetes asam sulfat 10%. Adanya warna merah atau biru menunjukkan adanya nitro alkan primer atau sekunder.

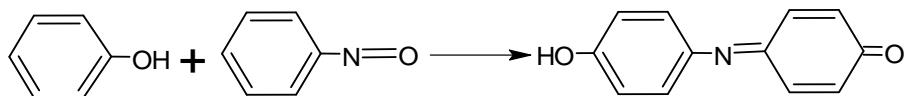


#### f. Gugus Nitroso (NO)

Tes Liberman

Lelehkan 10 mg zat yang diperiksa dan 10 mg fenol dalam tabung reaksi kecil. Dinginkan campuran dan tambahkan 2 tetes  $H_2SO_4$  pekat. Adanya warna merah

menunjukkan adanya nitroso. Jika larutan itu diencerkan dengan 0,5 mL air dan tambahkan NaOH 3 N sampai larutan basa, timbul warna biru tua.



#### **g. Phenil hidrazin-Diphenilhidrazin**

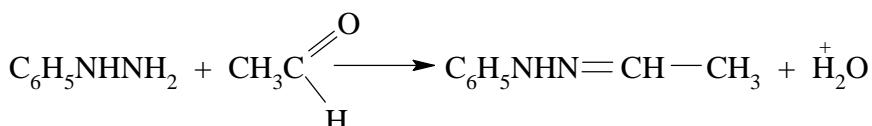
Tes Urea

Masukkan 20 mg atau 5-10 tetes zat yang akan diperiksa dengan 3 tetes Phenil hidrazin. Panaskan sebentar di atas api kecil. Dinginkan, tambahkan 6 tetes ammonia pekat dan 6 tetes larutan NiSO<sub>4</sub> 10%, kocok dan biarkan sebentar. Timbulnya warna merah ungu menunjukkan adanya urea.



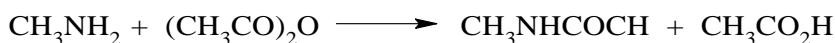
#### **h. Tes untuk Hidrazin**

Tambahkan asam asetat atau asam klorida encer sampai 20 mg atau 5-10 tetes zat yang diperiksa melarut. Tambahkan satu atau 2 tetes asetal dehida 5%. Adanya endapan menunjukkan adanya hidrazin.



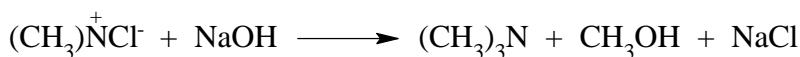
#### **i. Tes untuk Amina**

Tambahkan 1 tetes anhidrid asam asetat kepada 5-10 tetes atau 20 mg zat yang diperiksa. Amina primer, sekunder, dan aromatic amin memberikan reaksi eksoterm. Tersier amin tidak bereaksi.



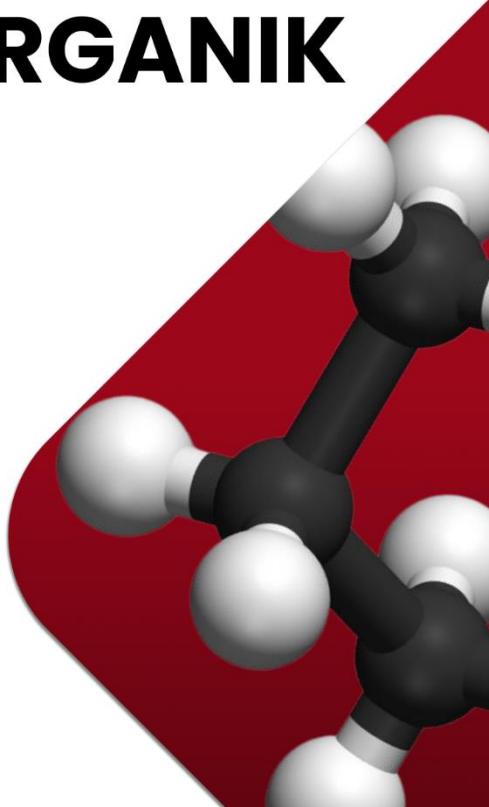
#### **j. Tes untuk Amonium dan Garam Amonium**

20 mg atau 5-10 tetes zat yang akan diperiksa dicampur dengan 1 mL NaOH 20%. Catat bau campuran dan apakah ada phasa yang terpisah.



# **BAB 7**

## **PENENTUAN SIFAT FISIK SENYAWA ORGANIK**



## **7.1 Penentuan Titik Didih**

### **a. Tujuan**

Menentukan titik didih dari suatu zat

### **b. Pendahuluan**

- Titik didih**

Titik didih dari suatu cairan organik murni adalah salah satu dari sifat fisik khasnya, seperti juga kerapatan, berat molekul, dan indeks bias serta titik leleh dari padatan. Titik didih digunakan untuk mengkarakterisasi suatu cairan organik baru dan pengetahuan dari titik didih menolong untuk membandingkan satu cairan organik dengan lainnya seperti dalam proses identifikasi suatu zat organik unknown.

Perbandingan titik didih dengan titik leleh adalah serupa. Proses penentuan titik didih lebih kompleks dari pada titik leleh; karena lebih banyak memerlukan bahan dan karena dipengaruhi sedikit pengotor; ini tidak sebaik penentuan kemurnian. Titik didih dapat ditentukan dengan beberapa mikroliter cairan, tetapi pada skala kecil sulit untuk menentukan range titik didihnya. Ini memerlukan bahan yang cukup untuk destilasi sekitar 1 sampai 2 mL. Seperti titik leleh, titik didih dari suatu cairan dipengaruhi oleh gaya atraksi satu molekul dengan lainnya, atraksi ion, gaya van der waals, interaksi dipol-dipol dan ikatan hidrogen.

- Struktur dan titik didih**

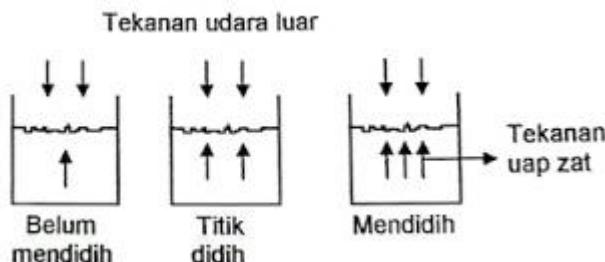
Dalam satu deret homolog titik didih meningkat dalam suatu kejadian teratur dengan sempurna. Hidrokarbon jenuh normal mempunyai range titik didih dari -162°C untuk metana sampai 330°C untuk n-C<sub>19</sub>H<sub>40</sub>. Perlu diingat untuk mengingat bahwa n-heptana dengan berat molekul 100 mempunyai titik didih mendekati 100°C (98,4 °C). Sebuah molekul sperik seperti, 2,2-dimetil propan mempunyai titik didih yang lebih rendah daripada n-pentana sebab dia tidak mempunyai titik atraksi sebanyak molekul tadi. Untuk molekul-molekul yang berat molekulnya sama, molekul yang dipol, seperti kelompok karbonil, akan mempunyai titik didih yang lebih tinggi daripada yang tanpa dipol dan molekul yang dapat membentuk ikatan hidrogen akan mendidih pada suhu yang lebih tinggi.

Titik didih dari molekul-molekul tergantung pada jumlah ikatan hidrogen yang dapat dibentuk, sehingga suatu alkohol dengan satu gugus hidroksi akan mendidih lebih rendah daripada alkohol yang punya dua gugus alkohol bila keduanya mempunyai berat molekul sama. Sejumlah generalisasi lain dapat dibuat tentang titik didih sebagai fungsi struktur, kamu akan belajar ini dalam kimia organik.

- **Titik Didih sebagai fungsi tekanan**

Karena titik didih suatu cairan murni didefinisikan sebagai suhu pada saat tekanan uap cairan sama dengan tekanan udara luar di atasnya

**Gambar 7.1**, di mana titik didih akan menjadi fungsi dari tekanan atmosfir.



**Gambar 7.1** Kondisi tekanan udara luar dan tekanan uap zat.

Pada ketinggian 14.000 kaki, titik didih air adalah  $81^{\circ}\text{C}$ . Pada tekanan dekat permukaan air laut (760 mm), titik didih sebagian besar cairan menurun sekitar  $95^{\circ}\text{C}$  untuk setiap penurunan 10 mm dalam tekanan atmosfir.

- **Termometer laboratorium**

Sebagian besar termometer laboratorium mempunyai suatu tanda di sekeliling batang sekitar tiga inci (76 mm) dari dasar pentolan. Ini adalah garis pencelupan, termometer akan mencatat temperatur akurat bila tercelup sampai garis ini. Bila termometer tidak berada dalam pencelupan total kemudian pembacaan akan perlu dikoreksi ketika memperoleh titik didih dan titik leleh sebab hanya sedikit inci dari termometer yang dipanaskan. Kembali presedur untuk pembuatan koreksi stem untuk cairan dalam gelas termometer dapat diperoleh dalam *Handbook of Chemistry and Physics*. Jika kamu memecahkan sebuah termometer air raksa cepat

bertahukan instrukturmu, akan digunakan peralatan khusus membersihkan raksa. Uap raksa sangat beracun.

- **Pencegah golakan batang didih dan batu didih**

Suatu cairan yang sangat jernih dalam wadah yang sangat jernih akan bengkok dan tidak mendidih ketika dicapai suhu di atas titik didihnya. Ini berarti bahwa termometer ditempatkan dalam cairan akan tercatat suatu temperatur yang lebih tinggi daripada titik didih cairan. Bila pendidihan terjadi di bawah kondisi ini, dia akan menjadi sangat bengkok. Untuk mencegah masalah ini batu didih selalu ditambahkan ke cairan sebelum pemanasan mereka sampai mendidih, apakah untuk menentukan titik didih atau untuk melakukan suatu reaksi atau distilasi. Batu permukaan dimana gelembung-gelembung uap penunjuk dari suatu cairan yang mendidih dapat terbentuk. Beberapa batu didih adalah porselen berpori tidak berlapis bahan ini terisi dengan udara dalam kapiler-kepiler kecil. Pada pemanasan udara ini berekspansi untuk membentuk gelombang-gelombang kecil dimana pendidihan dapat berlangsung. Sekali cairan mendingin dia akan mengisi kapiler-kepiler ini dan batu didih menjadi tidak efektif, sehingga yang lain harus ditambahkan setiap kali cairan yang dipanaskan mendidih. Batang kayu, sehingga disebut batang aplikator sekitar 1,5 mm diameternya, juga dapat membantu dan tidak seperti batu, dia mudah dipisahkan dari larutan.

### c. Prosedur Percobaan

Jika bahan cukup, cara terbaik untuk menentukan titik didih dari suatu cairan adalah dengan mendistilasinya. Distilasi memberikan range pendidihan untuk ditentukan dan memberikan suatu petunjuk kemurnian.

Untuk jumlah bahan yang lebih kecil, alatnya serupa yang digunakan untuk menentukan titik leleh. Suatu metode yang sangat sederhana menempatkan 0,2 mL cairan dengan sebuah batu didih dalam tabung reaksi 10 x 100 mm. Klem termometer sehingga pentolan berada di atas permukaan cairan, dan kemudian panaskan cairan dengan penangas. Sangat penting bahwa tidak ada bagian dari termometer yang menyentuh tabung reaksi. Pemanasan diatur sehingga pendidihan cairan berefluks (mengembun dan menetes ke

bawah) sekitar satu atau dua inci di atas termometer, tetapi jangan mendidih keluar dari atas tabung reaksi. Tetesan dari cairan harus menetes dari pentolan termometer dengan tujuan untuk memanaskan raksa. Titik didih adalah temperatur tertinggi yang dicatat oleh termometer dan dipertahankan sekitar interval waktu 1 menit.

Untuk jumlah yang lebih kecil tabung diikat di sisi termometer dan dipanaskan dengan suatu penangas cair. Tabung yang dapat digunakan merupakan tabung 3-5 mm dalam diameter, mengandung satu kapiler yang dicelupkan. Ini dibuat dengan memotong sebatang 6 mm dari ujung tersegel dari kapiler titik leleh, masukan dia dan dia kembali seperti kapur. Ketika sampel dipanaskan dalam alat ini udara dalam kapiler akan berekspansi dan suatu gelembung akan keluar. Pada titik didih suatu aliran gelembung yang cepat terus menerus akan keluar dari kapiler yang dimasukkan. Pada titik ini pemanas dihentikan dan penangas dibiarkan mendingin. Suatu waktu akan tiba ketika penggelembungan menyebabkan dan cairan mulai naik dalam kapiler yang dimasukkan. Temperatur ketika hal itu terjadi dicatat. Cairan dibiarkan sebagian mengisi kapiler kecil dan pemanasan diterapkan dengan hati-hati sampai gelembung pertama muncul dari kapiler, dan temperatur dicatat. Dua temperatur mendekati range titik didih cairan. Penjelasan: Sebagai cairan yang dipanaskan berekspansi dalam kapiler yang dimasukkan dan digantikan dengan uap cairan. Cairan sesungguhnya sedikit bergolak ketika gelembung-gelembung cepat keluar dari kapiler, tetapi pada pendinginan titik dicapai ketika tekanan di dalam kapiler sesuai dengan tekanan luar (atm). Ini dengan definisi titik didih.

Adapun mungkin, dengan perawatan, untuk membuat alat titik didih yang sama pada skala yang lebih kecil. Sebuah pipet Pasteur dipanaskan dalam nyala suatu pembakar mikro sampai gelas pada titik ini sangat Pipet dipindahkan dari nyala dan sesudah suatu saat keragu-raguan digambarkan sangat cepat dan tidak terlalu cepat untuk suatu kaki atau untuk menghasilkan kapiler yang sangat halus. Satu ujung kapiler ini disegel; yang panjang sekitar 6 mm dipecahkan dan ditutup ujungnya sampai menjadi batang kapiler.

Sampel ditambahkan pada sebuah kapiler titik leleh biasa. Kocok atau centrifuge sampai dasarnya, dan kapiler kecil yang baru dibuat ditambahkan ke

kapiler titik leleh. Ini akan nampak seperti Gb. 4.11. Titik didih ditentukan seperti yang dilukiskan di atas, menggunakan Thomas Hoover atau alat titik leleh berpenangas cairan serupa.

#### d. Pertanyaan

1. Apa pengaruh dari sirkulasi yang buruk pada cairan penangas titik leleh pada titik leleh yang teramati ?
2. Apa pengaruh dari suatu pengotor yang tidak larut, seperti Natrium Sulfat, pada titik leleh senyawa yang diamati ?
3. Tiga tabung reaksi, dilabeli dengan A, B dan C, mengandung zat dengan perkiraan titik leleh yang sama. Bagaimana kamu dapat membuktikan tabung reaksi mengandung tiga zat kimia yang berbeda ?
4. Salah satu penyebab yang paling dikenal dari titik leleh yang tidak akurat adalah pemanasan penangas yang terlalu cepat. Dalam keadaan ini bagaimana titik leleh yang teramati akan dibandingkan dengan titik leleh yang sesungguhnya ?
5. Mengapa tidak benar untuk berbicara dari suatu titik leleh ?
6. Apa pengaruh pengeringan sampel yang tidak lengkap (misalnya, pemisahan pelarut rekristalisasi yang tidak sempurna) pada titik leleh ?
7. Yang manakah yang diperkirakan mempunyai titik didih lebih tinggi, t-butil alkohol (2-metil-2-propanol) atau n-butil alkohol (1-butanol).

### 7.2 Penentuan Indeks Bias

#### a. Tujuan

Praktikum penentuan indeks bias memiliki tujuan utama untuk menentukan besarnya indeks bias suatu zat, baik itu zat cair, padat, maupun gas.

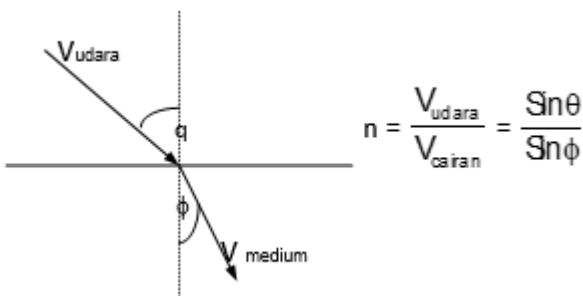
#### b. Pendahuluan

##### • Indeks bias

Indeks bias merupakan sifat fisik zat yang berguna. Suatu zat sering dapat diidentifikasi dengan melalui pengukuran indeks biasnya. Perbandingan indeks bias hasil pengukuran eksperimen dengan data yang terdapat dalam literatur dapat digunakan sebagai petunjuk kemurnian suatu sampel. Jika harga indeks bias sampel sama dengan harga pada literatur, maka sampel tersebut murni.

Indeks bias diturunkan dari fakta bahwa kecepatan cahaya bergerak dipengaruhi oleh kerapatan media yang dilaluiinya. Semakin rapat media yang dilalui maka kecepatan cahayanya semakin lambat. Dengan demikian kecepatan cahaya dalam media yang berwujud gas seperti udara akan berbeda dengan media yang berwujud cair atau padat.

Indeks bias ( $n$ ) didefinisikan sebagai perbandingan kecepatan cahaya dalam udara terhadap kecepatan cahaya dalam medium yang diukur. Kecepatan cahaya mudah diukur dengan menentukan sudut berkas cahaya kepermukaan medium dan sudut pembiasan berkas cahaya dalam medium. Oleh karena itu, indeks bias merupakan bilangan yang menunjukkan perbandingan sinus sudut datang dengan sinus sudut bias cahaya yang melewati suatu medium **Gambar 7.2**.



**Gambar 7.2** Indeks bias.

Indeks bias untuk suatu media tergantung pada dua faktor variabel.

- Suhu. Berat jenis medium berubah dengan perubahan suhu, akibatnya, kecepatan cahaya dalam medium juga berubah.
- Panjang gelombang. Berkas cahaya dengan panjang gelombang berbeda akan memblok dengan besar sudut yang berbeda dalam medium sama sehingga akan menghasilkan pembiasan yang berbeda dalam medium tersebut.

Indeks bias biasanya dilaporkan pada suhu  $20^{\circ}\text{C}$  dengan menggunakan lampu natrium sebagai sumber cahaya. Lampu natrium menghasilkan cahaya kuning dengan panjang gelombang 589 nm, dan diberi lambang D. Pada kondisi ini, indeks bias dilaporkan dalam bentuk sebagai berikut :

$$n_D^{20} = 1,4892$$

Superskrip menunjukkan suhu, dan subscript menunjukkan bahwa cahaya lampu natrium yang digunakan untuk pengukuran. Bila panjang gelombang lain digunakan untuk penentuan indeks bias, D digantikan oleh nilai yang cocok dengan panjang gelombang yang digunakan, biasanya dalam satuan nanometer ( $1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$ ).

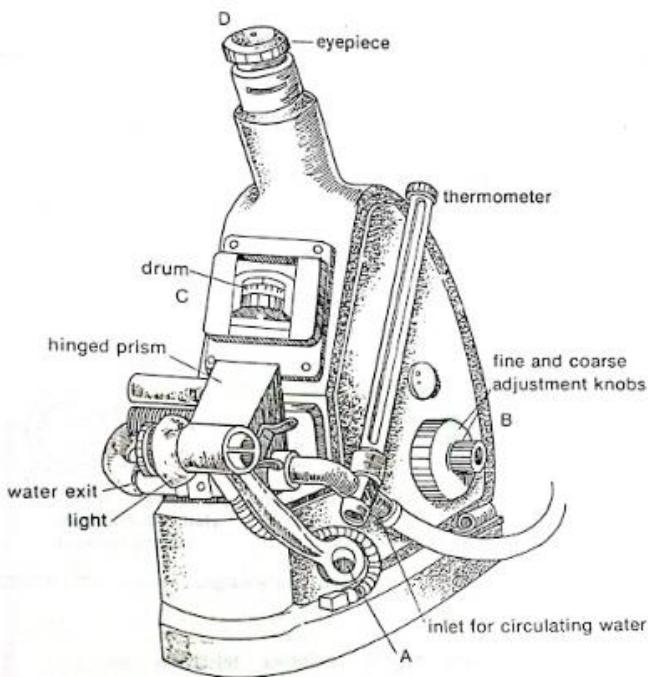
Indeks bias mempunyai harga empat angka di belakang koma, dengan angka desimal keempat merupakan angka perkiraan. Dengan demikian,  $nD$ , adalah tetapan yang sangat akurat untuk suatu zat dan dapat digunakan untuk identifikasi. Harga indeks bias sangat peka terhadap pengotor walaupun jumlahnya sangat sedikit. Adanya pengotor dalam sampel biasanya tidak akan memberikan harga indeks bias yang sama dengan data pada handbook atau sumber literatur lain sampai dua desimal dibelakang koma.

- **Refraktometer Abbe**

Alat yang digunakan untuk mengukur indeks bias disebut Refraktometer. Walaupun banyak jenis refraktometer yang tersedia, tetapi alat yang paling banyak dikenal adalah refraktometer Abbe. Jenis refraktometer ini mempunyai keuntungan-keuntungan berikut :

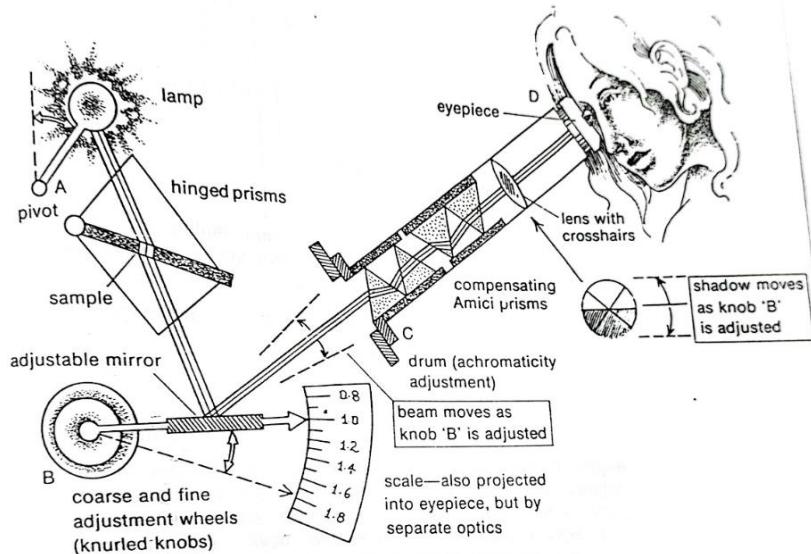
- Cahaya putih dapat digunakan sebagai sumber cahaya, tetapi alat ini dirancang sedemikian rupa sehingga indeks bias yang diperoleh sesungguhnya sama dengan pada cahaya lampu natrium (D).
- Prisma dapat diatur suhunya.
- Hanya sedikit sampel yang diperlukan (beberapa tetes cairan)

Salah satu jenis refraktometer Abbe ditunjukkan pada **Gambar 7.3** berikut.

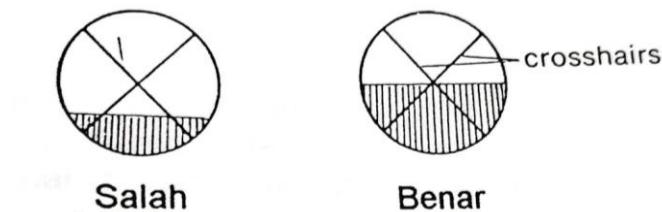


**Gambar 7. 3** Refraktometer Abbe (Bausch and Lomb Abbe 3L).

Diagram di bawah ini menggambarkan susunan optis refraktometer. Huruf A, B, C, dan D menandai bagian-bagian pada gambar refraktometer di atas. Sampel yang diukur dimasukkan di antara dua prisma. Bila sampel adalah cairan dapat mengalir bebas (tidak kental), sampel dimasukkan ke dalam celah sepanjang samping prisma. Pemasukan sampel dapat dilakukan dengan pipet tetes atau alat penetes obat mata. Bila sampel kental, prisma harus dibuka dengan menggerakkan bagian atas refraktometer dan beberapa tetes cairan diteteskan pada prisma bagian bawah sampai semua prisma tertutup dengan lapisan cairan **Gambar 7.3**.

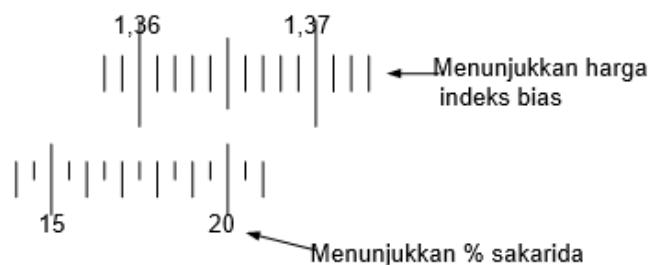


**Gambar 7. 4** Diagram refraktometer Abbe yang disederhanakan.



**Gambar 7. 5** Hasil pengamatan refraktometer.

Hati-hati pipet/alat penetes, jangan sampai mengenai/ menyentuh prisma, karena prisma sangat mudah tergores. Tutup prisma. Atur cahaya yang masuk. Sambil diamati putar makrometer, setelah diperoleh adanya garis perpotongan yang menunjukkan bagian gelap dan terang, putar mikrometer sehingga diperoleh garis batas yang jelas. Baca skala yang menunjukkan besarnya indeks bias **Gambar 7.5**.



**Gambar 7. 6** Skala pada alat refraktometer.

Dalam penentuan harga indeks bias yang diperhatikan hanya bilangan atas saja dengan angka keempat dibelakang koma merupakan angka perkiraan.

Contoh harga indeks bias hasil pengamatan:

$$n_D^{20} = 1,3636$$

- **Pemeliharaan refraktometer**

Ketika menggunakan refraktometer, sebaiknya selalu diingat bahwa bila prisma tergores, alat akan terganggu. Jangan menyentuh prisma dengan objek yang keras. Alat yang termasuk tidak boleh menyentuh prisma adalah pipet dan pengaduk gelas. Gunakan refraktometer pada tempat yang bersih dan kering. Jika pengukuran telah selesai, prisma sebaiknya dibersihkan dengan etanol atau petroleum eter. Tissue lunak dilembabkan dengan pelarut dan dilapkan pada prisma dengan hati-hati. Jika pelarut telah menguap dari permukaan prisma (kering), sebaiknya prisma dikunci. Refraktometer sebaiknya ditinggalkan dalam keadaan prisma tertutup dan dimasukan ke dalam kotak untuk mencegah debu masuk ke dalam alat. Apabila refraktometer menggunakan sumber cahaya listrik, alat sebaiknya dimatikan jika tidak digunakan dalam jangka waktu lama.

- **Koreksi suhu**

Bila indeks bias ditentukan dalam ruangan yang mempunyai suhu tidak 20°C, atau bila air pendingin dengan suhu 20°C tidak dialirkan dalam rangkaian alat, maka koreksi terhadap temperatur harus digunakan. Suhu semakin tinggi indeks bias semakin rendah. Hal ini disebabkan karena kerapatan molekul-molekul penyusun medium semakin renggang dengan meningkatnya suhu. Sehingga pembelokan berkas cahaya semakin kecil dalam medium. Walaupun pengaruh koreksi suhu bervariasi untuk satu kelompok senyawa dengan yang lain, tetapi nilai 0,00045 per derajat celcius berfungsi sebagai angka pendekatan untuk sebagian besar zat. Indeks bias dari zat menurun dengan meningkatnya temperatur.

Contoh, harga indeks bias nitrobenzen 1,5529 pada suhu 25°C. Tentukan harga indeks bias tersebut pada suhu 20°C ( $n_D^{20}$ ).

Koreksi temperatur dilakukan sebagai berikut:

$$n_D^{20} = 1,5506 + 5 (0.00045) = 1,5529$$

**c. Prosedur percobaan**

Buka prisma refraktometer, bersihkan dengan menggunakan kapas beralkohol kemudian keringkan. Teteskan zat yang akan ditentukan indeks biasnya sampai menutup semua permukaan prisma, kemudian tutup prisma. Atur cahaya yang masuk apabila belum jelas. Putar makrometer apabila tidak kelihatan batas gelap terang sampai didapatkan batas tersebut. Untuk mempertajam batas gelas terang putar mikrometer. Kemudian putar kembali makrometer sampai garis batas gelap terang memotong titik perpotongan dua garis diagonal yang saling berpotongan. Baca angka pada layar. Baca harga indeks bias zat.

**d. Pertanyaan**

1. Jelaskan mengapa harga indeks bias semakin kecil dengan semakin tingginya suhu pada waktu pengukuran.
2. Diketahui indeks bias suatu zat cair 1,3118 pada suhu 20°C, tentukan indeks bias zat tersebut pada suhu 27°C.

### **7.3 Penentuan Titik Leleh**

**a. Tujuan**

Praktikum penentuan titik leleh bertujuan untuk menentukan suhu di mana suatu zat murni berubah wujud dari padat menjadi cair pada tekanan atmosfer.

**b. Pendahuluan**

• **Titik leleh**

Titik leleh adalah suhu saat suatu zat padat mulai meleleh. Titik leleh suatu zat ditentukan dengan cara mengukur suhu mulai zat padat meleleh sampai meleleh semuanya. Suatu zat padat murni akan meleleh pada rentang suhu yang kecil, kurang dari 1°C. Proses penentuan titik leleh yang dilakukan pada skala kecil menggunakan zat kurang dari 1 mg. Peralatan yang digunakan sangat sederhana, terdiri dari termometer, pipa kapiler untuk tempat sampel dan suatu penangas.

Titik leleh dapat digunakan untuk karakterisasi sampel yang titik lelehnya sudah diketahui; karakterisasi sampel yang titik lelehnya belum diketahui sebagai data pendukung menentukan jenis zat suatu sampel; menentukan kemurnian suatu senyawa hasil rekristalisasi. Senyawa murni biasanya mempunyai rentang titik leleh yang kecil, sedangkan senyawa yang tidak murni akan meleleh dengan rentang suhu yang besar.

Rekristalisasi digunakan untuk memurnikan zat padat sehingga rentang titik lelehnya akan menurun. Misalnya, suatu zat yang tidak murni meleleh dari 120-124°C dan sesudah direkristalisasi meleleh pada suhu 125-125,5°C. Suatu padatan dianggap murni, bila titik lelehnya tidak naik sesudah rekristalisasi.

Zat padat terdiri dari susunan molekul yang sangat teratur. Jika panas diberikan ke suatu zat padat, molekul-molekul dalam zat padat akan bervibrasi dan mungkin berotasi tetapi tetap berinteraksi satu molekul dengan yang lainnya sehingga wujudnya tetap padat. Apabila suhu yang diberikan dapat mengatasi energi gaya tarik menarik antar satu molekul dengan molekul lainnya maka molekul tersebut akan mengalami gerakan translasi. Hal ini ditandai dengan berubahnya wujud zat dari padat menjadi cair.

Gaya tarik menarik antar satu molekul dengan molekul lain dapat berupa atraksi ionik, gaya Van der Wals, ikatan hidrogen, atau atraksi dipol-dipol. Sebagian besar, tetapi tidak berarti semua, molekul organik di alam berikatan kovalen dan meleleh pada suhu di bawah 300°C. Molekul-molekul organik sering terurai sebelum meleleh. Seperti yang terjadi pada senyawa yang mempunyai ikatan hidrogen kuat (misalnya sukrosa).

Faktor lain yang mempengaruhi titik leleh adalah besarnya molekul dan struktur molekul. Molekul-molekul besar akan mempunyai titik leleh yang lebih tinggi dibandingkan dengan molekul-molekul kecil. Isomer-isomer struktur yang lebih simetris akan mempunyai titik leleh yang lebih tinggi. Enantiomer R dan S yang merupakan isomer optis mempunyai titik leleh yang sama, tetapi rasemat yang merupakan campuran dalam jumlah yang sama senyawa konfigusi R dan S biasanya mempunyai titik leleh

yang lebih tinggi daripada senyawa-senyawa lain yang mempunyai berat molekul yang sama.

Umumnya rentang titik leleh merupakan petunjuk kemurnian suatu zat. Rekristalisasi akan memperbesar zat yang akan dimurnikan dan mengurangi pengotor sehingga rentang titik lelehnya akan menurun.

Pengotor yang akan memperbesar rentang titik leleh adalah pengotor yang larut dalam campuran. Pengotor yang tidak larut dalam campuran tidak akan menurunkan titik leleh. Pengotor tidak perlu berwujud padat tetapi mungkin juga berwujud cair, sehingga dalam rekristalisasi kristal yang diperoleh perlu dikeringkan terlebih dahulu sebelum diuji titik lelehnya.

- **Keakuratan dalam Menentukan Titik Leleh**

Keakuratan titik leleh tergantung pada keakuratan termometer, sehingga latihan pertama dalam percobaan ini adalah mengkalibrasi termometer. Titik leleh dari senyawa murni yang diketahui akan ditentukan kemudian penyimpangannya dicatat sehingga diperoleh koreksi dapat untuk digunakan pada penentuan titik leleh berikutnya.

Faktor paling kritis dalam penentuan suatu titik leleh adalah kecepatan pemanasan. Pada penentuan titik leleh, kenaikan suhu sebaiknya tidak lebih besar dari  $1^{\circ}\text{C}$  per menit. Hal ini mungkin nampak sangat lambat, tetapi ini perlu dilakukan agar panas dari penangas disebarluaskan secara merata pada sampel, gelas dan raksa termometer.

Untuk memperkecil perbedaan waktu antara proses pelelehan dan pemindahan panas, dapat dilakukan selain dengan pengaturan kecepatan pemanasan juga dengan cara:

- Jumlah zat yang dilelehkan harus sedikit
- Zat harus dihaluskan terlebih dahulu dan dimasukkan secara padat ke dalam pipa kapiler.
- Pipa kapiler yang digunakan dindingnya harus tipis dan diameternya kecil.
- Pengaturan pemanasan dapat dilakukan selain dari besar api juga dari jenis penangas yang digunakan:

- ✓ Untuk sampel yang mempunyai titik leleh di bawah 100°C penangas yang digunakan air
- ✓ Untuk sampel yang mempunyai titik leleh antara 100-150°C penangas yang digunakan parafin, gliserin atau minyak yang telah dijenuhkan (dihidrogenasi)
- ✓ Untuk sampel yang mempunyai titik leleh di atas 150°C digunakan melting block, karena sering terjadi timbul asap akibat penguraian cairan penangas.

Dari pengalaman, kita mengetahui kecepatan pelelehan es. Perhatikan percobaan penentuan titik leleh pada sebuah balok es. Karena air meleleh pada 0°C, kita perlu suatu penangas yang mempunyai suhu beberapa derajat di bawah nol. Untuk mengamati titik leleh yang benar dari balok es, kita perlu menaikkan suhu dengan sangat lambat. Balok es akan nampak mulai meleleh pada 0°C, dan bila kita menunggu selama suhu kesetimbangan dipertahankan, es akan meleleh semua pada 0,5°C. Bila kita tidak sabar dan menaikkan suhu terlalu cepat, es akan nampak meleleh diatas rentang 0 sampai 20°C. Penentuan titik leleh yang sama dalam kapiler tidak akan akurat bila kecepatan pemanasan terlalu cepat.

Kecepatan pemanasan adalah faktor paling penting dalam memperoleh titik leleh akurat. Pemanasan tidak boleh lebih cepat dari 1°C/menit.

#### • **Koreksi termometer**

Keakuratan titik leleh tergantung pada keakuratan termometer, sehingga latihan pertama dalam percobaan ini adalah mengkalibrasi termometer. Titik leleh dari senyawa murni yang diketahui akan ditentukan kemudian penyimpangannya dicatat sehingga diperoleh koreksi dapat untuk digunakan pada penentuan titik leleh berikutnya.

Pada penentuan titik leleh dengan suhu titik leleh sampel sedikit di atas suhu kamar, diharapkan suhu termometer di luar alat yang digunakan untuk menentukan titik leleh tidak banyak berbeda dengan suhu di dalam alat, sehingga tidak perlu dilakukan koreksi pada pembacaan suhu. Akan tetapi pada penentuan titik leleh senyawa yang suhu titik lelehnya jauh

lebih besar di atas suhu kamar, misalnya 150°C atau lebih, koreksi perlu dilakukan. Sebab suhu bagian termometer di luar bagian alat akan lebih rendah dari suhu di dalam alat. Kesalahan karena perbedaan suhu ini dapat berkisar antara 2-5°C untuk suhu 200°C dan 3-10°C pada suhu 250°C. Koreksi kesalahan ini diperhitungkan dengan rumus:

$$\text{Koreksi batang } (\text{°C}) = 0,000154(t-t')N$$

di mana:

0,000154 = perbedaan koefisien muai kaca dengan Hg

t = suhu yang dibaca

t' = suhu rata-rata kolom Hg di luar alat yang ditentukan dengan cara membaca suhu termometer lain (kedua) yang reservoir Hg-nya ditempatkan ditengah-tengah antara cairan /blok pemanas dengan (titik) suhu yang ditunjukkan termometer pertama.

N = Panjang Hg, (°C) yang terdapat di antara permukaan cairan/blok pemanas dengan t.

Untuk mendapatkan pengukuran titik leleh yang lebih teliti, berbagai alat sudah dibuat diantaranya alat Koffler untuk penentuan titik leleh secara mikro yang diamati dengan mikroskop.

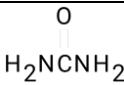
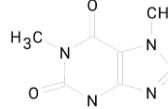
### c. Prosedur Percobaan

#### • Kalibrasi termometer

Tentukan titik leleh zat standar seperti yang ditunjukkan pada tabel. Perbedaan antara nilai yang diperoleh dan yang diperkirakan merupakan koreksi yang harus diperhatikan pada pembacaan temperatur selanjutnya. Bila termometer telah dikalibrasi dengan baik, kemudian tentukan satu atau lebih titik leleh dari zat yang diketahui. Bila titik leleh tidak sesuai dalam rentang 1 °C ulangi penentuan titik leleh.

**Tabel 7. 1** Titik leleh zat standar.

Senyawa	Struktur	Titik leleh (°C)
Naftalena		80-82

Senyawa	Struktur	Titik leleh (°C)
Urea		132,5-133
Sulfanilamida		164-165
Asam 4-toluat		180-182
Antrasena		214-217
Kafeina		234-136,5

- **Cara Menentukan Titik Leleh Suatu Zat**

Haluskan zat yang akan diperiksa titik lelehnya. Ambil pipa kapiler yang berdiameter + 1-1,5 mm dengan tinggi + 5 cm. Bakar salah satu ujungnya sampai tertutup rapat. Masukkan sampel ke dalam pipa kapiler dengan cara mengetuk-ngetukan ujung pipa kapiler yang terbuka di atas zat dalam kaca arlogi sampai terisi + 2 mm (bisa diamati) dan cukup rapat. Untuk membantu supaya zat mudah turun pada bagian bawah pipa kapiler yang tertutup bisa menggunakan bantuan corong gelas berleher panjang atau pipa, dengan cara menjatuhkan pipa kapiler yang berisi zat dalam corong atau pipa berulang-ulang. Tempelkan pipa kapiler yang berisi zat pada termometer dengan ujung pipa kapiler yang tertutup tingginya sejajar dengan ujung termometer kemudian ikat dengan benang. Masukan ke dalam penangas. Panaskan penangas tersebut dengan cepat sampai suhu 20°C di bawah titik leleh yang akan diukur. Panaskan penangas dengan kecepatan pemanasan 1°C per menit sampai zat tersebut meleleh. Catat suhu mulai zat memeleh dan memeleh semuanya. Hentikan pemanasan kemudian catat suhu saat kristal terbentuk kembali.

#### d. Tugas

Tentukan masing-masing titik leleh!

**Tabel 7.2** Hubungan antara titik leleh dengan komposisi

Senyawa		Campuran	Titik leleh	Rentang titik leleh
A	B			
Asam sinamat	-	-		
-	Urea	-		
Asam sinamat	Urea	4:1		
Asam sinamat	Urea	1:1		
Asam sinamat	Urea	1:4		

Gambarkan diagram hubungan antara titik leleh dengan komposisi!

#### e. Pertanyaan

1. Bagaimanakah pengaruh sirkulasi cairan penangas yang kurang baik terhadap data titik leleh yang teramati hasil percobaan?
2. Bagaimanakah pengaruh zat pengotor yang tidak larut, seperti natrium sulfat pada titik leleh suatu senyawa?
3. Tiga tabung reaksi, dilabeli dengan A, B dan C, mengandung zat dengan perkiraan titik leleh yang sama. Bagaimana kita dapat membuktikan masing-masing tabung reaksi mengandung tiga zat kimia yang berbeda ?
4. Salah satu penyebab yang ketidak akuratan dalam menentukan titik leleh adalah pemanasan penangas yang terlalu cepat. Dalam keadaan ini bagaimana titik leleh yang teramati bila dibandingkan dengan titik leleh yang sesungguhnya ?
5. Apa pengaruh pengeringan sampel yang tidak sempurna (misalnya, pemisahan pelarut rekristalisasi yang tidak sempurna) pada titik leleh ?

### 7.4 Penentuan Bentuk Kristal

#### a. Tujuan

Praktikum penentuan bentuk kristal memiliki tujuan utama untuk mengidentifikasi dan mengklasifikasikan bentuk kristal dari suatu zat padat. Bentuk kristal merupakan karakteristik fisik yang unik bagi setiap jenis zat padat dan dapat memberikan informasi penting tentang struktur kristal dan komposisi kimia zat tersebut.

## b. Pendahuluan

- **Bentuk kristal**

Kristal adalah suatu padatan yang terbentuk dari atom-atom dalam suatu susunan berpola yang sangat teratur. Kristal yang berkembang dengan baik mempunyai bentuk teratur yang terlihat jelas sebagai hasil dari pengaturan geometris atom-atomnya. Kristal seperti ini mempunyai permukaan yang datar dan halus yang saling berpotongan untuk membentuk sudut yang tajam. Permukaan ini disebut muka kristal, yang menunjukkan hubungan simetris tertentu. Muka kristal dari suatu zat yang sama selalu bertemu pada sudut yang sama tanpa memperhatikan bentuk dan ukurannya

Kristalisasi adalah proses dimana suatu materi tumbuh menjadi kristal. Kristal mungkin tumbuh dari uap, larutan, atau lelehan. Jika tekanan atau temperatur diperendah atau terjadi penguapan, atom-atom dalam zat yang bersangkutan bergerak saling mendekat satu sama lain. Dalam banyak kasus, kristalisasi juga akan berlangsung pada sebuah inti kristal, yaitu suatu pengotor atau sepotong kecil kristal yang mengandung suatu partikel atau kumpulan atom-atom. Atom-atom kemudian akan berkumpul pada inti dan membentuk suatu satuan struktur yang disebut sel unit atau sel satuan sampai akhirnya membentuk suatu padatan kristalin. Suatu kristal berkembang dalam ukuran melalui penambahan atom-atom pada permukaan terluarnya dalam suatu jaringan sel satuan yang berkembang. Atom-atom baru tersebut harus cocok ukurannya dan mempunyai jumlah dan karakteristik ikatan yang cocok sehingga sesuai dengan pertumbuhan kristal.

Dalam beberapa kasus, kristal berkembang dengan permukaan seperti cermin, halus. Kristal seperti ini disebut euhedral. Di alam, kristal euhedral jarang terjadi karena kristal tersebut hanya terbentuk dalam ruang yang tanpa batas, di mana kristal dapat tumbuh tanpa persentuhan dengan kristal lain. Sebagian besar kristal adalah subhedral yaitu mempunyai bentuk permukaan yang buruk, kasar atau berbintik-bintik. Beberapa batu-batuan tersusun dari kristal anhedral, yang tidak

mempunyai permukaan sama sekali. Sebagian besar batu-batuan tersusun dari kristal anhedral.

- **Klasifikasi kristal**

Kristal diklasifikasikan merujuk pada simetri suatu pengaturan permukaan yang seimbang. Terdapat tiga dasar keadaan simetri kristal, yaitu bidang simetri, sudut simetri, dan pusat simetri.

Suatu bidang simetri adalah suatu bidang imajiner (khayal) yang membagi kristal menjadi dua bagian yang identik. Suatu sudut simetri adalah sebuah garis imajiner/khayal yang melalui pusat kristal. Jika suatu kristal dirotasikan  $360^\circ$  disekitar sudut ini, muka-muka yang identik akan muncul dari dua sampai enam kali. Bila muka yang sama muncul setelah diputar dua kali, sudut adalah suatu sudut simetri dualipat. Bila muncul setelah tiga kali, sudut adalah tigalipat. Suatu kristal mempunyai sebuah pusat simetri bila sisa lawannya identik. Sebagian besar kristal mempunyai sebuah pusat simetri.

Semua kristal dapat dikelompokkan ke dalam satu dari 32 kombinasi simetri yang mungkin. Kombinasi-kombinasi ini, secara garis besar dapat diklasifikasikan menjadi tujuh bentuk kristal umum. Bentuk-bentuk ini adalah (1) isometrik, (2) tetragonal (3), heksagonal, (4) rombohedral, (5) Orthorombik, (6) monoklinik, dan (7) triklinik. Setiap bentuk dilukiskan dalam batasan tiga sudut imajiner yang disebut sudut-sudut kristalografik, yang saling berpotongan di pusat kristal.

Bentuk kristal ini merupakan salah satu sifat fisik yang berguna. Identifikasi suatu suatu zat padat dapat dilakukan dengan melihat bentuk kristalnya, yaitu dengan membandingkan bentuk kristal yang diamati dengan bentuk kristal suatu zat yang terdapat dalam literatur sebagai hasil pengamatan eksperimen untuk zat-zat yang benar-benar murni.

- **Bentuk isometrik**

Bentuk isometrik mempunyai tiga sudut sama sisi yang saling tegak lurus satu sama lain. Kristal isometrik yang paling sederhana adalah kubus. Bentuk lainnya adalah oktahedron, yang mempunyai delapan sisi yang terdiri dari segitiga-segitiga yang ekivalen.

- **Bentuk tetragonal**

Kristal tetragonal mempunyai tiga sudut yang saling berpotongan pada sudut yang tepat. Dua dari sudut tersebut mempunyai besar yang sama. Bentuk tersederhana dari kristal tetragonal adalah prisma yang sisi-sisinya adalah persegi panjang, sedangkan puncak dan alasnya adalah bujur sangkar. Kristal tetragonal lain termasuk piramid bersisi delapan. Sisi-sisinya terbuat dari segitiga identik, yang merupakan segitiga dengan dua sisi yang sama (segitiga samakaki).

- **Bentuk heksagonal**

Kristal heksagonal mempunyai empat sudut. Tiga dari sudut-sudut itu mempunyai besar yang sama dan terletak pada bidang horizontal dengan sudut satu sama lain  $120^\circ$ . Sudut keempat tegak lurus terhadap yang lain. Kristal heksagonal tersederhana adalah prisma yang mempunyai enam muka persegi panjang yang paralel terhadap sudut keempat.

- **Bentuk rhombohedral**

Beberapa kristalograper mempertimbangkan sistem rombohedral merupakan bagian dari sistem heksagonal sebab kedua bentuk ini dapat didefinisikan dalam batasan sudut yang sama. Walaupun begitu, terdapat satu perbedaan utama di antara keduanya. Sudut vertikal dari kristal rhombohedral merupakan suatu sudut simetri tiga lipat, sedangkan kristal heksagonal adalah sudut enam lipat. Kristal tersederhana dalam sistem rhombohedral adalah enam muka rhomboidal, masing-masing mengandung suatu parallelogram yang sama.

- **Bentuk orthorombik**

Kristal orthorombik mempunyai tiga sudut besar tidak sama yang saling bertotongan pada sudut yang tepat. Kristal paling sederhana dari jenis ini adalah sebuah prisma orthorombik dengan tiga set muka persegi panjang yang tidak serupa dan bertemu pada sudut yang tepat.

- **Bentuk monoklinik**

Kristal monoklinik mempunyai tiga sudut dengan besar yang berbeda. Dua dari sudut tersebut saling tegak lurus satu sama lain, tetapi yang ketiga miring. Kristal monoklinik sederhana mempunyai dua muka rhomboidal dan empat persegi panjang. Permukaan bagian atas dan bawahnya miring.

- **Bentuk triklinik**

Kristal triklinik mempunyai tiga sudut yang tidak sama besarnya. Tak satupun sudut-sudutnya yang saling tegak lurus. Muka dari kristal ini semua berbeda dan tidak bertemu pada sudut yang lurus.

Selain zat padat yang berbentuk kristal, sebetulnya terdapat zat padat yang amorf. Kalau zat padat kristal mempunyai susunan partikel yang teratur, maka zat madat amorf tidak mempunyai susunan partikel yang teratur. Zat padat amorf mempunyai rentang titik leleh yang besar; dan bersifat isotropik (yaitu sifat-sifatnya seperti kekuatan mekanis, indeks bias, konduktifitas listrik, adalah sama segala arah, seperti halnya zat cair dan gas).

Untuk mengamati bentuk kristal yang cukup kecil dari suatu zat perlu menggunakan alat khusus, yaitu mikroskop. Suatu mikroskop optis mempunyai satu kaca atau lebih yang merefraksi cahaya yang melaluinya, atau dipantulkan oleh lensa. Cahaya yang direfraksi membentuk suatu bayangan yang membuat spesimen (kristal) nampak lebih besar dari sebenarnya.

Mikroskop optis paling sederhana adalah sebuah kaca pembesar, yang hanya mempunyai satu lensa. Kaca pembesar yang terbaik dapat memperbesar obyek 10 sampai 20 kali. Kekuatan pembesaran dilambangkan dengan bilangan dan singkatan X (kali). Misalnya, kaca pembesar 10x memperbesar suatu spesimen sebanyak 10 kali. Suatu mikroskop gabungan menggunakan dua set lensa atau lebih yang berfungsi sebagai suatu unit dan dirujuk sebagai suatu sistem lensa. Suatu mikroskop gabungan mempunyai sebuah lensa mata, atau sistem lensa

okuler, sering disederhanakan dengan okuler; dan satu atau lebih sistem lensa objektif, sering disebut objektif.

Dalam mikroskop dengan hanya satu objektif, sistem lensa dan okuler diletakkan pada ujung lawan dari tabung. Objektif menghasilkan suatu image yang dibesarkan dari suatu contoh. Okuler kemudian memperbesar image ini.

Dalam mikroskop dengan dua atau lebih objektif, objektif dilekatkan dalam suatu nosepiece berputar yang dihubungkan pada ujung tabung berlawanan dengan okuler. Orang yang menggunakan mikroskop memutar nosepiece untuk mengatur satu dari objektif dengan pembukaan pada ujung tabung. Objektif ini bekerja dengan okuler untuk mengatur pembesaran yang diinginkan. Beberapa mikroskop gabungan mempunyai tiga objektif yang membesarkan 4 x, 10x, dan 40x. Jika menggunakan okuler 10x, mikroskop ini melakukan pembesaran 40x, 100x, dan 400x.

Dalam menambah pembesaran suatu contoh, sebuah mikroskop harus menghasilkan suatu gambaran yang jelas. kemampuan ini disebut resolving power atau resolution dari mikroskop. Dalam sebuah mikroskop optis, panjang gelombang (jarak antara dua puncak) dari gelombang cahaya memperjelas pencahayaan contoh dalam batas kemampuan resolusinya. Panjang gelombang dari cahaya tampak berkisar dari 400 sampai 700 $\text{\AA}$  (Angstrom)

Mikroskop optik terbaik tidak dapat mengubah bagian dari contoh yang terdekat bersama-sama lebih dari 200 $\text{\AA}$ . Untuk memperoleh resolusi yang lebih tinggi harus menggunakan mikroskop jenis lain.

- **Bagian-bagian dari mikroskop optis**

Sebagian besar mikroskop optis yang digunakan mempunyai tiga bagian utama : (1) Tabung, yang telah dijelaskan sebelumnya (2) Kaki dan (3) Badan. Kaki adalah dasar dari instrumen. Badan adalah bagian yang menyokong tabung. Pada ujung bagian terendah dari badan ini adalah cermin. Cermin memantulkan cahaya untuk menyinari sampel. Tabung dapat digerakan dengan memutar tombol pengatur kasar.

Gerakan ini untuk membuat fokus mikroskop. Suatu tombol pengaturan halus menggerakkan tabung pada suatu jarak yang kecil untuk pemfokusan akhir dari objektif berkekuatan tinggi.

- **Kekuatan Pembesaran**

Kekuatan pembesaran mikroskop ditentukan oleh pembesaran objektif dan okuler. Misalnya, jika objektif dengan pembesaran 10x dan okuler 10x, maka pembesaran sampai 100x. Artinya, diameter dari slide yang diamati diperbesar 100x. Jika pembesaran ditambah artinya memperkecil lingkungan pandangan pada slide. Dalam mengamati suatu objek harus dimulai dari pembesar yang kecil. Misalnya 10x kemudian pada 40x.

- **Cara Mendapatkan Fokus**

Jangan sekali-kali memutar fokus ke arah mendekati meja preparat. Selalulah memutar fokus menjauhi meja preparat. Jepitlah slide tepat di bawah objektif. Putar fokus hampir mendekati slide. Putar dengan arah objektif menjauhi meja preparat secara pelan-pelan sampai bentuk kristal terlihat jelas.

- **Pencahayaan**

Untuk dapat melihat mikroskop dengan baik memerlukan cahaya. Besarnya cahaya yang masuk pada mikroskop sama dengan pantulan cahaya dari cermin di bawah meja. Cermin dapat digeser untuk memperoleh cahaya yang sempurna. Kadangkala hasil pengamatan terlihat lebih tajam jika cermin diputar pada salah satu sisi, dimana sinar masuk melalui cermin dipantulkan melalui lubang meja. Hindarkan penggunaan sinar langsung untuk melindungi dari pandangan yang menyilaukan mata. Bila menggunakan cahaya buatan, gunakan lampu 10 Watt atau lebih kecil. Dengan meletakkan beberapa cm dari cermin akan memberikan penerangan yang cukup. Beberapa mikroskop sekarang dalam penerangannya telah menggunakan listrik sebagai sumber cahaya.

- **Pemeliharaan Mikroskop**

Mikroskop merupakan alat optik. Oleh karena itu harus dijaga dengan hati-hati. Jika tidak digunakan tutuplah dengan plastik dan masukkan ke dalam kotak penyimpanan.

Untuk mendapatkan pandangan yang jelas lensa-lensa dari objektif dan okuler harus dijaga tetap bersih. Gelas-gelas untuk peralatan optik selalu lebih lembut daripada gelas-gelas untuk perlengkapan lainnya (seperti jendela, botol dll.). Oleh karena itu mudah tergores. Gunakan tisu lensa dan penyemprot udara untuk membersihkannya. Cucilah lensa dengan menggunakan alkohol atau lebih baik dengan menggunakan xylol. Caranya teteskan pada kapas kemudian gosokan pada lensa tersebut. Keringkan dengan menggunakan kapas yang bersih dan kering. Jangan membiarkan lensa basah karena akan mudah terjadi jamur.

c. **Prosedur Percobaan**

- **Pembuatan preparat**

Bersihkan kaca objek dengan air, keringkan dan gosok dengan alkohol. Buatlah larutan jenuh zat padat yang akan diamati bentuk kristalnya dengan cara melarutkan zat tersebut dalam sedikit pelarut. Celupkan ujung batang pengaduk dengan hati-hati ke dalam larutan jenuh di atas, kemudian teteskan pada slide. Ratakan larutan pada slide dengan memiringkannya. Jangan digosok dengan batang pengaduk. Biarkan larutan sampai kristalnya tumbuh (larutan tampak mengering).

- **Penggunaan mikroskop**

Letakkan mikroskop ditempat yang mendapat cahaya maksimal. Jauhkan lensa objektif dari meja preparat. Letakkan preparat pada meja preparat tepat ditengah-tengah lubang meja. Gunakan lensa objektif berkekuatan pembesaran rendah pada kedudukannya. Arahkan cermin ke arah cahaya sehingga diperoleh penerangan yang maksimal. Dekatkan lensa objektif ke kaca objek kira-kira 4 mm. Jauhkan lensa objektif sampai bayangan objek terlihat jelas. Gunakan pengatur fokus halus sampai bayangan objek terlihat jelas sekali. Geser kaca objek ke kiri/kanan atas/bawah sampai bentuk kristal yang baik diperoleh. Jika

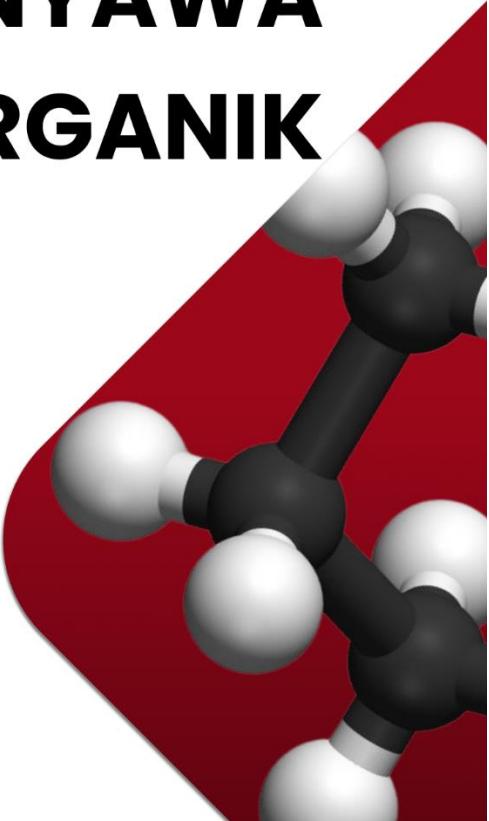
ukuran pembesaran belum cukup, ganti lensa objektif dengan pembesaran yang lebih tinggi (40x). Untuk penggunaan lensa objektif 100x tetesa preparat dengan olive oil. Gunakan pengatur fokus halus sampai objek terlihat jelas.

**d. Pertanyaan**

1. Apa yang dimaksud dengan larutan belum jenuh, tepat jenuh, dan lewat jenuh?
2. Perlakuan apa yang dimaksud dengan kisi kristal dan sel satuan.
3. Apa yang mempengaruhi kekuatan suatu kristal?
4. Bagaimana atom-atom tersusun dalam kristal?
5. Mengapa beberapa kristal dapat terbelah?

# **BAB 8**

## **PEMISAHAN DAN PEMURNIAN SENYAWA ORGANIK**



Sangat jarang ditemukan reaksi organik yang dapat menghasilkan produk yang 100% murni. Produk reaksi senyawa organik biasanya berupa campuran beberapa senyawa, seperti produk samping, bahan baku yang tidak/belum turut bereaksi, pelarut dan katalis yang digunakan dalam reaksi. Oleh karena itu, agar dapat dihasilkan senyawa yang murni, perlu dilakukan proses pemurnian.

## **8.1 Sublimasi**

### **a. Tujuan**

- Memisahkan dan memurnikan naftalena atau p-diklorobenzene dari sampel kapur barus dengan metode sublimasi.
- Menentukan titik leleh naftalena atau p-dikhlorobenzene murni hasil sublimasi.

### **b. Pendahuluan**

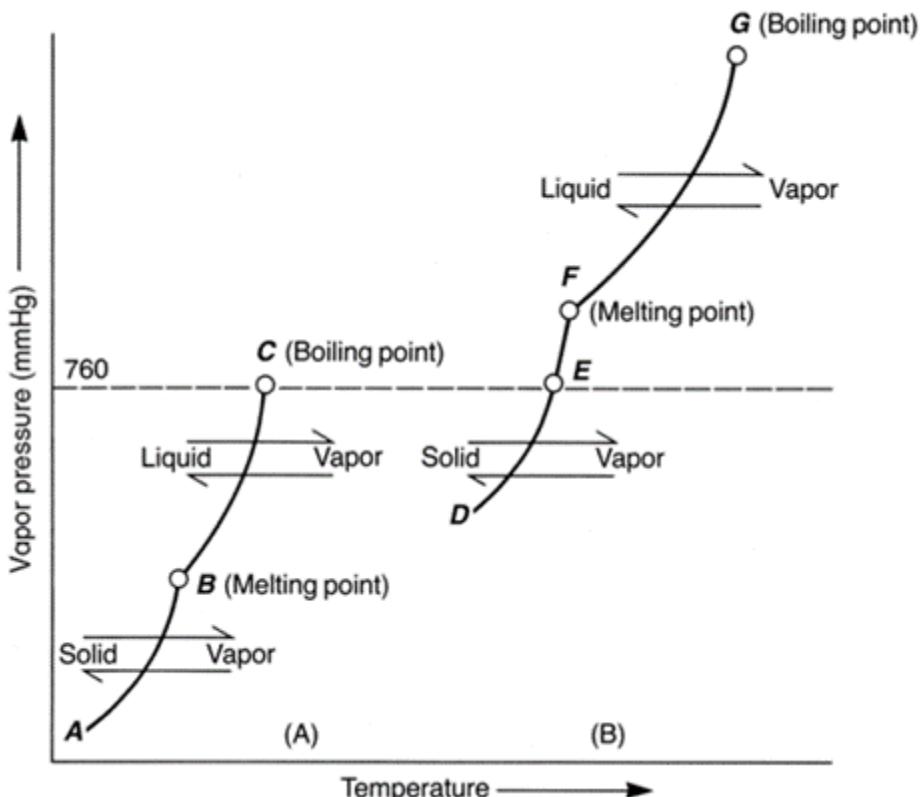
Sublimasi adalah proses perubahan zat dari fase padat langsung menjadi gas dan gas dikondensasi langsung menjadi padat tanpa melalui fase cair. Untuk bisa menyublim, suatu zat padat harus mempunyai tekanan uap relatif tinggi pada suhu di bawah titik lelehnya. Pemurnian dengan teknik sublimasi bisa berhasil jika pengotor memiliki tekanan uap relatif lebih rendah dibandingkan zat yang ingin disublimasi.

Pemanasan yang dilakukan terhadap senyawa organik akan menyebabkan terjadinya perubahan fasa sebagai berikut:

- Apabila zat tersebut pada temperatur kamar berada dalam keadaan padat, pada tekanan tertentu zat padat tersebut akan meleleh, kemudian mendidih. Di sini terjadi perubahan fasa dari padat, cair kemudian gas.
- Apabila zat tersebut pada temperatur kamar berada dalam keadaan cair, pada tekanan tertentu dan temperatur tertentu pula (pada titik didihnya) akan berubah menjadi fasa gas.
- Apabila zat pada temperatur kamar berada dalam keadaan padat, pada temperatur tertentu akan langsung berubah menjadi fasa gas, tanpa melalui fasa cair terlebih dahulu.

Sebaliknya pendinginan yang dilakukan terhadap suatu zat akan menyebabkan pula terjadinya perubahan fasa zat tersebut, perubahan fasa yang dialami zat tersebut:

- Suatu zat dalam keadaan cair akan berubah menjadi fasa padat.
- Suatu zat berada dalam fasa uap akan berubah menjadi fasa cair, kemudian menjadi fasa padat.
- Suatu zat berada dalam fasa uap langsung berubah menjadi fasa uap, tanpa melalui fasa cair.



**Gambar 8.1** Kurva tekanan uap untuk padatan dan cairan.

- (A) Senyawa ini menunjukkan transisi normal padatan menjadi cairan kemudian gas pada tekanan 760 mmHg. (B) Senyawa ini menunjukkan transisi padatan menjadi gas pada tekanan 760 mmHg.

**Gambar 8.1** menunjukkan kurva hubungan antara tekanan uap fase padat dan cair untuk dua senyawa yang berbeda. Garis AB dan DF merupakan kurva sublimasi, dimana terjadi kesetimbangan antara padatan dan uap. Pada garis BC dan FG terjadi kesetimbangan antara fase cair dan uap. Senyawa A menunjukkan perubahan wujud zat yang normal ketika padatan dipanaskan berubah menjadi cair kemudian menuju fase gas. Hal yang perlu diperhatikan

bahwa tekanan eksternal, dalam hal ini tekanan atmosfer (760 mmHg), lebih besar daripada tekanan uap fase padat-cair untuk senyawa A pada titik lelehnya. Tekanan uap senyawa A akan meningkat seiring dengan meningkatnya suhu sepanjang kurva AB hingga senyawa A meleleh pada suhu B. Pada suhu B, tekanan uap antara fase padat dan cair adalah sama. Ketika suhu semakin ditingkatkan, tekanan uap akan semakin meningkat pula sepanjang kurva BC, hingga cairan mendidih pada suhu C.

Berbeda halnya dengan senyawa A, senyawa B (Gambar 4B) memiliki tekanan uap yang relatif tinggi sehingga dapat menguap seluruhnya pada suhu di bawah titik lelehnya. Jika diperhatikan, tekanan eksternal (760 mmHg) lebih kecil dibandingkan tekanan uap fase padat-cair pada titik lelehnya. Tekanan uap padatan B akan meningkat seiring dengan kenaikan suhu sepanjang kurva DF. Namun, tekanan uap padatan mencapai tekanan atmosfer (titik E) sebelum titik leleh pada F tercapai. Dengan demikian, sublimasi terjadi pada titik E dan padatan tersebut tidak mengalami proses peleahan pada tekanan atmosfer. Agar padatan meleleh, tekanan eksternal yang diberikan harus lebih besar daripada tekanan uap pada titik F. Beberapa senyawa yang memiliki sifat seperti senyawa B adalah karbondioksida, perfluorosikloheksana, dan heksakloroetana, dimana ketiga senyawa ini memiliki tekanan uap di atas 760 mmHg pada titik lelehnya.

### c. Alat dan Bahan

- Cawan penguapan
- Kaca arloji
- Gelas kimia 100 mL
- *Hot plate*
- Lumpang dan alu
- Pipa kapiler
- Melting point apparatus
- Neraca analitik
- Kapur barus
- Bongkahan es

#### d. Prosedur

Timbang sekitar 1 gram sampel kapur barus yang telah digerus kemudian tempatkan dalam cawan penguapan. Tutup cawan dengan kaca arloji kemudian letakkan gelas kimia berisi bongkahan es di atas kaca arloji sebagai pendingin. Lakukan pemanasan secara perlahan hingga tidak ada lagi padatan yang terbentuk pada kaca arloji. Kumpulkan kristal yang menempel pada kaca arloji. Timbang dan tentukan titik leleh padatan hasil sublimasi dan bandingkan dengan data titik leleh pada literatur. Bandingkan pula titik lelehnya dengan titik leleh sampel kapur barus semula. (**Petunjuk:** lihat kemasan kapur barus dan catat senyawa aktif yang terkandung pada kapur barus tersebut). Hitung persen perolehan naftalena atau *p*-diklorobenzena dan persen kesalahan pengukuran titik leleh dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ Perolehan kembali} = \frac{\text{berat kristal}}{\text{berat sampel}} \times 100$$

$$\% \text{ Kesalahan} = \frac{\text{nilai dari literatur} - \text{nilai dari percobaan}}{\text{nilai dari literatur}} \times 100$$

#### e. Tugas Pendahuluan

1. Sebutkan syarat zat yang dapat dimurnikan dengan cara sublimasi? Berikan contohnya!
2. Sebutkan keuntungan pemurnian zat menggunakan teknik sublimasi!
3. Mengapa api/pemanasan yang digunakan pada proses sublimasi harus kecil?
4. Jelaskan perbedaan teknik sublimasi pada tekanan atmosfer dan sublimasi vakum (pada tekanan tereduksi)!
5. Sebanyak 0,320 gram sampel ekstrak kasar (*crude extract*) kafein disublimasi sehingga diperoleh 0,167 gram kafein murni. Berapakah persen perolehan (*percent recovery*) sublimasi?

### 8.2 Rekrystalisasi Asam Benzoat

#### a. Tujuan

- Memisahkan asam benzoat dari pengotornya dengan metode rekrystalisasi.
- Menentukan persen perolehan kembali (% recovery) asam benzoat hasil rekrystalisasi.
- Menentukan titik leleh asam benzoat murni.

## b. Pendahuluan

Rekristalisasi merupakan teknik pemurnian suatu zat padat dari campuran/pengotornya dengan cara mengkristalkan kembali zat tersebut setelah dilarutkan dalam pelarut yang sesuai. Prinsip: 1) perbedaan kelarutan antara zat yang akan dimurnikan dengan kelarutan pengotornya; 2) perbedaan kelarutan zat yang akan dimurnikan dalam pelarut panas dengan kelarutan zat dalam pelarut dingin. Salah satu hal yang penting dalam melakukan rekristalisasi adalah menentukan pelarut yang sesuai untuk zat yang akan dikristalkan. Idealnya, zat yang akan dikristalkan sangat larut pada titik didih pelarut, tetapi sedikit larut pada suhu ruang. Tahapan rekristalisasi terdiri dari:

- Pemilihan pelarut
- Pelarutan sampel
- Pemisahan pengotor dan penyaringan pada kondisi panas (hot filtration)
- Pendinginan
- Pengumpulan, pencucian, dan pengeringan kristal

Apabila larutan zat yang rekristalisasi berwarna sedangkan produk yang dihasilkan tidak berwarna, maka warna larutannya dapat dihilangkan menggunakan karbon aktif. Namun, penambahan karbon aktif harus diperhatikan karena karbon aktif yang berlebih dapat mengadsorb zat yang direkristalisasi.

Dalam memilih pelarut yang sesuai untuk rekristalisasi, terdapat beberapa hal yang perlu diperhatikan:

- Zat pelarut hanya dapat molarutkan zat yang akan direkristalisasi dalam keadaan panas. Oleh karena itu, zat yang akan direkristalisasi dapat larut sedangkan pengotornya tidak.
- Pilih zat pelarut yang memiliki titik didih relatif rendah agar mempermudah proses pengeringan kristal.
- Pilih pelarut yang memiliki titik didih lebih rendah daripada titik leleh zat yang direkristalisasi.
- Pelarut tidak bereaksi dengan zat yang akan dilarutkan.

### c. Alat dan Bahan

#### Alat:

- Labu Erlenmeyer 250 mL
- Gelas kimia 250 mL
- Pipet tetes
- Pemanas listrik
- Batu didih
- Corong pendek
- Spatula
- Corong Buchner
- Labu vakum/ labu Buchner
- Kaca arloji
- Pipa kapiler
- Melting point apparatus
- Statif dan klem
- Neraca analitik

#### Bahan:

- Air
- Sampel asam benzoat
- Karbon aktif
- Kertas saring

### d. Prosedur

Ambil sedikit sampel asam benzoat untuk kemudian diukur titik lelehnya dan dibandingkan dengan titik leleh asam benzoat murni hasil rekristalisasi. Timbang sampel asam benzoat sebanyak  $\pm$  1 gram ke dalam labu Erlenmeyer. Didihkan  $\pm$  200 mL air dalam gelas kimia (tambahkan batu didih). Tambahkan air panas sedikit demi sedikit ke dalam labu Erlenmeyer berisi sampel sambil diaduk hingga semua sampel tepat larut (**petunjuk:** gunakan sesedikit mungkin pelarut untuk memastikan agar rekristalisasi bisa berlangsung dengan baik). Panaskan larutan sampel di atas pemanas listrik untuk memastikan sampel tetap dalam keadaan larut.

Jika masih terdapat sampel yang belum larut meskipun air panas telah ditambahkan secara terus-menerus, maka kemungkinan zat padat yang tidak larut tersebut berasal dari pengotor yang memiliki kelarutan rendah dalam air panas. Saring dalam keadaan panas (*hot filtration*) kemudian tampung filtratnya ke dalam labu Erlenmeyer kosong.

Jika larutan sampel berwarna, tambahkan sedikit karbon aktif ( $\pm$  1 sendok spatula) kemudian aduk hingga warna larutan hilang. Jangan menambahkan karbon aktif ke dalam larutan sampel yang sedang dipanaskan. Dinginkan larutan hingga suhu di bawah titik didih pelarut, kemudian tambahkan karbon aktif. Panaskan kembali larutan sampel yang telah ditambahkan karbon aktif selama 2-3 menit kemudian saring dalam keadaan panas (*hot filtration*) dengan menggunakan corong pendek dan kertas saring bergalur (*fluted filter paper*). Sebelum penyaringan dilakukan, basahi kertas saring dengan air panas. Bilas labu Erlenmeyer dengan sedikit air panas sebanyak 2-3 kali untuk memastikan seluruh karbon aktif telah tersaring. Bilas pula kertas saring dengan air panas untuk memastikan tidak ada produk yang mengkrystal pada kertas saring.

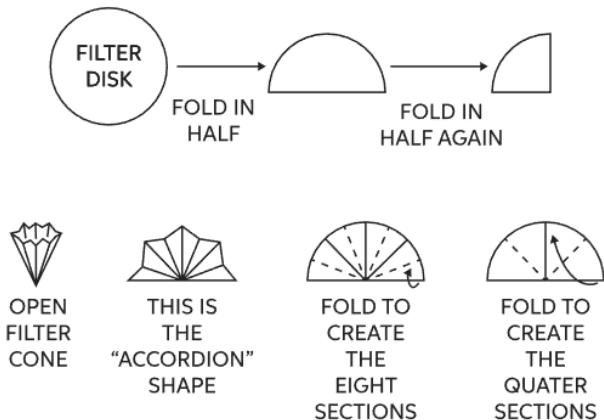
Setelah penyaringan, jenuhkan larutan sampel dengan cara memanaskan kembali pelarut hingga padatan atau lapisan keruh mulai terbentuk, kemudian tambahkan sedikit air panas untuk melarutkan kembali padatan tersebut. Tutup labu Erlenmeyer dengan kertas saring kemudian dinginkan larutan sampel pada suhu ruang. Jika kristal belum terbentuk, masukkan labu Erlenmeyer ke dalam penangas es dan biarkan kristal asam benzoat terbentuk.

Saring kristal yang terbentuk dengan menggunakan corong Buchner. Sebelum penyaringan dimulai, basahi kertas saring dalam corong Buchner dengan sedikit air dingin. Setelah kristal disaring, bilas labu Erlenmeyer dengan air dingin untuk memastikan seluruh kristal telah terpindahkan ke dalam kertas saring. Bilas pula kristal dalam kertas saring dengan menggunakan air dingin. Keringkan kristal asam benzoat di udara kemudian timbang beratnya. Ukur titik leleh kristal asam benzoat murni dan bandingkan titik lelehnya dengan sampel asam benzoat dan literatur. Hitung persen kesalahan penentuan titik leleh. Hitung perolehan kristal asam benzoat dan persen kesalahan pengukuran titik leleh dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ Perolehan kembali} = \frac{\text{berat kristal}}{\text{berat sampel}} \times 100$$

$$\% \text{ Kesalahan} = \frac{\text{nilai dari literatur} - \text{nilai dari percobaan}}{\text{nilai dari literatur}} \times 100$$

Cara melipat kertas saring bergalur (*fluted filter paper*) **Gambar 8.2.**



**Gambar 8. 2** Cara melipat kertas saring.

#### d. Tugas Pendahuluan

1. Jelaskan kriteria pelarut yang sebaiknya digunakan untuk rekristalisasi!
2. Jelaskan prinsip dasar rekristalisasi!
3. Apa fungsi penambahan karbon aktif? Mengapa penambahan karbon aktif tidak boleh terlalu banyak?
4. Mengapa larutan harus disaring dalam keadaan panas?
5. Jika kristal sulit terbentuk, sebutkan cara-cara yang dapat dilakukan untuk menginduksi pembentukan kristal!

### 8.3 Destilasi Sederhana

#### a. Pendahuluan

Destilasi adalah suatu proses yang didahului dengan penguapan senyawa cair dengan memanaskannya, kemudian mengembunkan uap yang terbentuk. Dasar dari destilasi adalah perbedaan titik didih dari zat-zat cair dalam campuran zat cair tersebut yang titik didihnya terendah akan menguap lebih dahulu, kemudian apabila didinginkan akan mengembun.

Destilasi adalah teknik yang sering digunakan untuk memisahkan dan memurnikan cairan dari campurannya (Pavia et al., 2018). Distilasi merupakan proses pemisahan yang melibatkan pemanasan campuran zat cair hingga mencapai titik didihnya, dimana cairan tersebut diubah menjadi uap. Uap yang kaya akan senyawa yang lebih volatil akan terkondensasi kemudian ditampung sebagai distilat. Jika komponen-komponen penyusun suatu campuran memiliki

tekanan uap (atau titik didih) yang berbeda, komponen-komponen tersebut dapat dipisahkan dengan cara distilasi. Distilasi sederhana biasa digunakan untuk memisahkan salah satu komponen zat cair dari zat-zat nonvolatil atau zat cair lainnya dengan perbedaan titik didih paling sedikit 75 °C. Distilasi sederhana tidak melibatkan penggunaan kolom fraksinasi, sehingga tidak efektif untuk memisahkan komponen-komponen dalam campuran dengan perbedaan titik didih tidak terlalu besar. Ketika dua komponen zat cair dengan perbedaan titik didih yang cukup besar didistilasi, maka suhu akan tetap konstan selama komponen pertama didistilasi. Suhu konstan menunjukkan bahwa komponen yang didistilasi relatif murni. Setelah komponen pertama terdistilasi, suhu uap akan meningkat dan komponen kedua akan terdistilasi pada suhu konstan.

Destilasi adalah metode yang biasa digunakan dalam pemurnian cairan dan penentuan titik didihnya. Pada campuran etanol dan air 50:50, orang berasumsi bahwa pada suhu 78°C molekul etanol akan menguap dan terkondensasi menjadi etanol murni sebab titik didih etanol berada pada suhu 78°C sedangkan titik didih air 100°C. Namun, kenyataannya pada campuran etanol-air, air mendidih pada suhu 87°C. Hal ini dikarenakan ketika molekul cairan mendekati batas uap-cair dan memiliki energi yang cukup maka molekul tersebut akan berpindah dari fase cair ke fase gas. Beberapa molekul uap di atas cairan juga dapat masuk ke fase cair, dan terjadi kondensasi. Dalam hal ini, molekul-molekul uap tersebut melepaskan sebagian energi kinetiknya. Proses pemanasan menyebabkan lebih banyak molekul cair yang berpindah ke fase uap. Proses pendinginan membalikkan proses tersebut sehingga lebih banyak molekul dari fase uap berpindah ke fase cair. Apabila proses tersebut terjadi dalam sistem tertutup, maka terjadilah kesetimbangan. Tingkat kesetimbangan tersebut diukur sebagai tekanan uap (Williamson & Masters, 2011).

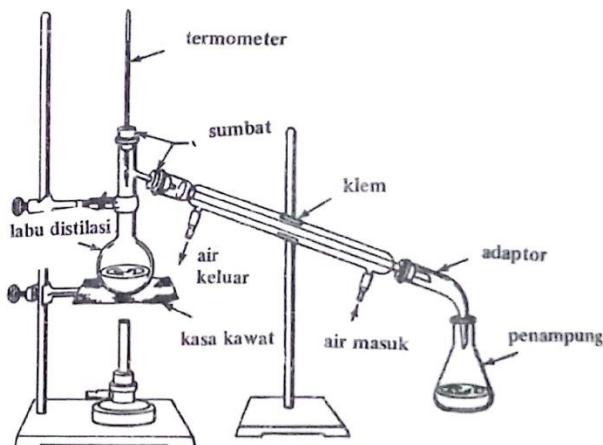
Destilasi sederhana melibatkan proses memanaskan cairan dan mengarahkan uap yang dihasilkan melalui kondensor. Uap tersebut kemudian ditinggikan dan berubah menjadi cairan. Destilasi sederhana digunakan untuk memurnikan campuran melalui pemisahan suatu komponen cair baik dari zat yang tidak mudah menguap maupun cairan lain yang memiliki perbedaan titik didih. Cairan murni memiliki titik didih konstan. Perubahan titik didih selama

proses destilasi mengindikasikan adanya zat pengotor. Namun, kekonstanan titik didih belum tentu menunjukkan bahwa cairan tersebut hanya terdiri dari satu senyawa. Hal ini bisa terjadi ketika titik didih masing-masing senyawa dalam campuran tersebut memiliki titik didih yang hampir sama (Williamson & Masters, 2011).

Destilasi memungkinkan penentuan rentang titik didih sehingga teknik ini dapat digunakan untuk menentukan kemurnian zat. Destilasi dilakukan pada tekanan atmosfer dengan sistem terbuka untuk menghindari penumpukan tekanan (Williamson & Masters, 2011).

### b. Prosedur Percobaan

Lihat pada handbook titik didih zat sampel yang anda peroleh. Susun alat-alat seperti pada **Gambar 8.3** di bawah ini.



**Gambar 8. 3** Set alat destilasi.

Masukkan zat sampel pada labo destilasi (isi zat dalam labu paling banyak 2/3 bagian labu) lalu masukkan batu didin. Isi kaleng penangas dengan zat penangas yang disesuaikan dengan titik didih sampel, juga masukkan batu didih pada penangas tersebut. Alirkan air pendingin, panaskan penangas mula-mula dengan api kecil. Amati termometer, apabila ada cairan yang keluar sebelum mencapai titik didihnya, pisahkan cairan tersebut, sedangkan apabila termometer menunjukkan titik didih sampel tahan supaya suhu tersebut konstan dan tampung destilasi yang dihasilkan. Hentikan destilasi pada saat sampel hampir habis (jangan sampai kering) jika titik didih zat sampel lebih besar dari titik didih zat

pencemar. Sedangkan jika titik didih zat sampel lebih kecil dari titik didih zat pencemar, maka destilasi dihentikan pada saat suhu melebihi titik didihunya sebesar  $25^{\circ}\text{C}$ . Pindahkan penangan. Tentukan imdek bias zat yang diperoleh, bandingkan dengan harga dari handbook.

**c. Tugas Pendahuluan**

1. Apa yang dimaksud dengan destilasi?
2. Sebutkan kriteria zat yang dapat dirumumikan dengan destilasi? Berikan contohnya!
3. Mengapa pada destilasi letak termometer harus berada tepat pada persimpangan pipa lebu destilasi?
4. Sebutkan macam-macam penangas dan kapan pernangas itu digunakan?
5. Jelaskan fungsi penangas! Mengapa titik didihnya harus lebih tinggi sedikit dari zat sampel yang akan dimurnikan? Kalau perbedaannya terlalu jauh, maka harus digunakan pengontrol yaitu.....
6. Apa fungsi batu didih?
7. Bagaimana cara mengalirkan air pada pendingin? Jelaskan!
8. Mengapa destilat yang keluar pada suhu yang bukan pada titik didih zat sampel harus dibuang/dipisahkan?"
9. Mengapa isi zat tidak boleh melebihi  $2/3$  isi labu destilasi?
10. Mengapa pada akhir destilasi labu tidak boleh sampai kering?
11. Apa yang dimaksud dengan destilasi bertingkat, uap, dan hampa udara?  
Pada kondisi bagaimanakah masing-masing destilasi itu kita lakukan dan jelaskan cara kerja masing-masing destilasi tersebut.
12. Sebutkan macam-macam pendingin dan jelaskan kapan kita menggunakan pendingin-pendingin tersebut!
13. Bagaimanakah cara menguji/menentukan kemurnian zat cair selain dengan indek bias?
14. Jika dari handbook diperoleh titik didih benzen  $80,2^{\circ}\text{C}$  pada tekanan 1 atm, tentukan titik didih benzen jika tekanan  $680\text{ mmHg}$ !
15. Diketahui indek bias suatu zat cair  $1,3118$  pada suhu  $20^{\circ}\text{C}$ , tentukan indek bias zat cair tersebut pada suhu  $27^{\circ}\text{C}$ !
16. Apa pengaruh pengurangan tekanan luar terhadap titik didih?

17. Apa pengaruh pada titik didih yang disebabkan oleh:
- Zat pencemar larut tetapi tidak menguap.
  - Zat pencemar tidak larut hanya bercampur seperti tanah, potongan kayu, potongan gabus dsb.

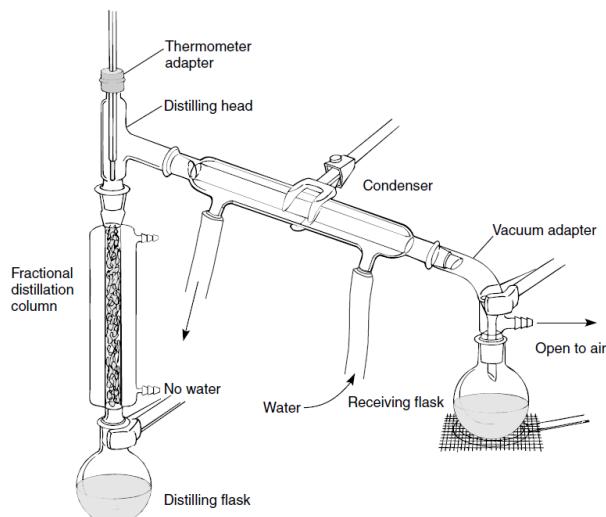
#### 8.4 Destilasi Fraksinasi: Pemisahan Campuran Etanol-Aseton dengan Metode Distilasi Bertingkat

##### a. Tujuan

- Memisahkan campuran etanol-aseton dengan metode distilasi bertingkat.
- Menentukan titik didih dan indeks bias fraksi distilat.

##### b. Pendahuluan

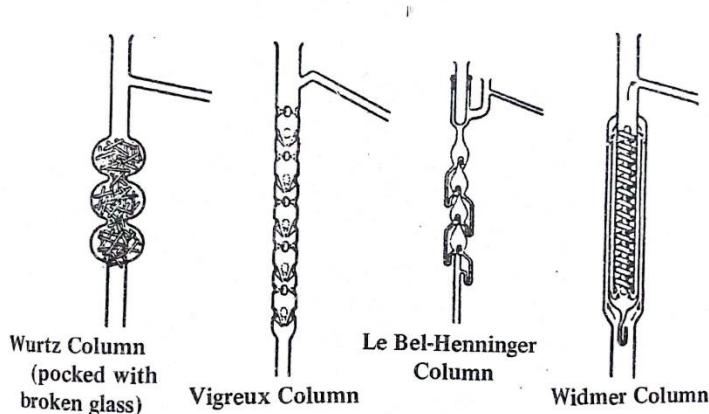
Pemisahan senyawa-senyawa yang memiliki titik didih berdekatan dapat dipisahkan dengan baik menggunakan metode distilasi bertingkat dengan adanya kolom fraksinasi (**Gambar 8.5**). Kolom fraksinasi biasanya diisi dengan material berpori yang menyediakan luas permukaan yang lebih besar untuk proses kondensasi berulang.



**Gambar 8.4** Set alat distilasi bertingkat.

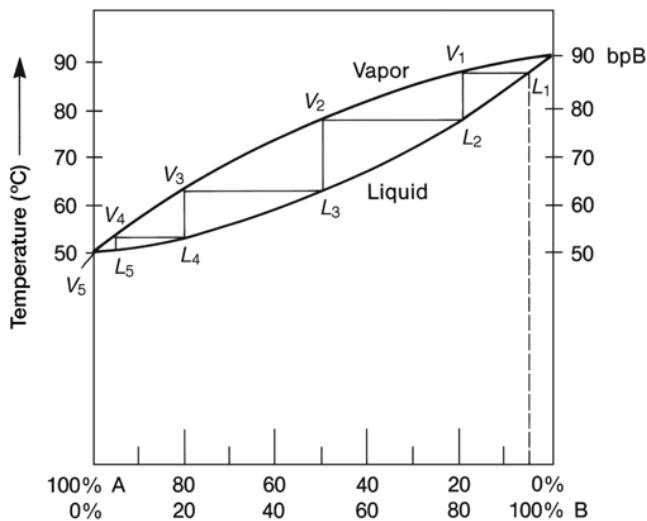
Kolom fraksinasi mempunyai bentuk yang bermacam-macam (gambar 8.5) dan ini dipasang pada mulut labu distilasi, dimaksudkan untuk memisahkan uap campuran senyawa cair yang titik didihnya tidak begitu berbeda, sebab dengan ada-nya penghalang-penghalang dalam kolom fraksinasi tersebut uap yang sama-sama menguap, namun yang titik didihnya lebih rendah akan turun

kembali menetes ke dalam labu. Yang tertampung distilat yang titik didihnya lebih tinggi, sehingga zat cair yang belum mencapai titik didihnya akan mengembun kembali bila tersentuh pada penghalang tersebut dan zat cair akan menetes turun ke dalam labu distilasi, sedangkan zat cair yang titik didihnya tercapai akan teus menguap langsung masuk ke dalam pendingin, kemudian akan mengembun menetes sebagai distilat yang ditampung dalam wadah yang telah disediakan. Apabila zat cair pertama sudah habis, temperatur akan naik terus sampai titik didih zat cair kedua tercapai, penampung diganti untuk menampung distilat kedua. Demikian dilakukan sampai semua fraksi campuran cat cair dapat dipisahkan, selanjutnya tiap fraksi dimurnikan dengan cara distilasi sederhana.



**Gambar 8. 5** Macam-macam bentuk kolom fraksinasi.

Diagram fase komposisi uap-cair seperti ditunjukkan pada **Gambar 8.6** dapat digunakan untuk menjelaskan cara kerja kolom fraksinasi untuk larutan ideal yang terdiri dari dua komponen zat cair, A dan B.

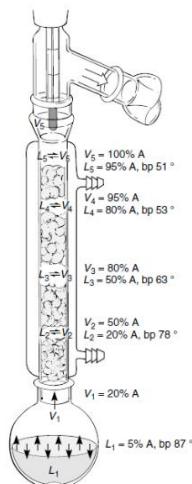


**Gambar 8.6** Diagram fase untuk distilasi bertingkat suatu sistem ideal dengan dua komponen.

Berdasarkan **Gambar 8.6**, senyawa A murni mendidih pada suhu 50°C dan senyawa B murni mendidih pada suhu 90°C. Sebagai contoh, kita akan mendistilasi larutan yang mengandung 5% A dan 95% B (Ingat bahwa ini adalah persentase mol). Larutan ini kemudian dipanaskan (mengikuti garis putusputus) sampai terlihat mendidih pada suhu L1 (87 °C). Uap yang dihasilkan memiliki komposisi V1 (20% A, 80% B). Uap ini mengandung lebih banyak komponen A dibandingkan pada komposisi larutan sebelum distilasi. Pada distilasi sederhana, uap ini akan terkondensasi dan langsung ditampung sebagai fraksi yang belum murni. Namun, jika kita menggunakan distilasi bertingkat, uap dengan komposisi V1 tersebut akan terkondensasi dalam kolom fraksinasi menghasilkan cairan L2 (20% A, 80% B). Cairan L2 ini kemudian diuapkan kembali ( $T_d$  78 °C)

menghasilkan uap dengan komposisi V<sub>2</sub> (50% A, 50% B), dan dikondensasi menghasilkan cairan L<sub>3</sub>. Cairan L<sub>3</sub> diuapkan kembali (Td 63 °C) menghasilkan uap dengan komposisi V<sub>3</sub> (80% A, 20% B) dan dikondensasi menghasilkan cairan L<sub>4</sub>. Cairan L<sub>4</sub> diuapkan kembali (Td 53 °C) menghasilkan uap dengan komposisi V<sub>4</sub> (95% A, 5% B). Proses ini terus berlangsung hingga menghasilkan uap V<sub>5</sub> yang kemudian terkondensasi sebagai cairan A yang relatif murni.

Selama proses ini berlangsung, cairan A akan terdistilasi dan ditampung sebagai distilasi, sedangkan cairan B yang relatif murni akan tetap berada dalam labu dasar bulat. Jika suhu ditingkatkan, cairan B dapat terdistilasi dan



**Gambar 8.7**  
Vaporisasi-kondensasi  
dalam kolom  
fraksinasi.

distilat mendekati A murni.

ditampung sebagai fraksi distilat yang relatif murni. Dengan demikian, distilasi bertingkat dapat memisahkan cairan A dan B. Pemisahan ini tidak dapat dilakukan jika hanya menggunakan distilasi sederhana. Ilustrasi proses vaporasi-kondensasi berulang dalam kolom fraksinasi untuk campuran cairan A dan B ditunjukkan pada **Gambar 8.7**. Perhatikan bahwa titik didih cairan semakin rendah setiap kali cairan tersebut mengalami vaporisasi. Suhu pada kolom fraksinasi bagian bawah biasanya lebih tinggi dibandingkan suhu pada bagian atas kolom, dengan demikian vaporisasi berturut-turut terjadi pada bagian yang lebih tinggi dalam kolom fraksinasi seiring dengan komposisi

## b. Alat dan Bahan

### Alat:

- Refraktometer
- Hot plate
- Batu didih
- Statif dan klem
- Labu dasar bulat
- Penangas air

### Bahan:

- Etanol
- Aseton
- Air

- Kolom fraksinasi
- Distiling head
- Termometer
- Kondensor
- Adaptor
- Adaptor vakum

**c. Prosedur Percobaan**

Campurkan 30 mL etanol dengan 30 mL aseton, kemudian masukkan campuran tersebut ke dalam labu dasar bulat dan tambahkan batu didih (volume sampel maksimal 2/3 bagian labu dasar bulat). Rangkai alat distilasi bertingkat seperti ditunjukkan pada **Gambar 8.4**. Tempatkan labu dasar bulat di atas penangas air kemudian sambungkan dengan kolom fraksinasi. Pasangkan klem pada sambungan antara labu dasar bulat dan kolom fraksinasi. Pasangkan klem pada kolom fraksinasi. Sambungkan kolom fraksinasi dengan distilling head (three-way adapter). Pasang termometer di atas distilling head. Perhatikan penempatan termometer sehingga ujung termometer sejajar dengan bagian bawah side arm dari distilling head. Sambungkan bagian sisi distilling head dengan kondensor. Ujung kondensor disambungkan dengan adaptor. Penampung distilat ditempatkan di bawah adaptor atau langsung disambungkan dengan adaptor vakum. Alirkan air ke dalam kondensor. Perhatikan arah aliran air pada kondensor. Nyalakan hot plate. Atur pemanasan sehingga distilat yang keluar tidak lebih dari 5-10 tetes per menit. Tampung distilat setiap 2 mL. Lakukan distilasi hingga sedikit volume sampel tersisa dalam labu dasar bulat. Jangan melakukan distilasi sampai kering! Hentikan pemanasan. Setelah sistem dingin, matikan aliran air pada kondensor. Buat grafik antara suhu dan volume distilat. Tentukan titik didih distilat. Tentukan indeks bias distilat dengan menggunakan refraktometer. Saat menentukan indeks bias, catat suhu pengukuran. Hitung indeks bias terkoreksi dengan rumus sebagai berikut:

$$n_{\text{terkoreksi}} = n_{\text{percobaan}} + (T_{\text{percobaan}} - T_{\text{literatur}}) \times 0,00045/^\circ\text{C}$$

Hitung persen kesalahan pengukuran titik didih dan indeks bias terkoreksi dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ Kesalahan} = \frac{\text{nilai dari literatur} - \text{nilai dari percobaan}}{\text{nilai dari literatur}} \times 100$$

#### d. Tugas Pendahuluan

1. Sebutkan jenis-jenis distilasi dan jelaskan kegunaan masing-masing metode distilasi tersebut!
2. Jelaskan perbedaan distilasi sederhana dengan distilasi bertingkat!
3. Jelaskan fungsi kolom fraksinasi!
4. Apa fungsi penambahan batu didih dalam labu dasar bulat/labu distilasi?
5. Mengapa labu distikasi hanya boleh diisi sampel paling banyak 2/3 bagian labu?
6. Mengapa distilasi tidak boleh dilakukan hingga sampel dalam labu kering?

### 8.5 Kromatografi Kertas dan Lapis Tipis

#### a. Tujuan

- Memisahkan komponen-komponen senyawa dalam ekstrak daun suji/daun pandan dengan menggunakan metode kromatografi lapis tipis.
- Menentukan Rf komponen-komponen senyawa dalam ekstrak daun suji/daun pandan.
- Memisahkan komponen-komponen penyusun tinta dengan menggunakan metode kromatografi kertas.
- Menentukan Rf komponen-komponen penyusun tinta.

#### b. Pendahuluan

Kromatografi merupakan proses pemisahan komponen-komponen dalam suatu campuran berdasarkan distribusi selektif komponen tersebut antara fase diam (adsorben) dan fase gerak (eluen). Fase gerak adalah cairan atau gas yang membawa senyawa sepanjang adsorben.

Fase diam dapat berupa padatan seperti silika gel pada kromatografi kolom ataupun cairan yang diadsorpsi dalam suatu media penunjang, spesi organik yang disebarluaskan di atas media penunjang, atau resin. Berdasarkan pada mekanisme pemisahannya, kromatografi terbagi atas:

- Kromatografi adsorpsi
- Kromatografi partisi
- Kromatografi eksklusi

- Kromatografi pertukaran ion

Kromatografi dapat digunakan untuk:

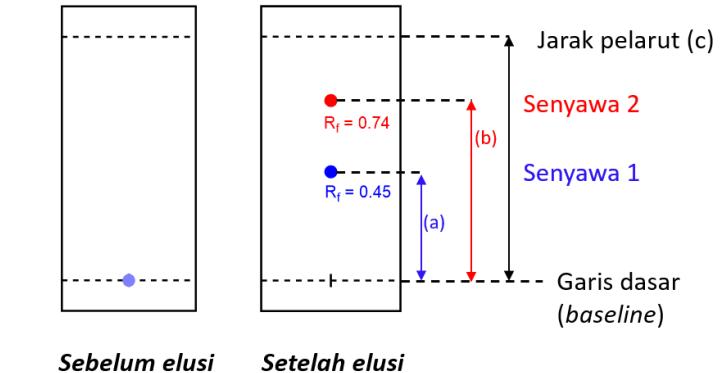
- Memisahkan komponen-komponen dalam suatu sampel.
- Analisis kualitatif dan kuantitatif baik senyawa organik maupun senyawa anorganik.

Kromatografi lapis tipis (KLT) merupakan metode yang paling cepat, mudah, dan sering digunakan untuk menentukan kemurnian senyawa organik. Fase diam yang digunakan pada KLT adalah lapisan tipis adsorben yang disebarluaskan di atas lapisan penunjang seperti kaca ataupun plastik. Ketika pelat tipis ini disimpan dalam wadah berisi pelarut (fase gerak), pelarut akan bergerak ke atas berdasarkan gaya kapilaritas. Sampel diteteskan di atas pelat KLT (*spotting*) kemudian dielus menggunakan fase gerak yang sesuai. Ketika pelarut bergerak ke atas di sepanjang pelat KLT, komponen-komponen dalam sampel akan terdistribusi di antara fase diam dan fase gerak. Pergerakan komponen-komponen ini bergantung pada tingkat afinitas komponen terhadap adsorben. KLT dapat digunakan untuk:

- Mengidentifikasi bahwa dua senyawa adalah senyawa yang sama atau tidak. Hal ini dapat dilakukan dengan membandingkan nilai *R<sub>f</sub>* ("retardation factor" atau "ratio to front") kedua senyawa tersebut.
- Menentukan jumlah komponen dalam suatu campuran. Senyawa tunggal akan menunjukkan satu noda pada pelat KLT dalam pelarut apapun.
- Menentukan pelarut yang cocok untuk pemisahan dengan kromatografi kolom.
- Memonitor pemisahan dengan metode kromatografi kolom.
- Memonitor jalannya reaksi.

Nilai *R<sub>f</sub>* adalah perbandingan jarak yang ditempuh noda dengan jarak pelarut.

$$R_f = \frac{\text{Jarak perpindahan noda dari garis dasar}}{\text{Jarak perpindahan pelarut}}$$



$$R_f \text{ (senyawa 1)} = \frac{(a)}{(c)} \quad R_f \text{ (senyawa 2)} = \frac{(b)}{(c)}$$

**Gambar 8.8** Kromatografi lapis tipis.

### c. Alat dan Bahan

#### Alat:

- Pipa kapiler
- Pensil
- Tabung kromatogram
- Gunting
- Penggaris
- Chamber

#### Bahan:

- Kertas kromatografi
- Etil asetat
- Daun suji
- Daun pandan
- Tinta

### d. Prosedur Percobaan

#### Kromatografi Kertas

Lubangi salah satu ujung kertas kromatografi untuk menggantungkan penyangga. Beri tanda garis  $\pm 1$  cm dari ujung kertas bagian bawah dan bagian atas dengan pensil. Totolkan sampel tinta pada garis bawah kertas kromatografi dengan menggunakan pipa kapiler, keringkan, ulangi penotolan sampel jika sampel kurang pekat.

Isi tabung kromatogram (tabung reaksi besar) dengan eluen yang sesuai dengan komponen yang akan dipisahkan (dalam hal ini, gunakan air). Ingat dinding tabung tidak boleh basah. Masukkan kertas kromatografi ke dalam tabung (eluen tidak boleh mengenai sampel). Biarkan eluen naik hingga mencapai batas atas kertas kromatografi, kemudian angkat, dan keringkan. Tandai noda yang muncul di sepanjang kertas kromatografi.

Hitung Rf tiap noda dan tentukan berapa komponen yang terdapat dalam sampel tinta.

### **Kromatografi Lapis Tipis**

Gunting kecil-kecil daun suji/daun pandan kemudian gerus dalam lumpang yang telah diberi etil asetat sebagai pelarut hingga diperoleh ekstrak daun suji/daun pandan. Beri tanda garis  $\pm 0,5$  cm dari ujung bawah pelat KLT dan bagian atas dengan pensil. Sebelum digunakan untuk proses elusi, chamber harus dijenuhkan dengan uap pelarut. Masukkan eluen yang akan digunakan untuk elusi ke dalam chamber. Pada percobaan ini, eluen yang digunakan yaitu *n*-heksana:etil asetat (8:2; 7:3; dan 6:4). Letakkan kertas saring ke dalam chamber kemudian tutup. Biarkan eluen membasahi kertas saring seluruhnya. Pada keadaan ini, chamber dikatakan sudah jenuh dengan uap pelarut. Totolkan ekstrak daun suji/daun pandan pada garis bawah pelat KLT dengan menggunakan pipa kapiler, keringkan, ulangi penotolan sampel jika sampel kurang pekat. Masukkan pelat KLT ke dalam chamber, tutup chamber, dan biarkan eluen naik hingga mencapai batas atas pelat KLT, kemudian angkat, dan keringkan. Perlu diperhatikan selama proses elusi, pelat KLT tidak boleh menempel pada dinding chamber. Tandai noda yang muncul di sepanjang pelat KLT. Hitung Rf tiap noda dan tentukan berapa komponen yang terdapat dalam ekstrak daun suji/daun pandan.

#### **e. Tugas Pendahuluan**

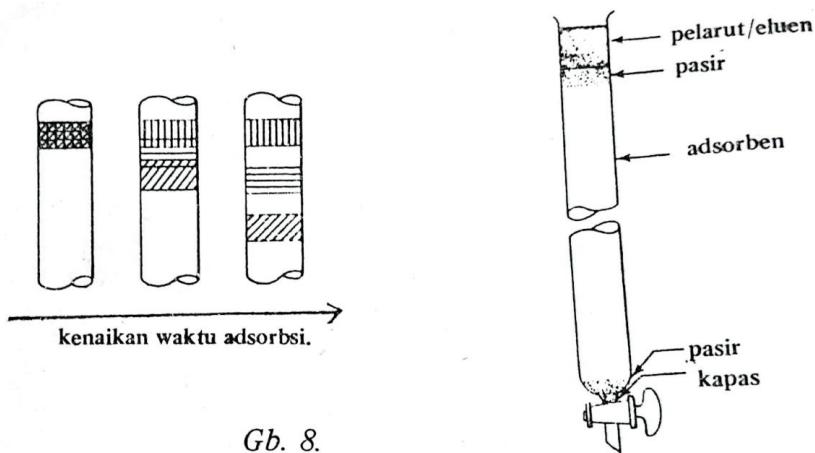
1. Jelaskan prinsip pemisahan dengan metode kromatografi lapis tipis!
2. Sebutkan jenis-jenis fase diam yang dapat digunakan pada kromatografi lapis tipis dan tentukan kepolarannya, apakah bersifat polar atau nonpolar!
3. Sebelum proses elusi dimulai, mengapa chamber harus dijenuhkan dengan uap pelarut?
4. Sebutkan cara-cara yang dapat dilakukan untuk memperjelas noda jika noda pada pelat KLT tidak tampak jelas!
5. Berikan contoh analisis yang biasa menggunakan kromatografi kertas?  
Berikan contohnya!

## 8.6 Kromatografi Kolom

### a. Pendahuluan

Kromatografi kolom berdasarkan pada jenis distribusi fasa adsorpsi cair-padat, terjadinya pemisahan komponen-komponen suatu zat yang dilarutkan dalam suatu pelarut atau eluen yang bergerak melalui fasa padat sebagai adsorben, dikarenakan adanya perbedaan daya adsorpsi komponen-komponen tersebut.

Alat yang digunakan untuk kromatografi kolom adalah suatu kolom gelas seperti terlihat pada gambar (gambar 8.9) Kolom gelas diisi dengan zat padat aktif seperti alumina atau silika sebagai fasa diam.



Gb. 8.  
Kolom khromatografi. Kolom khromatografi.

**Gambar 8. 9** Kolom kromatografi.

Tuangkan sedikit larutan zat yang akan diperiksa ke dalam kolom, biarkan zat tersebut diadsorpsi oleh permukaan fasa padat dalam kolom, kemudian eluen untuk membantu meng padat dabimponen-komponen zat tersebut. Karena adanya perbedaan daya adsorpsi tiap komponen yang ada, maka terjadi bedasahan komponen-komponen dalam kolom alumina. Perjalanan komponen yang mempunyai daya adsorpsi lebih lemah, akan cepat dan menempuh jarak yang lebih jauh bila dibandingkan dengan perjalanan komponen yang daya adsorpsinya lebih kuat.

Cara pengambilan komponen yang telah terpisah pada proses analisa kromatografi kolom ini, dapat dilakukan dengan dua cara:

- Zat padat aktif (alumina atau silika gel) dikeluarkan dari dalam kolom, kemudian bagian-bagian yang menyerap komponen yang sama, dipisahkan dari bagian-bagian yang menyerap komponen yang berbeda. Selanjutnya masing-masing komponen dilarutkan dalam pelarut yang cocok.
- Cara yang lain ialah dengan cara mengalirkan terus eluen sampai semua komponen terlarut ke luar dari kolom. Larutan tiap komponen yang berbeda ditampung secara terpisah.

Cara mengisi kolom dengan zat padat aktif.

Pasang sebuah buret yang akan digunakan sebagai kolom gelas, tegak lurus menempel pada statif dengan memakai klem. Buret diisi dengan 40 ml petroleum eter, masukkan wol gelas ke dasar kolom buret dengan memakai pipa gelas yang panjang. Masukkan pasir yang telah dicuci bersih ke dalam kolom, untuk membentuk lapisan setebal 1 cm di atas wol gelas. Masukkan 15 gram alumina atau silika gel perlahan-lahan sambil didorong dengan sumbat karet yang diberi pegangan pensil. Bila alumina sudah dimasukkan semua, tambah sedikit petroleum eter untuk mencuci alumina yang tertinggal menempel pada dinding kolom. Tambahkan lapisan pasir lagi di atasnya setebal 1 cm. Alirkan ke luar dari dalam kolom petroleumnya sampai sisanya tepat di atas lapisan pasir yang di atas.

Contoh percobaan:

- Siapkan kolom khromatografi yang akan digunakan untuk analisa. Teteskan dengan pipet sebanyak 1 ml larutan pekat senyawa syn dan anti azobenzene dalam petroleum- eter, ke dalam kolom tersebut di atas..
- Biarkan larutan zat diserap oleh zat padat aktif dalam kolom. Tambahkan petroleum eter, alirkan petroleum eter ini dengan membuka kran buret, sehingga larutan senyawa syn dan anti azobenzene terbawa mengalir ke bawah kolom. Karena perbedaan daya serap antara senyawa syn-azobenzene dengan senyawa anti-azobenzene, maka kedua komponen tersebut akan terpisah. Warna orange senyawa/komponen anti azobenzene akan bergerak ke bawah terbawa oleh petroleum eter, sedangkan warna kuning komponen Syn-azobenzene tetap tertinggal pada bagian atas kolom. Alirkan terus petroleum eter tersebut, sampai semua senyawa/komponen

anti-azobenzena yang ber-warna orange mengalir ke luar dari buret dan ditampung dalam erlenmeyer kecil.

- Pisahkan senyawa anti-azobenzena dari petroleum eter, dengan cara menguapkannya di atas penangas air dalam lemari asam. Kristal yang terbentuk dikeringkan di udara terbuka, kemudian periksa titik lelehnya.
- Petroleum yang masih tertinggal dalam kolom dikeluarkan semua. Untuk dapat mengalirkan komponen syn-azobenzena, kita pakai larutan 5% metanol dalam petroleum eter sebagai eluen. Eluen ini kita tambahkan ke dalam kolom, alirkannya agar komponen terbawa mengalir ke bawah dan ditampung dalam erlenmeyer kecil.
- Bila semua senyawa syn-azobenzena telah tertampung, pisahkan eluennya dengan cara menguapkannya di atas penangas air di dalam lemari asam. Kristal yang terbentuk dikeringkan di udara terbuka, kemudian periksa titik lelehnya. Khromatografi kolom biasa digunakan untuk memisahkan komponen-komponen yang terdapat dalam suatu senyawa, tidak untuk menghitung Rf komponen.

### b. Prosedur Percobaan

- Isolasi Campuran Pigmen

Campuran pigmen diperoleh dengan refluks 0,25 g paprika dalam 10 mL metilen klorida selama 20 menit menggunakan labu dan kondensor beralas bulat 10 mL. Padatan dihilangkan dengan penyaringan vakum menggunakan corong Buchner, dan padatan dibuang. Filtrat dipindahkan ke labu Erlenmeyer 50 mL dan dikonsentrasi hingga 1-2 mL menggunakan kerucut uap.

- Persiapan Kolom

Sekitar 50 mL campuran metilen ch1oride:ligroin (1:3 volume) disiapkan. Jarum hipodermik 18gauge (biasanya disertakan dalam kit skala kecil) dimasukkan melalui sumbat karet yang sesuai dengan labu filtrasi vakum 125 atau 250 mL. (Setetes minyak mineral pada sumbat pada titik penyisipan membuat ini lebih mudah.) Sumbat dimasukkan ke dalam labu filter, dan kolom ekstraksi/filtrasi fase padat dengan frit filter ditempatkan di fitting luer jarum hipodermik. (Kolom Filtrasi Sekali Pakai Bakerbond spe 6 mL

dengan frit 20 mikrom berfungsi dengan baik.) Silika gel (1.0-1.5 g) adalah paket bubur yang menggunakan 10-20 mL campuran metilen klorida:ligroin. Vakum lembut dapat diterapkan pada labu filtrasi untuk mengemas kolom, tetapi kepala pelarut 1 cm harus tetap berada di kolom. Lapisan pasir dapat ditambahkan ke bagian atas kolom untuk melindungi lapisan sorben.

- Pemisahan Pigmen

Campuran pigmen dicampur dengan 1-2 mL pelarut campuran dan ditempatkan di atas kolom menggunakan pipet Pasteur. Vakum lembut diterapkan dan pelarut campuran ditambahkan sampai pita kuning dihilangkan. Vakum dihentikan dan isi labu filter dipindahkan ke labu Erlenmeyer 125 mL. Labu filter dibilas dengan 1-2 mL metilen klorida yang ditambahkan ke labu yang berisi larutan pita kuning. Kolom dipasang kembali dan dikembangkan dengan metilen klorida yang rapi (20-30 mL), menggunakan vakum lembut jika perlu, sampai pelarut tidak lagi berwarna. Dua fraksi yang diperoleh dari kolom masing-masing terkonsentrasi hingga 1-2 mL. Fraksi pigmen pekat dapat dibandingkan dengan campuran pigmen asli menggunakan kromatografi lapisan tipis (pelat gel silika dan pelarut metilen klorida). Pigmen merah (kebanyakan ester asam lemak kapsantin) pada fraksi kedua dianalisis dengan spektrometri inframerah dengan penguapan pelarut dari larutan pada jendela AgCl. Spektrum ultraviolet/terlihat (260-400 nm) juga diperoleh dengan melarutkan satu tetes larutan pigmen pekat dalam 3 mL etanol 95%. Pigmen kuning pada fraksi pertama dapat dianalisis dengan cara yang sama.

## 8.7 Ekstraksi Cair-cair

Ekstraksi adalah proses penarikan suatu zat dengan pelarut. Proses ekstraksi dengan pelarut digunakan dalam kimia organik untuk memisahkan dan isolasi bahan-bahan dari campurannya yang terjadi di alam, untuk isolasi bahan-bahan yang tidak larut dari larutan dan menghilangkan pengotor yang larut dari campuran.

Suatu cara yang sering dilakukan dalam pemisahan se- nyawa Organik dari campurannya yang dihasilkan dari suatu reaksi adalah ekstraksi antara zat cair zat cair, yaitu suatu cara pemisahan suatu zat berdasarkan perbandingan distribusi zat

tersebut yang terlarut dalam dua pelarut yang tidak saling melarutkan. Perbandingan distribusi ini disebut koefisien distribusi, K.

$$K = \frac{\text{konsentrasi zat terlarut dalam pelarut pertama}}{\text{konsentrasi zat terlarut dalam pelarut kedua}}$$

Yang paling baik adalah di mana kelarutan zat tersebut dalam pelarut yang satu jauh lebih besar dari pada konsentrasi zat terlarut dalam pelarut yang lainnya, harga K hendaknya lebih besar atau lebih kecil dari satu. Sehingga dengan demikian zat terlarut akan tertarik/larut dalam salah satu pelarut, yang lebih banyak melarutkan. Kemudian kedua pelarut dipisahkan satu sama lain, zat yang masih terlarut dalam pelarut yang kurang dapat melarutkan, ditambah lagi dengan pelarut yang lebih banyak melarutkan, sampai semua zat terlarut dalam pelarut yang lebih baik.

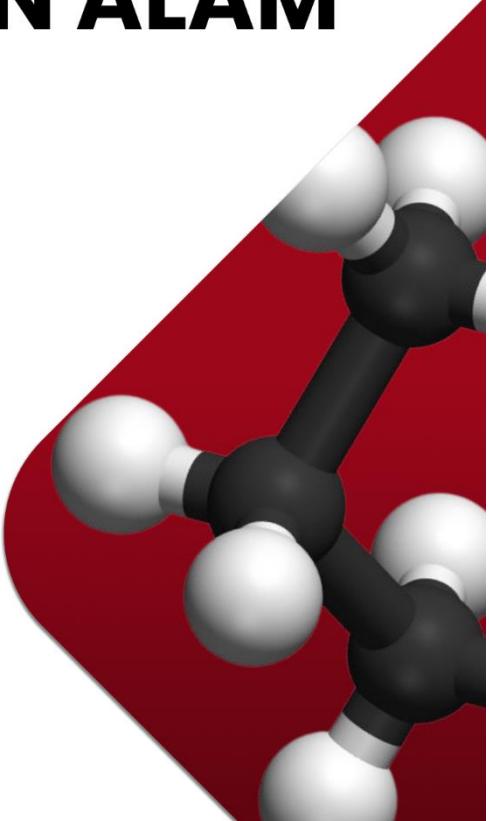
Hampir dalam semua reaksi Organik, dalam proses pemurniannya selalu melalui proses ekstraksi (penarikan senyawa cair yang akan dimurnikan dari pelarut air oleh pelarut Organik dengan cara mengocoknya dalam corong pisah). Pelarut Organik yang biasa dipakai untuk ekstraksi ialah eter, suatu pelarut yang inert, dan mudah melarutkan senyawa-senyawa Organik, lagi pula titik didihnya rendah sehingga mudah untuk dipisahkan kembali dengan cara distilasi sederhana.

Senyawa cair yang akan diekstraksi dimasukkan ke dalam corong pisah, ditambahkan ke dalamnya eter secukupnya, di-kocok kuat-kuat untuk memudahkan menarik senyawa tersebut dari pelarut air. Diamkan sebentar sampai terjadi dua lapisan. Kemudian kedua lapisan tersebut dipisahkan dengan membuka kran corong pisah, lapisan yang bawah akan mengalir ke bawah, ditampung dalam suatu wadah. Lapisan atas dibiarkan tertinggal dalam corong pisah. Zat yang terlarut dalam eter (biasanya lapisan atas, sebab BD eter lebih kecil daripada BD air) dikering-kan dengan cara menambahkan zat pengering, disaring masuk ke dalam labu distilasi.

Cara ekstraksi ini disebut juga proses pengocokan atau ekstraksi jangka pendek, sebab masih ada ekstraksi jangka panjang dengan memakai suatu alat tertentu dan dengan pe- manasan (Sudja, 1978).

# **BAB 9**

## **ISOLASI BAHAN ALAM**



## **9.1 Isolasi kafein dari daun teh (ekstraksi cair-cair): Isolasi Alkaloid Kafein dari Teh dengan Prinsip Salting-Out**

### **a. Tujuan**

Mengisolasi alkaloid kafein dari teh dengan prinsip salting-out.

### **b. Pendahuluan**

Teh dan kopi telah menjadi salah satu minuman terpopuler selama berabad-abad, terutama karena mengandung kafein. Kafein merangsang kerja pernafasan, hati, dan sistem saraf pusat. Kafein dikenal juga sebagai suatu diuretic (pencetus urinasi), dan dapat menyebabkan insomania dan kecanduan.

Kafein termasuk kelompok senyawa yang dikenal sebagai alkaloid. Alkaloid adalah salah satu senyawa bahan alam yang mempunyai struktur dasar bernitrogen, biasanya mempunyai rasa yang pahit, berstruktur kompleks dan mempunyai aktifitas fisiologi tertentu. Umumnya mempunyai nama berakhiran “in”, seperti nikotin, kokain, morfin, dll.

Daun teh juga mengandung tannin. Tannin merupakan suatu asam dan larut dalam pelarut organik seperti diklorometana, seperti halnya beberapa senyawa berwarna yang lain. Untuk meyakinkan bahwa senyawa asam ini terdapat dalam fasa air, dan kafein berada dalam bentuk basanya, maka natrium karbonat atau basa lainnya ditambahkan ke dalam medium pengekstrak.

Kelarutan kafein dalam air adalah 2,2 g/mL pada 25°C, dan 670 mg/mL pada 100°C, 180 g/ml pada 80°C. Kafein larut dalam diklorometana, kloroform, dan alkohol.

### **c. Alat dan Bahan**

#### **Alat:**

- Gelas kimia
- Corong pisah
- Corong Buchner
- Set alat sublimasi

#### **Bahan:**

- Teh celup (12)
- NaCl
- Ca(OH)<sub>2</sub>
- 1-propanol
- Aseton

#### **d. Prosedur Percobaan**

Tuangkan 200 mL air mendidih ke dalam gelas kimia yang mengandung 10- 12 kantong teh celup, tutup dan biarkan selama 10 menit. Angkat dan tekan-tekan kantung teh untuk memaksimalkan penghilangan pelarut. Ulangi proses ekstraksi dua kali, masing-masing menggunakan 50 mL air mendidih. Gabungkan lapisan air, dinginkan, dan tambahkan natrium klorida (26 g setiap 100 mL ekstrak teh) dan kalsium hidroksida (1 g) . Saring larutan ini menggunakan kertas saring kasar dan corong buchner.

Pindahkan filtrat ke corong pisah dan ekstrak tiga kali dengan 1-propanol masing-masing sebanyak 45, 35, dan 35 mL. Gabungkan ekstrak 1-propanol dan uapkan pelarut (komposisi pelarut terdiri dari ~80% 1-propanol dan ~ 20% air) dengan rotary evaporator.

Bilas residu evaporasi (mengandung natrium klorida) dengan 2 x 10 mL aseton untuk mengekstrak kafein. Saring ekstrak aseton dan dengan hati-hati didihkan aseton. Kafein kasar yang diperoleh dapat dimurnikan melalui sublimasi.

#### **e. Pertanyaan**

1. Apa fungsi NaCl?
2. Apa fungsi Ca(OH)<sub>2</sub>?
3. Mengapa untuk mengekstrak kafein menggunakan 1-propanol?

### **9.2. Isolasi Etil Para-Metoksi Sinamat dari Kencur (Kaemferia Galanga), Sintesis, dan Hidrolisis Senyawa Etil Para-Metoksisinamat**

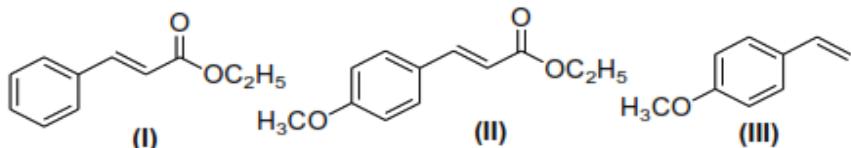
#### **a. Tujuan**

Mengisolasi senyawa dari kencur dan menghidrolisis senyawa etil-p-metoksi sinamat

#### **b. Pendahuluan**

Kencur (Kaemferia galanga L.) merupakan tanaman tropis yang banyak tumbuh di kebun dan pekarangan, digunakan sebagai bumbu dapur dan termasuk salah satu tanaman obat tradisional Indonesia. Senyawa kimia yang terkandung didalamnya antara lain etil p-metoksi sinamat (II) sebagai komponen utama, etil sinamat (I), p-metoksistiren (III) dll. Kadar etil p-

metoksi sinamat dalam kencur cukup tinggi (tergantung spesiesnya) bisa sampai 10 %, karena itu dengan mudah bisa diisolasi dari bagian umbinya menggunakan pelarut petroleum eter atau etanol.



Salah satu reaksi yang mudah dilakukan terhadap etil-p-metoksi sinamat adalah menghidrolisanya menghasilkan asam p-metoksi sinamat. Sedangkan transformasi gugus ester dapat dilakukan melalui halida asam yang jauh lebih reaktif untuk ditransformasikan menjadi gugus lain yang ditargetkan.

#### c. Alat dan Bahan

##### Alat:

- Erlenmeyer
- Penangas air
- Evaporator
- Set alat sublimasi
- Corong Buchner
- Set alat rekristalisasi

##### Bahan:

- Bubuk kencur
- N-heksana
- Kertas saring
- NaOH
- Etanol
- HCl encer
- Aquadest

#### d. Prosedur Percobaan

##### • Isolasi etil p-metoksisinamat

Dalam erlenmeyer 250 ml masukkan serbuk kencur, kemudian direndam dengan 100 ml heksana hingga selapis heksana terdapat di atasnya. Hangatkan beberapa menit dalam penangas air sambil digoyang-goyang, biarkan selama setengah jam dalam temperatur kamar kemudian saring. Pisahkan residu kencur dan ulangi perkolasasi sekali lagi menggunakan pelarut dengan jumlah sama, filtrat yang diperoleh digabung kemudian dipekatkan dibawah tekanan rendah (evaporator) sampai volum larutan kira-kira setengahnya. Larutan pekat didinginkan dalam air es, padatan yang terbentuk disaring dengan corong Buchner,

filtrat dipekatkan sekali lagi dan padatan yang kedua setelah disaring digabung kemudian ditimbang. Hitung rendemennya!

Rekrystalisasi dilakukan dalam petroleum eter atau n-heksana, kemudian diukur titik lelehnya dan bandingkan dengan literatur. ( Lit. 48 -50 C).

- **Hidrolisis etil p-metoksi sinamat**

2,5 g Etil p-metoksi sinamat dilarutkan dalam 5 ml etanol dalam labu bulat 100 ml. Tambahkan 1,25 g NaOH dan 20 ml air, campuran reaksi direfluks selama 30 menit kemudian dinginkan dalam temperatur kamar. Netralkan dengan HCl encer menghasilkan kristal putih, saring dengan corong Buchner dan kristal yang diperoleh dicuci dengan air. Rekrystalisasi dilakukan dengan pelarut metanol. Ukur titik lelehnya dan bandingkan dengan literatur ( Lit. 174°C).

- **Analisa hasil sintesis**

- **Pemeriksaan kromatografi lapis tipis (KLT)**

Sampel kristal hasil isolasi dan hasil hidrolisis masing-masing dilarutkan dalam petroleum eter atau n-heksan, menggunakan kapiler totolkan pada pelat KLT ukuran 2 x 5 cm, pada jarak 0,5 cm dari bawah, gunakan etil-p-metoksi sinamat dan asam p-metoksi sinamat standar sebagai pembanding. Masukan dalam chamber yang telah dijenuhkan dengan eluen kloroform, pengamatan bercak dilakukan dengan melihatnya dibawah lampu UV atau dimasukkan kedalam chamber iodium. Hitung Rf dan bandingkan dengan standar.

- **Pemeriksaan spektroskopi Ultra Violet**

Kristal hasil isolasi dan hasil hidrolisis masing-masing dilarutkan dalam metanol kemudian dibuat spektrum ultravioletnya pada daerah panjang gelombang 200 - 350 nm.

- **Pemeriksaan spektroskopi inframerah**

Kristal hasil isolasi dan hasil hidrolisis dibuat pelet dengan KBr kering, kemudian dibuat spektrum inframerahnya.

### e. Pertanyaan

1. Cari informasi mengenai senyawa-senyawa yang dapat diisolasi dari tumbuhan kencur beserta manfaat yang sudah diketahui!
2. Tuliskan cara-cara transformasi senyawa-senyawa yang dapat diturunkan dari minimal 3 senyawa hasil isolasi kencur!
3. Cari dan lampirkan spectrum UV dan IR standar dari etil-p-metoksisinamat. Jelaskan analisis anda terhadap spektrum tersebut!

## 9.3 Isolasi Asam Miristat dari Biji Pala: Isolasi Lemak dengan Ekstraktor Soxhlet

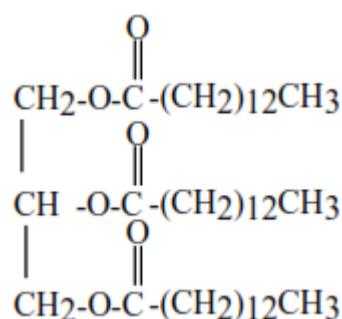
### a. Tujuan

Mengisolasi trimiristin dari biji pala dengan ekstraktor soxhlet dan hidrolisisnya menjadi asam miristat

### b. Pendahuluan

Biji pala mengandung 73% gliserida jenuh yang terdiri atas komponen-komponen asam lemak: asam laurat 1,5%, asam miristat 76,6%, asam palmitat 10,5%, asam oleat 10,5%, dan asam linoleat 1,3%. Proporsi asam miristat yang begitu besar terikat dalam trigliserida menunjukkan bahwa senyawa trigliserida, dalam hal ini trimiristin terdapat dalam jumlah atau proporsi yang sama dengan asam miristat. Jika asam palmitat dan asam laurat dibandingkan relatif terhadap asam miristat, maka proporsi trimiristin di dalam gliserida adalah kira-kira 77% atau 55% dari lemak total. Bomer dan Ebach berhasil mengisolasi 40% trimiristin dengan cara kristalisasi biji pala.

Trimiristin adalah suatu gliserida atau lebih tepat trigliserida, yaitu ester yang terbentuk dari gliserol dan asam miristat. Rumus molekulnya adalah:



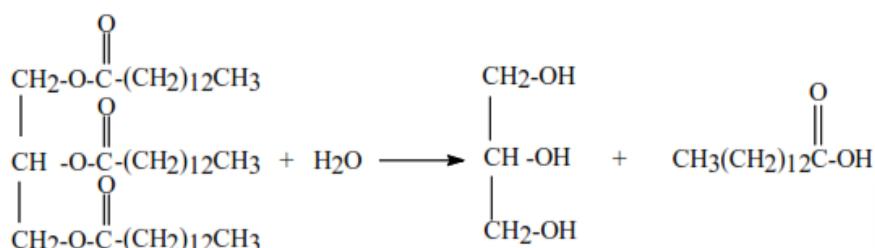
Nama lain dari trimiristin adalah gliserol trimiristat. Kristalnya polimorf mempunyai titik leleh 32,1°C (stabil). Larut dalam benzena, kloroform, etanol, CS<sub>2</sub>, ligroin, dan terutama dalam eter. Isolasi trimiristin pada dasarnya memanfaatkan sifat kelarutan ini.

Nama lain dari asam miristat adalah asam tetradekanoat. Wujudnya berupa kristal berwarna putih agak berminyak. Rumus molekulnya CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>12</sub>COOH. Titik leleh 54,4°C. Sangat larut dalam alkohol dan eter.

Asam miristat pertama kali diisolasi oleh Playfair pada tahun 1841 dan C dan titik didih 326,2°C sekaligus menemukan bahwa asam miristat merupakan komponen utama biji pala. Ditemukan pula bahwa asam miristat terdapat dalam semua spesies myristica tetapi dalam jumlah yang tidak begitu besar dibandingkan dengan pala.

Meskipun asam miristat larut dalam alkohol dan eter, ia tidak larut dalam air. Sifat ini akan digunakan untuk mengkristalkan asam miristat dari hasil hidrolisa trimiristin. Kegunaan asam miristat adalah untuk sabun, kosmetik, parfum, dan ester sintesis untuk flavor dan aditif pada makanan.

Prosedur dan teknik pemisahan asam miristat dari biji pala pada dasarnya adalah ekstraksi trimiristin dari biji pala menggunakan pelarut yang sesuai untuk mendapatkan trimiristin sebanyak-banyaknya. Karena trimiristin ini terdapat dalam biji pala dengan kadar tinggi, maka hasil ekstraksi yang murni dapat dicapai dengan cara ekstraksi sederhana dan kristalisasi. Setelah didapatkan kristal trimiristin yang murni tahap selanjutnya adalah menghidrolisa trimiristin dalam suasana basa sehingga dihasilkan asam miristat dan gliserol. Asam miristat kemudian dipisahkan dengan cara kristalisasi. Reaksi hidrolisa yang terjadi sebagai berikut :



## **b. Alat dan Bahan**

### **Alat:**

- Set alat Soxhlet
- Set alat refluks
- Corong Buchner
- Lumpang dan alu

### **Bahan:**

- Biji pala
- Benzena
- Eter
- Kloroform
- Aseton
- NaOH 6M

## **c. Prosedur Percobaan**

Biji pala dihancurkan sampai halus, lalu dibungkus dalam kantung soxlet dan dimasukkan ke dalam alat soxhlet. Masukkan 150 mL pelarut, kemudian dipanaskan dalam penangas air. Pada ekstrak yang dihasilkan ditambahkan 50 mL aseton, lalu dipanaskan dengan penangas air. Larutan tersebut kemudian dituangkan ke dalam erlenmeyer dan didinginkan. Penghabluran berjalan lambat, oleh karena itu campuran dibiarkan selama 1 jam, kemudian dinginkan campuran tersebut dalam air es selama 30 menit. Kristal yang terbentuk dipisahkan dengan penyaringan menggunakan corong buchner.

Tempatkan padatan trimiristin yang diperoleh dari prosedur di atas dalam labu alas bundar 100 mL. Setiap 0,5 g kristal ditambah larutan NaOH 6M dan 20 mL etanol. Pasang kondenser refluks dalam labu dan didihkan larutan perlahan-lahan selama satu jam. Tuangkan campuran ini ke dalam 150 mL air, tambahkan 20 mL asam klorida pekat tetes demi tetes hingga terbentuk padatan putih. Saring, dan cuci zat padat dengan 10 mL air dan keringkan. Uji titik lelehnya.

## **d. Pertanyaan**

1. Apa saja pelarut yang dapat digunakan untuk mengekstrak trimiristin? Pelarut apa yang anda pilih? Mengapa?
2. Terangkan cara anda memurnikan asam miristat!

3. Hitung berapa banyak NaOH teoritis minimal yang diperlukan untuk bereaksi dengan trimiristin!

#### **9.4 Isolasi Eugenol dari Bunga Cengkeh: Minyak Atsiri dengan Destilasi Uap**

##### **a. Tujuan**

Memperoleh minyak cengkeh dari bunga cengkeh melalui destilasi uap dan mengisolasi senyawa eugenol (suatu senyawa fenol) melalui penambahan basa.

##### **b. Pendahuluan**

Komponen utama minyak cengkeh adalah senyawa aromatik yang disebut eugenol. Eugenol berupa zat cair berbentuk minyak, tidak berwarna atau sedikit kekuningan, menjadi coklat dalam udara, berbau dan berasa rempah-rempah. Dapat larut dalam alkohol, eter, kloroform, dan mudah menguap serta sedikit larut dalam air. Eugenol digunakan sebagai bahan baku obat dan parfum.

Eugenol mudah bersenyawa dengan besi, oleh karena itu penyimpanannya harus dalam botol kaca, drum aluminium, atau drum timah putih.

Data sifat fisika dari eugenol adalah sebagai berikut :

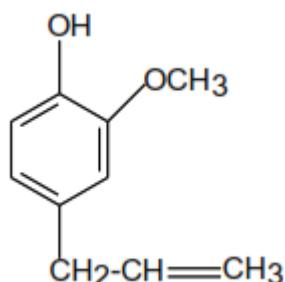
Berat jenis : 1,0651

Indeks bias : 1,5410 (20°C)

Titik didih : 253°C Titik nyala : 110°C

Kelarutan dalam alkohol : 1:5 atau 1:6

Eugenol termasuk senyawa fenol, akan bereaksi dengan alkali hidroksida membentuk senyawa fenolat yang meningkat kelarutannya dalam air. Prinsip ini dipakai untuk memisahkan eugenol dari senyawa lainnya yang terdapat dalam minyak cengkeh.



Eugenol

### c. Alat dan Bahan

#### Alat:

- Labu dasar bulat
- Pendingin udara
- Adaptor
- Termometer
- Corong pisah
- Labu Cassia

#### Bahan:

- Bunga cengkeh kering
- NaOH
- Indikator universal
- Benzena

### d. Prosedur Percobaan

Tempatkan 25 g bunga cengkeh dalam labu dasar bulat 250 mL, tambahkan 100 mL air, dan pasang dalam set alat destilasi uap. Lakukan destilasi uap dan kumpulkan destilat dalam labu erlenmeyer. Pindahkan destilat ke dalam corong pisah. Ambil lapisan minyak cengkeh.

Masukkan minyak cengkeh hasil destilasi ke dalam labu cassia. Tambahkan NaOH 5% (sebanyak 1,5 kali volume dari bunga cengkeh), kocok dengan kuat kurang lebih selama lima menit. Tambahkan lagi NaOH (0,25 sampai 0,5 kali volume minyak cengkeh), dan kocok. Labu ditutup dan dibiarkan selama semalam atau lebih.

Pindahkan ke dalam corong pisah, ambil lapisan airnya. Lapisan air diasamkan dengan HCl pekat sampai asam (pH=1-2). Kemudian ekstrak eugenol dengan 3x8 mL diklorometana. Keringkan lapisan organik dengan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrous, dan evaporasi diklorometana dengan rotaevaporator.

Timbang eugenol yang diperoleh . Hitung kadar minyak cengkeh dan kadar eugenol dalam bunga cengkeh.

**e. Pertanyaan**

1. Manakah yang diperkirakan dapat menghasilkan minyak cengkeh lebih optimal, bunga cengkeh yang dipotong kasar atau halus? Mengapa?
2. Apa fungsi penambahan NaOH pada prosedur di atas? Tulis persamaan reaksinya.
3. Apa fungsi penambahan HCl?
4. Selain eugenol, zat apakah yang terkandung dalam minyak cengkeh?
5. Reaksi apa saja yang dapat berlangsung pada eugenol?

**9.5 Isolasi Sinamaldehida Dari Kayumanis: Isolasi Dengan Destilasi Uap Dan Penambahan Bisulfit**

**a. Tujuan**

Memperoleh minyak kayu manis dari kulit batang kayu manis melalui destilasi uap dan mengisolasi sinamaldehida melalui penambahan bisulfit

**b. Pendahuluan**

Tanaman kayu manis (*Cinnamomum burmanni*) banyak digunakan untuk berbagai keperluan. Semua bagian tanaman ini mengandung minyak atsiri. Minyak kayumanis berguna sebagai pewangi, atau membangkitkan citarasa dalam makanan, minuman, obat-obatan, dan kosmetik. Minyak ini juga dikenal sebagai antiseptik terhadap mikroorganisme.

Kandungan utama minyak kayu manis adalah sinamaldehida (85%). Sinamaldehida banyak digunakan dalam industri minuman keras dan penyedap untuk memberikan cita rasa cinnamon.

Minyak kayu manis yang dikenal dengan nama minyak ceylon mempunyai bobot jenis 1,023 –1,040 g/mL, indeks bias (20°C) =1,581-1,591. Kadar aldehida 65-76 % (b/b) dan kelarutan dalam alkohol 1mL dalam 2-3 mL.

Senyawa penyusun minyak cinamon ini, adalah metil-n-amilketon, furfural, 1- α-pinene, 1-felandren, β-simen, benzaldehida, nonil aldehida, hidrosinamat aldehida, kumilaldehida, sinamaldehida, 1-linalol, linalil

isobutirat, dan eugenol. Minyak dari daun berbeda komposisinya dengan minyak dari kulit batangnya. Kandungan utama minyak dari daunnya adalah eugenol.

Sinamaldehida dapat dipisahkan dari komponen lain minyak kayu manis dengan destilasi fraksinasi pengurangan tekanan atau dengan penambahan natrium bisulfit. Sinamaldehida mempunyai gugus fungsional aldehida yang reaktif terhadap adisi nukleofilik dari natrium bisulfit.

Reaksi sinamaldehida dengan 1 ekivalen natrium bisulfit dapat menghasilkan 70-90% senyawa hasil adisi. Senyawa hasil adisi ini merupakan suatu garam yang mudah terpisahkan dari campuran. Untuk mendapatkan sinamaldehida kembali, dapat dilakukan penambahan asam atau basa.

#### c. Alat dan Bahan

##### Alat:

- Set alat destilasi uap
- Rotatory evaporator
- Corong pisah
- Corong kaca
- Erlenmeyer

##### Bahan:

- Kulit batang kayu manis
- Diklorometana
- $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrous
- $\text{NaHSO}_3$
- HCl

#### d. Prosedur Percobaan

Lakukan destilasi uap terhadap 100 g kulit batang kayu manis yang telah dipotong-potong untuk memperoleh minyak kayu manis. Pisahkan minyak yang diperoleh. (Bila perlu, lakukan ekstraksi terhadap destilat menggunakan diklorometana). Keringkan lapisan diklorometan yang diperoleh dengan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrous, dan uapkan pelarut menggunakan evaporator). Tentukan besaran fisik dari minyak yang diperoleh, meliputi indeks bias dan bobot jenis. Tentukan kandungan minyak kayu manis dengan GC-MS.

Lakukan isolasi sinamaldehida dengan penambahan natrium bisulfit. Masukkan minyak kayu manis ke dalam gelas kimia, tambahkan larutan natrium bisulfit jenuh sambil diaduk (setiap 1 mL minyak tambahkan 3 mL

larutan natrium bisulfit jenuh). Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan etanol dan sedikit eter.

Masukkan endapan yang diperoleh ke dalam labu dasar bulat, tambahkan larutan HCl 5% (b/v) (setiap endapan yang diperoleh dari 1 mL minyak, tambahkan 15 mL larutan HCl). Campuran dipanaskan pada 60°C sambil diaduk sampai endapan larut semua, dan terbentuk 2 lapisan. Pisahkan kedua lapisan tersebut dengan corong pisah. Lapisan air diekskstrak dengan dua kali diklorometana atau eter. Lapisan organik digabungkan dengan lapisan aldehida. Lakukan pencucian hingga netral. Keringkan dengan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrous, dan lakukan evaporasi. Residu yang diperoleh ditimbang dan diidentifikasi.

**e. Pertanyaan**

1. Apa fungsi penambahan larutan natrium bisulfit? Tulis persamaan reaksinya
2. Apa fungsi penambahan larutan HCl?
3. Mengapa dilakukan pencucian hingga netral?

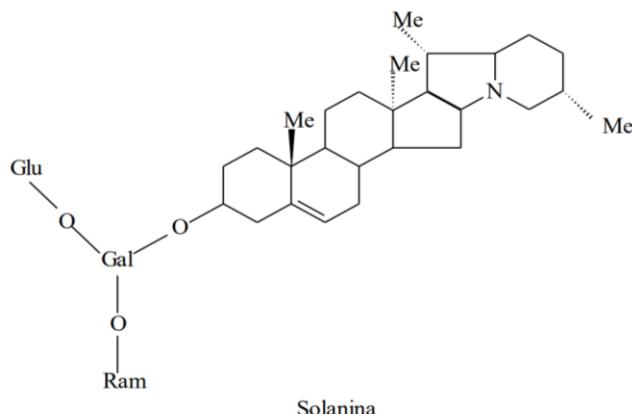
**9.6 Isolasi Solanina dari Kentang: Isolasi Senyawa Steroid dengan Maserasi**

**a. Tujuan**

Mengisolasi solanina dari kentang dengan teknik maserasi

**b. Pendahuluan**

Solanina atau glikolisa steroid adalah alkaloid utama tanaman kentang yang mempunyai struktur inti steroid. Sifat racunnya rendah, dan dalam jumlah kecil tidak menunjukkan efek fisiologis yang berarti. Kandungan solanina yang tinggi biasanya terdapat dalam umbi kentang yang berwarna kehijauan yang tumbuh dekat permukaan tanah. Pada konsentrasi tinggi, solanina merupakan racun yang dapat menyebabkan kematian pada hewan ternak. Kandungan solanina tertinggi terdapat pada tunas, buah, atau bunga tanaman kentang. Pada umbi kentang, kandungan solanina lebih rendah (tunas mengandung 0,04% sedangkan umbi hanya 0,001%). Walaupun demikian untuk keperluan uji di laboratorium, umbi kentang dapat digunakan bila jaringan tanaman kentang lain tidak tersedia. Struktur solanina adalah:



### c. Alat dan Bahan

#### Alat:

- Gelas kimia
- Corong saring
- Erlenmeyer
- Tabung sentrifuge
- Alat sentrifuge

#### Bahan:

- Tunas/bunga/buah/umbi kentang
- Asam asetat 5%
- Amoniak pekat
- Metanol

### d. Prosedur Percobaan

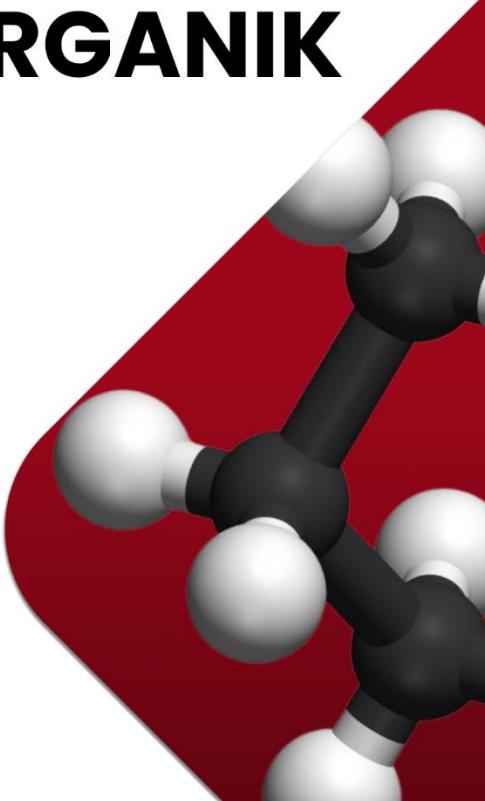
Ekstraksi jaringan kentang secara maserasi dengan asam asetat 5% (perbandingannya 1 : 15-20 bagian) selama satu malam. Lalu saring ekstrak untuk memisahkan sepihan sel yang tidak diinginkan. Panaskan pada 70°C dan tambahkan ammoniak pekat tetes demi tetes sampai pH 10. Lakukan sentrifuge pada ekstrak, dan buang lapisan beningnya. Endapan dicuci dengan larutan NH<sub>4</sub>OH 1%, dan kembali lakukan sentrifuge. Kumpulkan, keringkan, dan timbang solanina kasar yang diperoleh. Lakukan rekristalisasi dengan methanol panas. Tentukan titik leleh dari padatan yang diperoleh

### e. Pertanyaan

1. Mengapa pelarut pada maserasi digunakan larutan asam asetat 5% ?
2. Apa fungsi penambahan amoniak ?
3. Bagaimanakan cara melakukan rekristalsisasi dengan metanol ?
4. Bagaimanakan cara penentuan kadar solanina ?

# **BAB 10**

## **SINTESIS SENYAWA ORGANIK**



## **10.1 Sintesis Tersier Butil Klorida dari Tersier Butanol dan Asam Klorida**

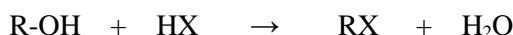
### **Melalui Reaksi Substitusi Nukleofilik**

#### **a. Tujuan**

Membuat alkilhalida dari alkohol melalui reaksi substitusi nukleofilik alifatik

#### **b. Pendahuluan**

Gugus hidroksil dalam senyawa alkohol merupakan gugus yang dapat disubtitusi dengan gugus lain yang lebih kuat melalui reaksi substitusi nukleofilik. Gugus hidroksil pada alkohol tersier merupakan gugus yang paling mudah disubtitusi, sehingga alkohol tersier tersebut dapat dengan mudah bereaksi dengan HCl pekat pada suhu kamar. Sementara itu alkohol sekunder, apalagi alkohol primer, memerlukan kondisi yang sangat kuat untuk melakukan reaksi substitusi, sehingga memerlukan pemansan campuran alkohol-asperit dan ZnCl<sub>2</sub> anhidrat. Sedangkan untuk alkohol alisiklik dianjurkan menggunakan CaCl<sub>2</sub> anhidrat sebagai pengganti ZnCl<sub>2</sub>.



Mekanisme reaksi substitusi nukleofilik yang terjadi pada alkohol dapat melalui pembentukan karbokation (SN1) atau dapat merupakan reaksi yang serentak (SN2). Hal ini diantaranya dipengaruhi oleh jenis alkohol yang terlibat dalam reaksi.

#### **c. Alat dan Bahan**

##### **Alat:**

- Corong pisah
- Corong Buchner
- Mikropipet
- Labu Erlenmeyer
- Set alat destilasi

##### **Bahan:**

- t-butanol
- HCl pekat
- NaHCO<sub>3</sub>
- CaSO<sub>4</sub> atau CaCl<sub>2</sub> anhidrat

#### **d. Prosedur Percobaan**

Isi corong pisah 10 mL dengan 1,5 mL *t*-butanol (t.d. 82–83 °C) dan 4 mL HCl pekat. Kocok campuran dari waktu ke waktu selama 20 menit. Tiap pengocokan, longgarkan keran corong pisah untuk mengurangi tekanan. Biarkan campuran selama beberapa menit sampai kedua lapisannya memisah sempurna. Ambil dan buang lapisan asam di bagian bawah. Cuci halida (bagian atas) dengan 4 mL larutan NaHCO<sub>3</sub> 5% lalu pisahkan. Tambahkan CaCl<sub>2</sub> ke dalam lapisan halide, kemudian saring menggunakan corong yang dilengkapi kertas saring berlipat. Filtrat ditampung dalam labu distilasi, tambahkan 2–3 potong batu didih, lakukan distilasi (gunakan penangas air), kemudian kumpulkan distilat pada 49–51 °C. Fraksi tersebut diperkirakan *t*-butil klorida. Hitung % rendemen yang Anda peroleh! Tentukan kemurniannya dengan mengukur indeks biasnya!

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{berat } t\text{-butil klorida hasil percobaan}}{\text{berat } t\text{-butil klorida teoritis}} \times 100$$

$$n_{\text{terkoreksi}} = n_{\text{percobaan}} + (T_{\text{percobaan}} - T_{\text{literatur}}) \times 0,00045/\text{°C}$$

#### **e. Pertanyaan**

1. Tuliskan mekanisme reaksi SN1 dan SN2.
2. Jelaskan mekanisme reaksi mana yang akan dilalui oleh alkohol tersier.

### **10.2 Sintesis Dibenzalaseton dari Benzaldehid dan Aseton Melalui Reaksi Kondensasi Aldol Campuran (Claisen-Schmidt)**

#### **a. Tujuan**

Untuk membuat dibenzalaseton dari benzaldehida dan aseton melalui reaksi kondensasi aldol

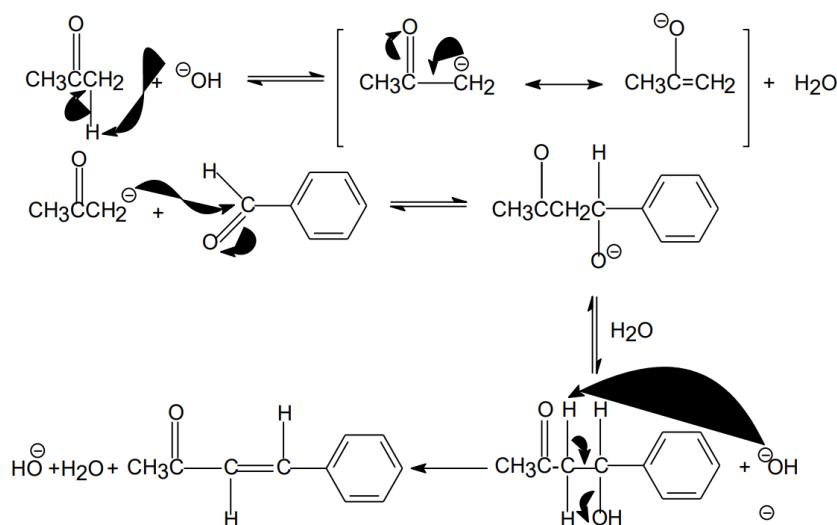
#### **b. Pendahuluan**

Senyawa karbonil yang mempunyai hidrogen yang terikat pada atom karbon  $\alpha$  dapat mengalami reaksi kondensasi. Reaksi ini dilakukan dengan katalis basa yang berfungsi untuk membentuk ion karban dengan mengikat atom H  $\alpha$ . Reaksi kondensasi ini banyak dijumpai, diantaranya reaksi pembuatan dibenzalaseton ini. Reaksi antara suatu aldehida dengan suatu keton dengan adanya basa adalah suatu contoh reaksi kondensasi aldol

(aldehid-alkohol) campuran, yang sering dikenal dengan reaksi Claisen-Schmidt.

Dibenzalaseton dapat dibuat melalui reaksi kondensasi dari aseton dan dua ekivalen benzaldehida. Gugus karbonil dari benzaldehida lebih reaktif dari gugus karbonil aseton sehingga bereaksi cepat dengan anion aseton menghasilkan  $\beta$ - hidroksi keton. Senyawa hidroksi keton ini selanjutnya dengan mudah mengalami dehidrasi berkatalis basa. Tergantung pada jumlah relatif pereaksi yang digunakan, reaksi dapat menghasilkan mono atau di benzalaseton.

Dalam percobaan ini etanol diperlukan sebagai pelarut untuk melarutkan bahan awal, benzaldehida, dan juga intermedietnya, benzalaseton. Benzalaseton, sekali terbentuk dapat dengan mudah bereaksi dengan benzaldehida yang lain menghasilkan dibenzalaseton. Mekanisme rinci pembentukan benzalaseton adalah:



### c. Alat dan Bahan

#### Alat:

- Labu dasar bulat
- Corong Buchner
- Pengaduk magnet

#### Bahan:

- Benzaldehida
- Aseton
- NaOH

- Erlenmeyer
- Gelas kimia
- Etanol.

#### d. Prosedur Percobaan

Larutkan 0,1 g NaOH dalam 1 mL air, diamkan larutan NaOH tersebut sampai suhu ruang, kemudian tambahkan 400 L etanol. Dalam gelas kimia lain, campurkan 204 L benzaldehid dan 74 L aseton, kemudian campurkan setengah dari larutan ini ke dalam larutan NaOH (Reaksi dilakukan pada suhu ruang tanpa pemanasan). Lakukan pengadukan selama 15 menit menggunakan pengaduk magnet, kemudian tambahkan sisa campuran benzaldehid dan aseton sedikit demi sedikit. Bilas sisa campuran benzaldehid dan aseton dalam gelas kimia menggunakan etanol untuk memaksimalkan pemindahan campuran. Aduk campuran selama 1,5 jam hingga diperoleh endapan berwarna kuning. Endapan kemudian disaring dengan corong Buchner dan cuci dengan air untuk menghilangkan sisa basa. Ambil sedikit padatan untuk diuji titik leleh dan KLT. Lakukan rekristalisasi padatan kuning yang diperoleh menggunakan etanol. Timbang kristal yang terbentuk dan hitung % rendemen dibenzalaseton. Ambil sedikit kristal untuk diuji titik leleh dan KLT (titik leleh dibenzalaseton 110–111 °C).

Lakukan uji KLT terhadap starting material dan molekul target. Ambil sedikit benzaldehid (larutkan dalam etanol) dan krista dibenzalaseton (larutkan dalam etanol) kemudian lakukan KLT menggunakan eluen etil asetat:heksan (2:8) dan catat Rf. Lakukan pula analisis FTIR dari kristal dibenzalaseton.

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{berat kristal dibenzalaseton hasil percobaan}}{\text{berat dibenzalaseton teoritis}} \times 100$$

#### e. Pertanyaan

1. Hitung volume benzaldehida dan aseton yang diperlukan pada prosedur di atas
2. Mengapa perbandingan mol pereaksi-pereaksi pada reaksi ini sangat penting diperhatikan?

3. Apa hasil samping yang dapat diramalkan dari reaksi ini? Bagaimana zat tersebut dihilangkan?
  4. Tulis rumus isomer geometri yang mungkin dari dibenzalaseton. Isomer yang manakah yang paling stabil? Mengapa?
  5. Apa bukti yang menunjukkan bahwa produk yang diperoleh terdiri dari satu isomer atau campuran isomer? Apakah titik leleh dapat memberikan informasi tersebut?
  6. Bagaimana mengubah prosedur di atas bila diinginkan mensintesis benzalaseton,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}=\text{CHCOCH}_3$ ? benzalasetofenon,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}=\text{CHCOC}_6\text{H}_5$ ?

### 10.3 Sintesis Etil-Asetat dari Asam Asetat dan Etanol Melalui Reaksi

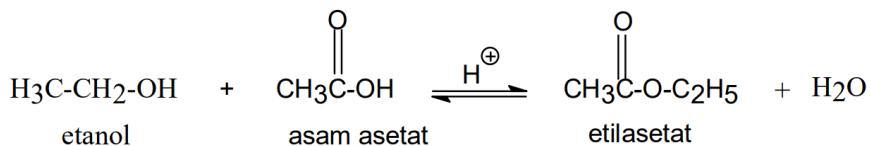
## Esterifikasi pada Suasana Asam

a. Tujuan

Mensintesis etil asetat dari etanol dan asam asetat melalui esterifikasi pada skala kecil

### **b. Pendahuluan**

Ester etilasetat dapat dibuat dengan cara esterifikasi seperti halnya 2-butilasetat, akan tetapi sebagai pereaksinya adalah etanol dan asam asetat. Persamaan reaksinya adalah:



### c. Alat dan Bahan

## Alat:

- Set alat refluks
  - Set alat destilasi
  - Corong pisah
  - Mikropipet
  - Set alat uji titik didih
  - Refraktometer

## Bahan:

- Etanol
  - Asam asetat glasial
  - Asam sulfat pekat
  - $\text{CaCl}_2$  anhidrat
  - $\text{Na}_2\text{CO}_3$

#### d. Prosedur Percobaan

Campurkan 600 L etanol dengan 600 L asam asetat glasial dalam labu dasar bulat, kemudian tambahkan 100 L  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat sedikit demi sedikit. Rangkai set alat refluks dan lakukan refluks campuran selama 1 jam terhitung dari tetesan pertama. Setelah refluks, diamkan campuran sampai termperatur kamar. Lepaskan pendingin refluks, ganti dengan rangkaian alat destilasi. Lakukan destilasi terhadap campuran. Tampung distilat yang menetes sebelum 82 °C. Masukkan distilat ke dalam corong pisah kemudian tambahkan 5 mL larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  30%. Lakukan ekstraksi cair-cair dan pisahkan lapisan organiknya. Lapisan organik yang diperoleh kembali diekstraksi seperti sebelumnya. Keringkan lapisan organic dengan  $\text{CaCl}_2$  hingga semua sisa air terikat pada  $\text{CaCl}_2$  (larutan menjadi bening, tidak keruh, dan  $\text{CaCl}_2$  sudah menggumpal di dasar larutan). Pisahkan lapisan organik dari  $\text{CaCl}_2$  dengan cara dekantasi. Lakukan destilasi terhadap lapisan organic yang diperoleh, tamping distilat yang menetes pada suhu 74–79 °C. Uji kemurnian distilat menggunakan uji titik didihm indeks bias, dan lakukan analisis FTIR. Hitung indeks bias terkoreksi dengan rumus sebagai berikut:

$$n_{terkoreksi} = n_{percobaan} + (T_{percobaan} - T_{literatur}) \times 0,00045 / C$$

Hitung persen kesalahan pengukuran titik didih dan indeks bias terkoreksi dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ Kesalahan} = \frac{\text{nilai dari literatur} - \text{nilai dari percobaan}}{\text{nilai dari literatur}} \times 100$$

#### e. Pertanyaan

1. Apa kegunaan penambahan anhidrida kalsium klorida?
2. Hitung hasil teoritis etil asetat, apakah yang dipakai untuk dasar perhitungan hasil teoritis ini?
3. Hitung randemen etil asetat hasil dari percobaan saudara.

### 10.4 Sintesis Sikloheksena Melalui Reaksi Dehidrasi Sikloheksanol

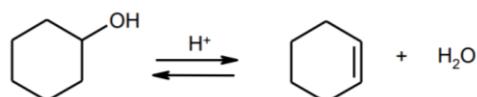
#### a. Tujuan

Mesintesis senyawa turunan benzene melalui reaksi dehidrasi sikloheksanol

## b. Pendahuluan

Banyak sintesis senyawa organik mengalami lebih dari satu tahap reaksi. Pada percobaan ini dilakukan serangkaian reaksi pembentukan benzena dari sikloheksanol melalui beberapa tahap reaksi. Percobaan ini diisain sedemikian rupa sehingga dapat memenuhi empat konsep dasar sintesis senyawa organik: sintesis, katalisis, penggunaan kalor reaksi untuk menentukan apakah suatu reaksi akan berlangsung sesuai yang diharapkan, dan energi resonansi.

Salah satu contoh pembuatan olefin dari alkohol adalah dehidrasi sikloheksanol menjadi sikloheksena dan air. Dehidrasi dapat dilakukan dengan cara memanaskan alkohol dengan suatu asam, pada suhu tidak terlalu tinggi. Dalam percobaan ini, sebagai katalis dipilih asam sulfat. Hasil reaksi segera dikeluarkan begitu senyawa ini terbentuk, dengan cara distilasi

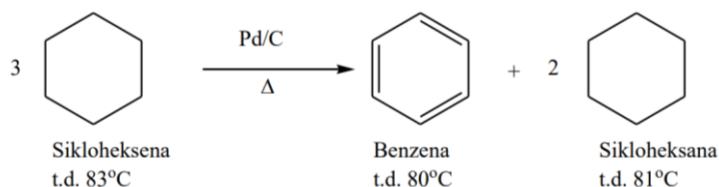


Campuran reaksi akan terdiri dari campuran azeotrop dari sikloheksena, air dan sedikit bahan-bahan lain yang bertitik didih tinggi (lihat tabel 1). Asam sulfat yang ikut serta waktu didistilasi, dihilangkan dengan mencucinya berturut-turut dengan air dan larutan NaHCO<sub>3</sub>. Pada pencucian ini bahan organik dan air tidak saling bercampur, sehingga lapisan organik bisa dipisahkan dengan corong pisah. Sikloheksena yang dihasilkan dikeringkan dengan CaCl<sub>2</sub> kering sehingga air terikat sebagai hidrat dan sebagian sikloheksanol sisa membentuk kompleks yang sejenis dengan hidrat tersebut. Sikloheksena yang bebas air ini mungkin masih bercampur dengan sedikit sikloheksanol sisa dan diskloheksil. Pemurniaaan sikloheksena dilakukan dengan cara distilasi. Kemurniannya ditentukan oleh identifikasi indeks biasnya.

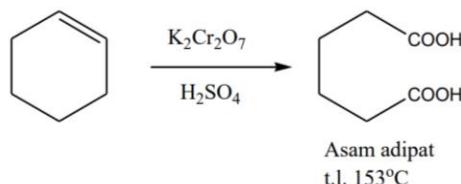
**Tabel 10.1** Data titik didih dan kelarutan senyawa.

Senyawa	Titik Didih (°C)	Kelarutan dalam Air
Sikloheksanol	161	Tak larut
Air	100	Larut
Asam sulfat	-	Larut
Disikloheksil eter	275	Tak larut
Asam sulfit	-	Larut
Tar	Sangat tinggi	Tak larut

Untuk mengubah sikloheksena menjadi benzena, dalam percobaan ini hanya cukup menggunakan skala kecil saja, dengan mereaksikan 3 mol sikloheksena dengan katalis Pd/C menghasilkan bensena dan sikloheksana. Karena perbedaan titik didih antara ketiga senyawa tersebut sangat mirip, maka pemisahan secara distilasi menjadi sulit. Konsekuensinya, hanya reaksi kimia karakterisasi atau spektroskopi yang dapat membedakan ketiga senyawa tersebut.



Untuk menguji sikloheksena yang dihasilkan dari reaksi dehidrasi sikloheksanol, maka produk direaksikan dengan kalium dikromat dalam suasana asam menghasilkan suatu padatan asam adipat (titik leleh 153°C).



Untuk menguji benzena yang dihasilkan dari reaksi antara sikloheksena dengan palladium pada karbon, produk diubah menjadi padatan turunan benzena yaitu mdinitrobenzena yang memiliki titik leleh 90°C.



### c. Alat dan Bahan

#### Alat:

- Set alat distilasi bertingkat
- Pemanas listrik
- Set alat pengujian titik didih
- Refraktometer

#### Bahan:

- Sikloheksanol
- $\text{H}_3\text{PO}_4$  85%
- Toluen
- $\text{CaCl}_2$
- $\text{NaCl}$ .

### d. Prosedur Percobaan

Masukkan 4 mL sikloheksanol ke dalam labu dasar bulat. Tambahkan hati-hati 1 mL larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  pekat 85%, kocok dengan baik. Pasang kolom bertingkat dan kondensor refluks pada labu, pasang juga adaptor pada ujung kondensor yang dihubungkan dengan labu penampung di dalam penangas es. Panaskan labu dengan pemanas listrik sampai mendidih (jangan lupa masukkan batang pengaduk magnet lalu lakukan pengadukan), dan lakukan distilasi sampai volume residu dalam labu sekitar 1 mL dan hanya sedikit sekali distilat yang terbentuk (amati perubahan suhu). Kemudian biarkan perangkat distilasi sampai dingin sebentar. Lepaskan termometer dengan cepat dan tuangkan 4 mL toluen ke dalam labu distilasi menggunakan corong panjang. Perhatikan jumlah lapisan campuran reaksi bagian atas di dalam labu, lalu destilasi kembali sampai volume lapisan berkurang setengahnya. Tuangkan isi distilat dalam labu penampung ke dalam corong pisah dan

bilaslah dengan sedikit toluen; gunakan pelarut ini untuk setiap proses pencucian dalam percobaan selanjutnya. Cuci campuran reaksi dengan larutan NaCl jenuh dalam jumlah volume yang sama. Lakukan ekstraksi, lalu pisahkan lapisan air. Pindahkan lapisan organik ke dalam wadah yang bersih, lalu tambahkan CaCl<sub>2</sub> anhidrat dan saring. Lakukan distilasi bertingkat terhadap filtrat yang diperoleh, kumpulkan fraksi distilat pada suhu antara 80 – 85 °C (jangan lupa tambahkan pengaduk magnet lalu lakukan pengadukan). Timbang distilat yang diperoleh dan tentukan indeks biasnya.

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{berat sikloheksena hasil percobaan}}{\text{berat sikloheksena teoritis}} \times 100$$

$$n_{\text{terkoreksi}} = n_{\text{percobaan}} + (T_{\text{percobaan}} - T_{\text{literatur}}) \times 0,00045/\text{°C}$$

#### e. Pertanyaan

1. Tuliskan mekanisme reaksi pembentukan sikloheksena dari sikloheksanol!
2. Tunjukkan pula kemungkinan terjadinya produk samping septidisikloheksil eter dalam reaksi tersebut!
3. Berdasarkan data entalpi dari handbook untuk benzena, sikloheksena dan sikloheksana, dengan asumsi benzena tidak memiliki energi resonansi dan bahwa kalor hidrogenasi benzena 3 kali energi hidrogenasi sikloheksena, hitung kalor reaksi pembentukan benzena dari sikloheksena pada persamaan reaksi di atas pada kondisi tersebut!
4. Tunjukkan mekanisme reaksi nitrasii benzena dan kemungkinan produk-produknya!
5. Berdasarkan prosedur untuk menguji sikloheksena dengan cara mengoksidasi sikloheksena menjadi asam adipat, tentukan rendemen teoritis produk asam adipat yang seharusnya diperoleh

### 10.5 Sintesis Polimer Nilon 610

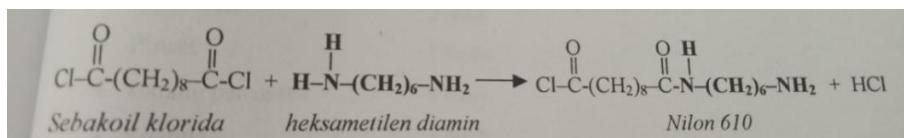
#### a. Tujuan

Mensintesis Polimer Nilon 6,10 dari heksametilen diamin serta sebakoil klorida.

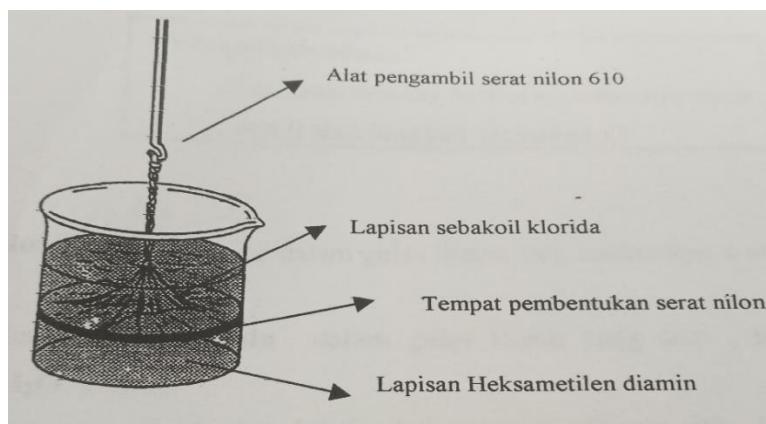
## b. Pendahuluan

Nilon merupakan salah satu contoh polimer sintesis yang termasuk ke dalam golongan polimer kondensasi. Nilon terbagi ke dalam beberapa jenis, seperti nilon 66, dan nilon 610 Penamaan nilon ini berdasarkan banyaknya atom karbon monómer penyusunnya. Nilon 610 misalnya, dibuat dari monomer Heksametilen diamin yang memiliki jumlah atom karbon 6 buah dan Sebakoil klorida yang memiliki jumlah atom karbon 10 buah.

Kegunaan nilon dalam kehidupan sehari-hari antara lain untuk bahan kaos kakI, bulu sikat gigi, tali pancing, dan talI yang digunakan dalam perlengkapan memanjat. Beberapa manfaat dari nilon 610 adalah untuk kawat serabut tunggal, bulu sikat, dan bulu- bulu keras.



Berikut ini ditunjukkan proses pengambilan nilon 610 hasil percobaan supaya serat nilon tidak rusak.



**Gambar 10. 1** Proses pengambilan nilon 610.

## c. Alat dan Bahan

### Alat:

- Gelas kimia
- Pipet tetes

### Bahan:

- Sebakoil klorida
- Heksametilen diamin

- Pinset
- Batang pengaduk
- Spatula
- Gelas ukur
- Botol semprot
- Neraca
- Stik kayu/bambu
- Jam/stopwatch
- Karbon tetraklorida
- Aquades

#### d. Prosedur Percobaan

1. Ambil 5 tetes **sebakoil klorida**, masukan ke dalam gelas kimia, lalu tambahkan 4 mL pelarut **CC<sub>14</sub>** diaduk.
2. Timbang 0,25 gram **heksametilen diamin** dalam gelas kimia yang lain, lalu tambahkan 4 ml. pelarut **H<sub>2</sub>O**, diaduk.
3. Dengan menggunakan pipet tetes, masukkan larutan heksametilen diamin tetes demi tetes ke dalam larutan sebakoil klorida. Biarkan campuran selama 2 menit
4. Dengan menggunakan pinset, ambil bagian tengah larutan, amati apa yang terjadi !
5. Jika terbentuk nilon, gulung dengan menggunakan stick kayu secara hati-hati !

#### e. Pertanyaan

1. Tuliskan mekanisme reaksi pembentukan Nilon 610.
2. Perkirakan apa yang akan terjadi apabila sebakoil klorida dilarutkan ke dalam air?
3. Mengapa pada proses pembentukan Nilon 610 larutan heksametilen diamin yang ditambahkan ke dalam larutan sebakoil klorida tidak sebaliknya?

### 10.6 Asam Oksalat: Oksidasi Sukrosa

#### a. Tujuan

Membuat asam oksalat dari sukrosa (gula pasir) melalui reaksi oksidasi

## b. Pendahuluan

Oksidasi senyawa-senyawa alifatik tertentu dengan asam nitrat pekat akan mengakibatkan atom-atom karbon terpecah dalam pasangan-pasangan membentuk asam oksalat (HOOC-COOH.2H2O). Oksidasi dekstrutif ini ditunjukkan oleh beberapa karbohidrat, seperti dalam gula pasir yang rantai gugus alkohol sekundernya pecah menghasilkan asam oksalat.

Berbeda dengan senyawa-senyawa alifatik (kecuali parafin/alkana) yang biasanya teroksidasi oleh asam nitrat pekat, maka senyawa-senyawa aromatik biasanya mengalami nitrasi (suatu substitusi elektrofilik) oleh asam nitrat pekat yang berada bersama asam sulfat pekat, dan dioksidasi oleh asam nitrat encer. Contohnya, benzaldehida, C6H5CHO, jika direaksikan dengan asam nitrat pekat menghasilkan m-nitrobenzaldehida, NO2C6H5CHO, tetapi dengan asam nitrat encer menghasilkan asam benzoat, C6H5COOH.

Asam oksalat merupakan asam dikarboksilat yang mempunyai berat molekul rendah, berwujud padat, bertitik leleh 189,5 °C, dan mempunyai bentuk kristal monoklin. Asam oksalat terhidrat mempunyai titik leleh 101°C. Asam oksalat akan mengurai menjadi asam format dan karbondioksida jika dipanaskan pada suhu >198 °C. Di laboratorium asam oksalat biasa digunakan sebagai larutan standar pada titrasi asam basa dan dalam kehidupan sehari-hari digunakan sebagai pemutih.

## c. Alat dan Bahan

### Alat:

- Labu dasar rata
- Corong Buchner
- Gelas kimia
- Termometer

### Bahan:

- Gula pasir
- Asam nitrat pekat
- Etanol
- Karbon aktif

## d. Prosedur Percobaan

Masukkan 20 g gula pasir ke dalam labu dasar datar berukuran 75 mL, tambahkan dengan 100 mL asam nitrat pekat, panaskan di atas penangas air perlahan-lahan sampai uap coklat NO2 mau keluar dari labu dasar datar. (Apa

fungsi pemanasan?). Angkat labu dasar datar tadi, pindahkan ke atas balok kayu di lemari asam untuk melanjutkan reaksi tanpa pemanasan, biarkan selama 15 menit. (Mengapa harus disimpan di lemari asam?). Tuangkan hasil reaksi ke dalam gelas piala berukuran 50 mL, labu dicuci dengan air dingin dan air cucian dimasukkan ke dalam gelas piala, tambahkan 20 mL asam nitrat pekat. Uapkan di atas penangas air sampai volume cairan tinggal 20 mL (mengapa harus diuapkan?).

Tambahkan 40 mL air ke dalam larutan yang tinggal 20 mL ini, kemudian uapkan lagi sampai volume tinggal 20 mL. Dinginkan larutan ini dalam air es (mengapa?), kristal asam oksalat akan segera terbentuk.

Saring kristal asam oksalat yang terbentuk ini dengan corong buchner, kemudian rekristalisasi asam oksalat yang didapatkan dengan melarutkannya dalam air panas (apa tujuan rekristalisasi?), dinginkan untuk mendapatkan kristal yang lebih murni. Saring, keringkan, dan periksa titik lelehnya.

#### e. Pertanyaan

1. Tuliskan persamaan reaksi antara sukrosa dengan asam nitrat pekat
2. Bagaimanakah sebaiknya untuk mengeringkan asam oksalat?
3. Hitung hasil teoritis pembuatan asam oksalat.

### 10.7 Asam Asetilsalisilat (Aspirin) : Sintesis Zat Padat Melalui Asetilasi

#### a. Tujuan

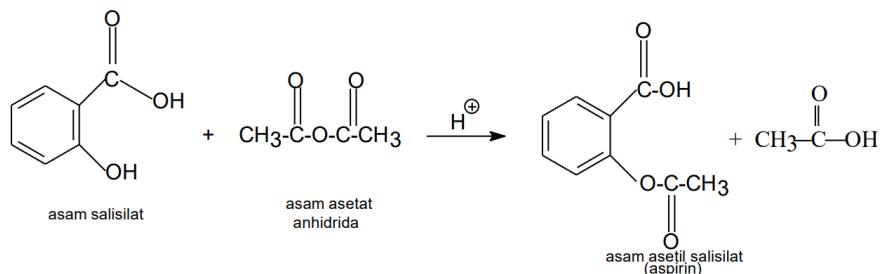
Membuat asam asetil salisilat dari asam salisilat dan anhidrida asam asetat melalui reaksi asetilasi (sejenis reaksi esterifikasi).

#### b. Pendahuluan

Asam salisilat (o-hidroksi asam benzoat) merupakan senyawa bifungsional yang mengandung gugus fungsi hidroksil dan karboksil. Dengan demikian asam salisilat dapat berfungsi sebagai fenol (hidroksibenzena) dan juga berfungsi sebagai asam benzoat. Baik sebagai asam maupun sebagai fenol, asam salisilat dapat mengalami reaksi esterifikasi. Bila direaksikan dengan anhidrida asam, akan mengalami reaksi esterifikasi menghasilkan asam asetil salisilat (aspirin). Dan apabila direaksikan dengan metanol

(alkohol), juga mengalami reaksi esterifikasi menghasilkan ester metil salisilat (minyak gandapura).

Aspirin adalah salah satu jenis obat yang paling dikenal. Orang Romawi dan Yunani kuno telah menggunakan sejenis aspirin yang diekstrak dari sejenis tumbuhan sebagai analgesik (penghilang rasa sakit). Selain itu aspirin juga dikenal sebagai antipyretik (penurun demam), dan anti-inflammatory.



### c. Alat dan Bahan

#### Alat:

- Erlenmeyer
- Gelas kimia
- Pipet tetes
- Corong Buchner
- Batang pengaduk

#### Bahan:

- Asam salisilat
- Asam asetat anhidrida
- Asam sulfat pekat

### d. Prosedur Percobaan

- Cara I:

Tambahkan 10 g asam salisilat ke 20 mL campuran asetat anhidrida dan asam asetat (1:1). Refluks campuran selama 30 menit. Tuangkan ke dalamnya sekitar 200 mL air dingin. Saring endapan yang terbentuk. Lakukan rekristalisasi menggunakan campuran air dan asam asetat (1:1). Lakukan identifikasi

- Cara II:

Masukkan 2 g asam salisilat ke dalam labu erlenmeyer, tambahkan kedalamnya 5 mL asam asetat anhidrida dan 5 tetes asam sulfat pekat sambil dikocok sampai semua asam salisilat larut. Panaskan campuran zat

tersebut dalam penangas air selama 5 – 10 menit. Tambahkan 20 mL air dingin. Saring endapan yang terbentuk. Lakukan rekristalisasi menggunakan kloroform.

- Cara III:

Masukkan 2 g kristal asam salisilat ke dalam Erlenmeyer yang berukuran 125 mL. Tambahkan kedalamnya 5 mL asam asetat anhidrida, kemudian tetesi 5 tetes asam sulfat pekat sambil dikocok sampai semua asam salisilat larut. Panaskan campuran zat tersebut dalam penangas air selama 5 sampai 10 menit. Biarkan mendingin pada suhu kamar, agar kristal asam asetil salisilat mulai terbentuk, gores dinding Erlenmeyer dengan batang pengaduk dan dinginkan campuran ini dalam pendingin es agar kristal mulai terbentuk. Tambahkan 50 mL air dan dinginkan, sampai proses kristalisasi sempurna. Kumpulkan semua kristal asam asetilsalisilat melalui penyaringan dengan corong buchner. Bilas erlenmeyer dengan filtratnya, agar tidak ada kristal yang tertinggal. Cuci kristal dalam corong buchner beberapa kali dengan air dingin. Kumpulkan semua kristal asam asetil salisilat melalui penyaringan dengan corong buchner. Bilas Erlenmeyer dengan filtratnya, agar tidak ada kristal yang tertinggal. Cuci kristal dalam corong buchner beberapa kali dengan air dingin. Kumpulkan kristal dari corong buchner dan keringkan pada udara terbuka.

Tes kemurnian asam asetil salisilat dengan mereaksikan sedikit kristal ini dengan 2 tetes larutan 1% feriklorida. Bila masih memberikan warna merah sampai ungu berarti masih ada asam salisilat yang belum bereaksi, perlu dilakukan pemurnian kembali dengan cara berikut ini.

Masukkan kristal asam asetil salisilat dalam gelas kimia berukuran 150 mL, tambahkan 25 mL larutan jenuh natriumbikarbonat sambil diaduk. (Reaksi apa yang terjadi ?). Saring campuran ini dengan corong buchner, cuci gelas kimia dan corong buchner dengan 5 sampai 10 mL air dingin. Tuangkan filtratnya ke dalam gelas kimia yang berisi campuran 3,5 mL asam klorida pekat dalam 10

#### e. Pertanyaan

1. Hitung hasil teoritis aspirin yang diperoleh?
2. Mengapa penghilangan asam asetat dapat meningkatkan aspirin yang terbentuk?
3. Apa fungsi asam sulfat dalam reaksi ini?
4. Usaha apa yang dapat dilakukan untuk meningkatkan hasil reaksi?
5. Apakah fungsi penambahan larutan natrium bikarbonat? Bolehkah diganti dengan natrium hidroksida?

### 10.8 Kloroform: Penggunaan Kaporit Dalam Substitusi Elektrofilik

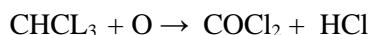
#### a. Tujuan

Membuat kloroform dari aseton dan kaporit melalui reaksi substitusisi elektrofilik

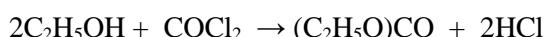
#### b. Pendahuluan

Kloroform merupakan senyawa organik berwujud cair dengan titik didih 61,2 °C, indeks bias 1,487, berbau menyengat, dan mudah menguap. Dalam kehidupan sehari-hari kloroform berfungsi sebagai pembius, dan pelarut senyawa organik. Kloroform dapat dibuat melalui reaksi substitusi elektrofilik atom-atom H α semua senyawa karbonil yang bergugus asetil ( $\text{CH}_3\text{CO}-$ ) dalam suasana basa. Juga dapat dipergunakan bahan alkohol yang bila dioksidasi menghasilkan gugus asetil.

Kloroform pada awalnya digunakan dalam obat-obatan sebagai suatu anastesik. Akan tetapi kloroform mudah teroksidasi dengan adanya udara dan cahaya menjadi posgen atau karbonil klorida,  $\text{COCl}_2$  yang berbahaya.



Penyimpanan kloroform dalam botol gelap, atau penambahan 2% etanol dapat mengubah posgen menjadi dietilkarbonat yang tidak berbahaya.



Di samping itu, kloroform dan beberapa senyawa lain yang mengandung gugus metiltrikloro,  $-\text{CCl}_3$  menunjukkan efek fisiologi yang kuat. Seperti, trikloroasetaldehida, atau kloral hidrat,  $\text{Cl}_3\text{CCH}(\text{OH})_2$ , dan trikloro-tert-butanol atau kloretone,  $\text{Cl}_3\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{OH}$  yang dapat memberi efek hipnotis

### c. Alat dan Bahan

#### Alat:

- Labu dasar bulat 1L
- Lumpang dan alu
- Corong saringf
- Pendingin Liebig
- Erlenmeyer
- Corong tetes
- Set alat destilasi

#### Bahan:

- Kaporit (100 g)
- Aseton (44 mL)
- NaOH 10%
- Ca(OH)<sub>2</sub>

### d. Prosedur Percobaan

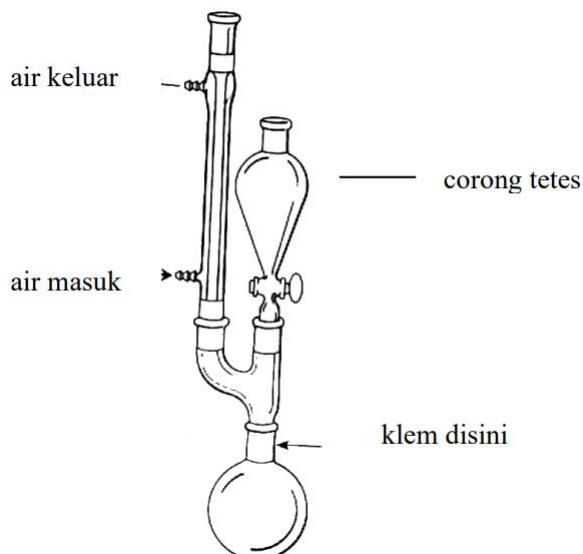
Masukkan 100 g kaporit ke dalam lumpang, geruslah sampai halus. Selanjutnya hasil gerusan tersebut dimasukkan ke dalam labu dasar datar, tambahkan air sedikit demi sedikit sampai 250 mL sambil digoyang-goyang sehingga terbentuk suspensi yang sempurna.

Pasang pendingin air (Liebig) pada labu tadi dengan arah tegak, tuangkan aseton sedikit demi sedikit melalui atas pendingin atau corong tetes sampai 44 mL sambil dikocok, dinginkan labunya dalam air. (Mengapa penuangan aseton harus sedikit demi sedikit dan mengapa labu harus ddinginkan?). Apabila semua aseton telah masuk, panaskan labu pada suhu 40 – 50°C selama 10 menit. (Apa fungsi pemanasan dan bolehkah waktu pemanasan diperpanjang?). Selanjutnya dinginkan labu yang berisi kloroform tersebut . (Apa tujuan pendinginan ini?)

Pasangkan labu dasar bulat dalam set alat destilasi. Panaskan labu dengan api kecil, tampung destilat yang keluar pada 61°C dalam labu tertutup yang dicelupkan pada gelas kimia berisi es. (Mengapa harus tertutup?). Pindahkan destilat kloroform ke dalam corong pisah, tambahkan larutan natrium hidroksida 10 % sampai larutan bersifat netral. Ujilah dengan kertas laksmus. Kocok kuat-kuat, diamkan sampai terjadi dua lapisan, ambil lapisan kloroformnya. (Berada pada bagian manakah lapisan kloroform tersebut ? ). Cuci kembali lapisan kloroform dengan air (1:1), lapisan kloroform

digabungkan. Keringkan dengan menambah kalsium klorida anhidrous selama 10 menit. (Bagaimana perubahan kloroform sebelum dan sesudah dikeringkan?). Pisahkan filtratnya dengan cara dekantasi dan masukkan ke dalam labu destilasi.

Pasang termometer 110°C dan pendingin Liebig pada labu destilasi, panaskan dalam penangas air. Tampung destilat yang keluar pada suhu 60 – 63°C. Periksa indeks biasnya, bila belum sesuai murnikan kembali kloroform tersebut dengan cara mendestilasi kembali. Proses pemurnian dengan destilasi ini dilakukan sampai betul-betul murni.



**Gambar 10. 2** Set alat pemurnian.

#### e. Pertanyaan

1. Apa guna kaporit dalam reaksi pembuatan kloroform ini?
2. Mengapa suhu reaksi tidak boleh lebih dari 50°C?
3. Bagaimana meyakinkan bahwa senyawa yang anda peroleh adalah kloroform dan bukan aseton yang belum bereaksi?
4. Hitung massa kloroform yang dihasilkan secara teoritis!

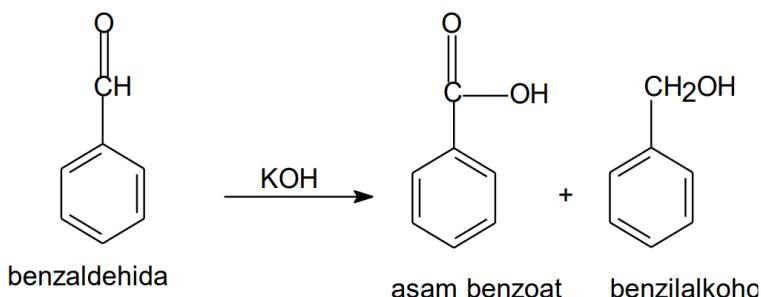
## **10.9 Asam Benzoat Dan Benzilalkohol: Reaksi Oksidasi-Reduksi Cannizaro, dan Identifikasinya dengan Spektrometer IR**

### **a. Tujuan**

Membuat asam benzoat dan benzilalkohol dari benzaldehida melalui reaksi Cannizaro.

### **b. Pendahuluan**

Asam benzoat merupakan senyawa organik berwujud padat, berwarna putih, berbau menyengat dengan titik leleh  $122,4^{\circ}\text{C}$ , dan mempunyai bentuk kristal monoklin. Dalam kehidupan sehari-hari berfungsi sebagai bahan pengawet makanan dan bahan obat-obatan. Benzilalkohol merupakan senyawa organik berwujud cair, tak berwarna, bertitik didih  $205,3^{\circ}\text{C}$  dan berindeks bias 1,5396. Asam benzoat dan benzil alkohol dapat dibuat sekaligus dari benzaldehida yang direaksikan dengan basa kuat (reaksi cannizaro). Pada aldehida tanpa hidrogen  $\alpha$  yang direaksikan dengan basa kuat dapat terjadi disproporsionasi, yaitu separuh senyawa aldehida tereduksi menghasilkan alkohol sedang separuh lagi teroksidasi menjadi asam karboksilat. Reaksi itulah yang disebut reaksi cannizaro. Sedang untuk senyawa aldehida yang memiliki hydrogen  $\alpha$  bila ditambah basa dan dipanaskan akan terjadi reaksi kondensasi aldol



### **c. Alat dan Bahan**

#### **Alat:**

- Labu dasar datar
- Labu Erlenmeyer

#### **Bahan:**

- KOH (27 g)
- Benzaldehida (29 mL)

- Corong pisah
- Pendingin Liebig
- Labu destilasi
- Termometer 300°C
- Gelas kimia 400mL
- Eter (120mL)
- Larutan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> jenuh (20 mL)
- MgSO<sub>4</sub> anhidrous
- HCl pekat (75mL)
- Karbon aktif

#### d. Prosedur Percobaan

Ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL larutkan 27 g KOH padat dalam 20 mL air. Selanjutnya pindahkan larutan tadi ke dalam labu dasar datar yang berisi 30 mL benzaldehida yang baru didestilasi, kocoklah sampai terjadi emulsi, tutuplah rapat-rapat (dapatkah digunakan tutup dari gelas?) dan diamkan sedikitnya 4 jam (lebih baik semalam). Tambahkan air (100 mL) untuk melarutkan kalium benzoat.

Pindahkan larutan tadi ke dalam corong pisah, bilas labu dengan 20 mL eter, dan tuangkan ke dalam corong pisah. Ekstraksi tiga kali masing-masing dengan 20 mL eter, kocok kuat-kuat, diamkan sebentar hingga terjadi dua lapisan. (Lapisan apa yang berada di atas dan lapisan apa yang berada di bawah?). Pisahkan kedua lapisan tadi, dan simpan kedua lapisan. Ke dalam lapisan eter, tambahkan larutan natrium bisulfit untuk menghilangkan sisa benzaldehida, pisahkan dan ambil lapisan eternya.

Ke dalam lapisan eter kemudian ditambahkan larutan encer NaOH (Apa fungsi penambahan NaOH?), dan lakukan pencucian (bagaimana cara melakukannya?). Keringkan lapisan eter dengan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrous. Lakukan destilasi dengan penangas air untuk memisahkan eter yang masih ada. Lanjutkan destilasi dengan pendingin udara untuk mendapatkan benzilalkohol. Catat titik didihnya. Bila belum murni ulangi destilasi dengan kolom fraksinasi. Selanjutnya periksa indeks biasnya, dan analisa dengan IR.

Untuk memperoleh asam benzoat, ke dalam gelas kimia 400 mL, masukkan lapisan air, tambahkan 75 mL asam klorida pekat dalam 75 mL air sambil diaduk. Tambahkan es. (Apa fungsi HCl?) Saringlah endapan yang dihasilkan, cuci dengan air beberapa kali. Selanjutnya keringkan kristal yang

diperoleh. Lakukan rekristalisasi menggunakan air panas. Periksa titik leleh, bentuk kristal dan spektrum IR-nya.

**e. Pertanyaan**

1. Hitung hasil teoritis asam benzoat dan benzilalkohol
1. Apa yang harus anda lakukan jika memperoleh kristal asam benzoat berwarna kelabu dengan titik leleh 110°C. Jelaskan langkah kerjanya
2. Tuliskan persamaan reaksi natrium bisulfit dengan benzaldehida
3. Bagaimanakah spektrum IR yang diharapkan, jika berhasil diperoleh benzilalkohol dan asam benzoat dalam keadaan murni. bila benzaldehida yang tersisa tidak berhasil terpisahkan, bagaimana spektrum IR-nya?

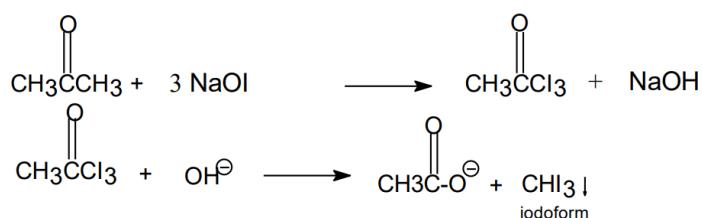
**10.10 Iodoform: Sintesis Haloform Berfasa Padat**

**a. Tujuan**

Membuat iodoform dari aseton melalui reaksi substitusi elektrofilik

**b. Pendahuluan**

Pembuatan iodoform serupa dengan pembuatan kloroform, karena merupakan analog iodinnya. Akan tetapi berbeda dengan pembuatan kloroform, pada pembuatan iodoform pereaksi yang digunakan adalah natrium hipoiodit. Reaksinya terjadi antara senyawa karbonil yang memiliki gugus asetil ( $\text{CH}_3\text{CO}-$ ) dan natrium hipoiodit ( $\text{NaOI}$ ). Iodoform yang diperoleh berupa kristal berwarna kuning, dengan titik leleh 120°C dan mempunyai bau yang khas. Iodoform dapat digunakan sebagai desinfektan dan antiseptik luar. Reaksinya adalah:



**c. Alat dan Bahan**

**Alat:**

- Erlenmeyer 500 mL

**Bahan:**

- NaOH 10%

- Labu dasar bulat 100 mL
- Pendingin Liebig
- Gelas kimia 100 mL
- Termometer 0-250°C
- Corong Buchner
- Corong pisah 250mL
- Aseton
- KI
- Etanol 95%
- NaOCl 5%

#### **d. Prosedur Percobaan**

- Cara I :

Tuangkan larutan 6 g KI dalam 100 mL air ke dalam labu Erlenmeyer, tambahkan 2 mL aseton. Tambahkan sedikit demi sedikit larutan NaOCl 5%, hingga padatan iodoform tidak terbentuk lagi ( $\pm 65$  mL). Diamkan campuran tersebut selama sekitar 10 menit. Saring dengan corong buchner. Cuci kristal iodoform yang terbentuk dua sampai tiga kali dengan air. Biarkan di udara terbuka hingga mengering. Lakukan rekristalisasi dengan etanol (bagaimana cara melakukannya ?). Tentukan titik leleh dan bentuk kristalnya.

- Cara II :

Masukkan larutan 6 g KI dalam 100 mL air ke dalam labu Erlenmeyer 500 mL, tambahkan 2 mL aseton, amati apa yang terjadi. Tambahkan larutan NaOH 10 % sedikit demi sedikit sambil dikocok, amati adanya padatan iodoform yang terbentuk. Tambahkan terus sedikit demi sedikit larutan NaOH 10 % sampai padatan iodoform tidak terbentuk lagi. Catat berapa mL larutan NaOH yang diperlukan.

Diamkan campuran tersebut selama kurang lebih 10 menit dan saring dengan corong Buchner. Cuci kristal iodoform dalam penyaring buchner dua atau tiga kali dengan air. Biarkan kristal iodoform di udara terbuka sampai kristal mengering.

Kumpulkan dan timbang kristal iodoform kering, kemudian lakukan rekristalisasi menggunakan 10 mL etanol 95% sebagai pelarut dalam labu dasar bulat berukuran 100 mL yang dilengkapi pendingin

Liebig tegak lurus. (Apa guna pendingin disini ?). Panaskan sampai mendidih, tambahkan lagi etanol sampai padatan iodoform melarut semua. Catat berapa mL etanol yang diperlukan untuk melarutkan semua iodoform.

Dalam keadaan panas, saring larutan iodoform dengan kertas saring ke dalam gelas kimia berukuran 100 mL, kemudian dinginkan mula-mula di udara terbuka kemudian dalam air es. Saring kristal iodoform yang terbentuk dengan corong Buchner, keringkan di udara terbuka. Tentukan titik leleh iodoform yang diperoleh.

Ulangi proses rekristalisasi seperti di atas, (mengapa ?), tentukan titik leleh kristal iodoform yang diperoleh. Bandingkan harga titik leleh hasil rekristalisasi pertama dan kedua

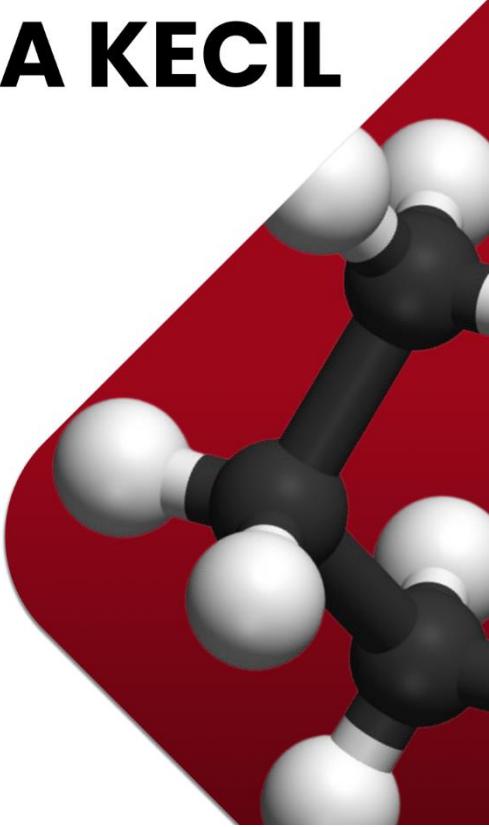
**e. Pertanyaan**

1. Mengapa pereaksi yang digunakan bukan NaOI ? Darimana NaOI diperoleh ?
2. Hitung massa NaOI yang diperlukan secara teoritis
3. Tulis persamaan reaksi dan mekanisme reaksi yang terjadi pada kedua percobaan di atas ?
4. Apa fungsi etanol dalam prosedur di atas ?

# **BAB 11**

## **PRAKTIKUM KIMIA**

## **ORGANIK SKALA KECIL**



## 11. 1 Latar Belakang Praktikum Kimia Skala Kecil

Sudah menjadi suatu keniscayaan bahwa setiap percobaan kimia pasti menghasilkan limbah. Meskipun jumlah limbah yang dihasilkan tidak sebanyak di industri kimia, namun percobaan kimia khususnya dalam skala pembelajaran, yang dilakukan secara rutin dan terus menerus pasti akan menghasilkan limbah yang terakumulasi dalam jumlah besar.



**Gambar 11. 1** Set alat kit organik skala kecil.

Saat ini, upaya pendidikan berkelanjutan, atau yang dikenal juga dengan istilah Education for Sustainable Development (ESD) menjadi salah satu alasan peralihan percobaan kimia dari skala makro ke skala kecil. Penggunaan alat-alat praktikum berukuran kecil tentu berdampak pada penggunaan bahan kimia yang relatif sedikit. Akibatnya, limbah kimia yang dihasilkan dari percobaan pun menjadi lebih sedikit. Hal ini tentu memberikan dampak positif terhadap lingkungan. Di sisi lain, penggunaan jumlah bahan yang relatif sedikit juga dapat menekan biaya percobaan yang diperlukan.

Pada praktikum kimia skala makro, jumlah bahan kimia yang digunakan berkisar antara 5–100 gram dimana peralatan gelas dirancang untuk dapat

menampung hingga 500 mL cairan. Sedangkan pada praktikum skala kecil, jumlah bahan kimia yang digunakan hanya berkisar antara sekitar 50 hingga 1000 miligram (0,050–1.000 g), dan peralatan gelas dirancang untuk menampung kurang dari 25 mL cairan. Selain sedikitnya jumlah limbah yang dihasilkan, hal ini juga berdampak pada peningkatan keselamatan di laboratorium, pengurangan risiko kebakaran dan ledakan, dan pengurangan paparan terhadap uap berbahaya. Waktu percobaan yang dibutuhkan pada praktikum skala kecil juga lebih sedikit dibandingkan praktikum skala makro.

## **11.2 Manfaat Penggunaan Alat Praktikum Kimia Skala Kecil**

Praktikum kimia organik menggunakan peralatan berskala mikro dapat memberikan banyak manfaat, seperti laboratorium kimia dapat lebih hemat bahan dan biaya, ramah lingkungan, peningkatan keselamatan kerja, dan efisiensi waktu.

### **a. Pengurangan Penggunaan Bahan Kimia**

Praktikum kimia skala kecil memungkinkan penggunaan bahan kimia dalam jumlah yang jauh lebih kecil dibandingkan dengan metode skala makro. Hal ini secara langsung mengurangi biaya operasional laboratorium, karena bahan kimia yang digunakan jauh lebih sedikit. Dalam konteks pendidikan, hal ini memungkinkan lembaga pendidikan untuk melakukan eksperimen yang lebih bervariasi. Selain itu, dengan jumlah bahan kimia yang lebih kecil, risiko terhadap keselamatan peserta didik dan lingkungan juga berkurang.

### **b. Peningkatan Keamanan di Laboratorium**

Praktikum kimia skala kecil mengurangi risiko paparan terhadap bahan kimia dan reaksi berbahaya. Dengan penggunaan peralatan yang lebih kecil, dapat lebih mudah mengontrol eksperimen dan meminimalkan risiko kecelakaan. Bahan kimia berbahaya dalam jumlah besar, seperti asam nitrat atau karbon monoksida, dapat digantikan atau diubah menjadi bentuk yang lebih aman di skala kecil.

**c. Penghematan Waktu dan Sumber Daya**

Praktikum kimia skala kecil memungkinkan eksperimen dilakukan dalam waktu yang lebih singkat. Reaksi dalam skala kecil biasanya lebih cepat selesai karena rasio permukaan terhadap volume yang lebih besar, yang mempercepat transfer massa. Selain itu, setup laboratorium dengan peralatan skala kecil lebih cepat dan sederhana, serta meminimalkan waktu pembersihan setelah praktikum selesai.

**d. Efektivitas Biaya**

Penggunaan peralatan dan bahan kimia dalam jumlah yang lebih kecil secara langsung menurunkan biaya. Hal ini memungkinkan lembaga pendidikan dengan anggaran terbatas tetap bisa menjalankan praktikum kimia yang berkualitas tinggi. Selain itu, karena penghematan bahan kimia dan waktu, institusi dapat mengalokasikan sumber daya ke aspek lain yang mendukung pengajaran dan penelitian.

**e. Pengurangan Dampak Lingkungan**

Praktikum skala kecil mendukung upaya untuk meminimalkan dampak lingkungan dari kegiatan laboratorium. Dengan mengurangi penggunaan bahan kimia beracun dan menghasilkan limbah dalam jumlah yang jauh lebih sedikit, pendekatan ini membantu menjaga kelestarian lingkungan.

**f. Pengembangan Keterampilan Eksperimental yang Lebih Baik**

Dengan volume kecil dan peralatan yang lebih sederhana, praktikum skala kecil meningkatkan keterampilan presisi praktikan dalam pengukuran dan kontrol eksperimen. Dalam konteks pembelajaran, peserta didik lebih terlibat dalam setiap aspek eksperimen karena mereka harus lebih berhati-hati dengan pengaturan skala kecil.

# **DAFTAR PUSTAKA**

- Bachrul RMN. (1988). Praktikum Kimia, Bandung: Penerbit Carya Remadja.
- Frantz, Harper W. & Malm, Lloyd E. (1970). Laboratory Studies in General Chemistry. San Francisco: W.H. Freeman and Company.
- Iyono Kertawidjaya. (1976). Alat-alat laboratorium IPA Kimia. Bandung: Jurusan Kimia FKJE IKIP Bandung.
- King, G. Brooks & Caldwell, William E. & Williams, Max B. (1979). Laboratory Experiments in College Chemistry. Melbourne: D. Van Nostrand Company, Fouth Edition.
- Momo Rosbiono. (1984). Laboratorium Ilmu Pengetahuan Alam. Bandung: IKIP Bandung (Pusat Sumber Belajar).
- Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., & Engel, R. G. (2018). A Microscale Approach Organic to Organic Laboratory Techniques (sixth edit). Cengage Learning ALL.
- Sudja, W. A. (1978). Penuntun Percobaan Pengantar Kimia Organik. PT. Karya Nusantara cabang Bandung.
- Tarmizi dan Nasrun Naim. (1993). Petunjuk Penyediaan dan Pembuatan Pereaksi Kimia, Padang: Angkasa Raya. Jilid 1.
- Tarmizi. (1993). Petunjuk Penyediaan dan Pembuatan Pereaksi Kimia. Padang: Angkasa Raya. Jilid 2.
- Williamson, K. L., & Masters, K. M. (2011). Macroscale and Microscale Organic Experiments (sixth edit). Charles Hartford.

# GLOSARIUM

APD	: Alat pelindung diri (APD) adalah kelengkapan yang wajib digunakan saat bekerja sesuai bahaya dan risiko kerja untuk menjaga keselamatan pekerja itu sendiri dan orang di sekelilingnya.
Absopsi	: Proses penyerapan
Adsorpsi	: Proses melekatnya molekul atau ion pada permukaan zat padat.
Bejana	: Wadah atau tempat untuk menampung atau menyimpan sesuatu, biasanya dalam bentuk fisik
Centrifuge	: Alat laboratorium yang berfungsi memisahkan senyawa berdasarkan massa jenisnya
Chamber	: Wadah yang digunakan untuk proses kromatografi lapis tipis
Distilasi	: Proses pemisahan campuran berdasarkan perbedaan titik didih dan tekanan uap yang signifikan.
Destruksi	: Perlakuan untuk melarutkan atau mengubah sampel menjadi bentuk materi yang dapat diukur sehingga kandungan unsur-unsur didalamnya dapat dianalisis.
Ekstraksi	: Proses pemisahan suatu bahan dari campurannya, biasanya dengan menggunakan pelarut
Eluen	: Pelarut yang digunakan untuk memisahkan zat selama proses elusi.
Enantiomer	: Molekul kiral yang merupakan bayangan cermin satu sama lain, tetapi tidak dapat ditumpangkan

# GLOSARIUM

ESD	: ESD (Education for Sustainable Development) adalah pendidikan yang mendorong perubahan dalam pengetahuan, keterampilan, nilai-nilai dan sikap untuk memungkinkan masyarakat yang lebih berkelanjutan dan adil bagi semua.
Explosive	: Bahan kimia yang dapat meledak pada suhu dan tekanan standar ( $25^{\circ}\text{C}$ , 760 mmHg)
Filtrat	: Substansi yang telah melewati penyaring dan didapat dari proses filtrasi.
Filtrasi	: Suatu proses pemisahan zat padat dari fluida (gas maupun cair) yang membawanya menggunakan suatu medium berpori atau Bahan berpori lain untuk menghilangkan sebanyak mungkin zat padat halus yang tersuspensi dan koloid.
Iodoform	: Suatu padatan atau serbuk berwarna kuning.
Iritan	: Zat yang dapat menyebabkan peradangan atau iritasi pada permukaan tubuh, seperti kulit, saluran pernapasan, mata, atau selaput lendir
Isolasi	: Proses pengambilan atau pemisahan senyawa bahan alam dengan menggunakan pelarut yang sesuai
Karsinogen	: Zat yang dapat meningkatkan risiko kanker
Kondensor	: Peralatan gelas laboratorium yang digunakan untuk proses repruk (pemanasan dengan pendingin balik) dalam proses distilasi.
Korosif	: Zat yang dapat merusak bahan lain yang bersentuhan dengannya melalui reaksi kimia
Limbah	: Bahan buangan atau sisa yang tidak digunakan lagi dari hasil kegiatan manusia atau fenomena alam

# GLOSARIUM

MSDS	: Dokumen yang berisi informasi penting tentang produk atau barang yang memerlukan penanganan khusus.
Nosepiece	: Bagian mikroskop tempat lensa objektif terpasang.
Okuler	: Lensa yang terletak dekat dengan observer atau mata dari pengamat.
Oksidator	: Spesies kimia yang menghilangkan elektron dari spesies lainnya
Orthorombik	: Salah satu sistem kategori struktural yang padatan kristal dapat ditetapkan.
Parallelogram	: Jajar genjang
Pelarut inert	: Pelarut yang tidak bereaksi dengan apa pun dalam larutan.
Pelarut organik	: Jenis senyawa organik yang mudah menguap
Pendingin Liebig	: Perangkat yang digunakan untuk mengembunkan gas panas kembali ke bentuk cairnya.
Pipa kapiler	: Salah satu jenis alat ekspansi pada siklus refrigerasi kompresi uap.
Radioaktif	: Zat yang mengandung inti tidak stabil dan senantiasa memancarkan radiasi secara spontan.
Refluks	: Teknik distilasi yang melibatkan kondensasi uap dan berbaliknya kondensat ini ke dalam sistem asalnya
Residu	: Segala macam hal tertinggal, tersisa, tertinggal, atau berperan sebagai kontaminan dalam proses kimia tertentu.

# GLOSARIUM

Rhombohedral	: Struktur kristal yang langka, tetapi setidaknya ada dua bahan yang tersusun dengan cara ini.
Sintesis	: Produksi senyawa kimia melalui reaksi dari bahan yang lebih sederhana.
Silika	: Mineral umum yang ditemukan di kerak bumi.
Toxic	: Bahan yang melepaskan zat kimia dalam jumlah yang cukup untuk membunuh sel baik secara langsung maupun tidak langsung melalui penghambatan jalur metabolisme utama.
Vaporisasi	: Proses di mana wujud cair berubah menjadi wujud uap

# INDEKS

APD 2  
absopsi 15,  
adsorpsi 114, 118.  
bejana 6  
centrifuge 43, 45  
chamber 116, 117, 127  
distilasi 9, 74, 105, 106, 109, 110, 111, 112, 113, 114, 122, 139, 144, 145, 146, 147  
destruksi 13  
ekstraksi 15, 17, 120, 121, 122, 124, 125, 129, 134, 136, 143, 147, 158  
eluen 114, 116, 117, 118, 119, 120, 127, 141  
enantiomer 83  
ESD 163  
explosive 8  
filtrat 45, 61, 102, 103, 104, 120, 125, 126, 127, 139, 147, 153, 156  
filtrasi 17, 120, 121  
iodoform 68, 159, 160, 161  
iritan 10  
isolasi 24, 25, 120, 121, 124, 125, 126, 127, 128, 129, 131, 133, 134, 135  
karsinogen 17  
kondensor 25, 106, 113, 120, 146  
korosif 5, 7, 8, 9, 10, 11, 14, 15  
limbah 2, 163, 164, 165  
msds 58  
nosepiece 93  
okuler 93, 94, 95  
oksidator 8, 9  
orthorombik 90, 91  
parallelogram 91  
pelarut inert 62, 63  
pelarut organik 2, 5, 7, 12, 16, 122, 124

# INDEKS

pendingin liebig 13, 37, 155, 156, 158, 160, 161  
pipa kapiler 26, 31, 82, 84, 87, 103, 116, 117  
radioaktif 8  
refluks 16, 17, 18, 74, 120, 127, 130, 142, 143, 146, 152  
residu 125, 126, 135, 146  
rhombohedral 91  
sintesis 25, 125, 127, 129, 138, 139, 142, 143, 144, 147, 148, 151, 159  
silika 13, 25, 114, 118, 119, 121  
toxic 5, 8  
vaporisasi 112, 125, 132, 135