

PENUNTUN PRAKTIKUM

K

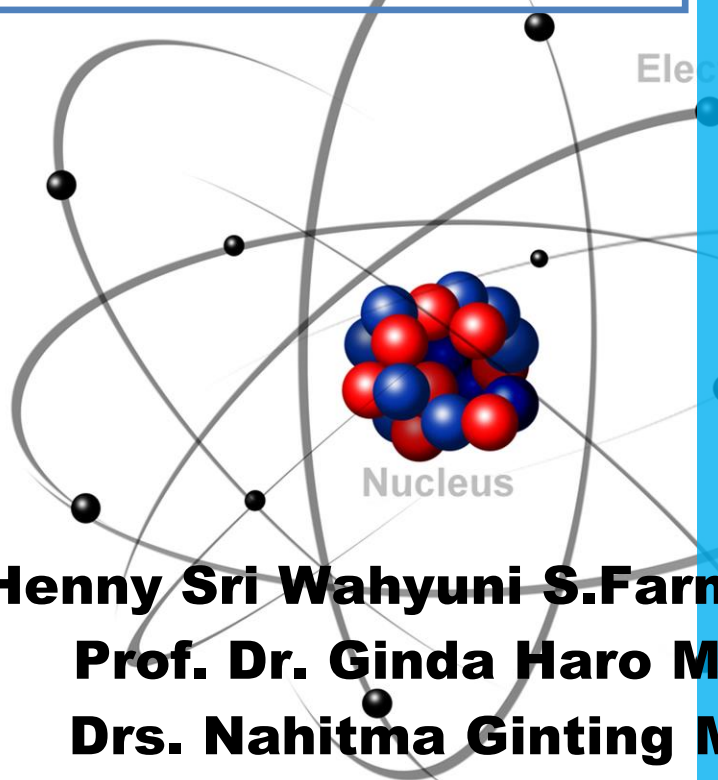
I

M

I

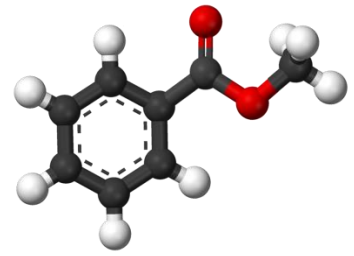
A

ORGANIK



Henny Sri Wahyuni S.Farm.,M.Si., Apt.
Prof. Dr. Ginda Haro M.Sc., Apt.
Drs. Nahitma Ginting M.Si., Apt.
Dra. Masria Lasma, M.Si., Apt.

LABORATORIUM KIMIA ORGANIK
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS SUMATERA UTARA
2020



Penuntun Praktikum

Kimia Organik

**LABORAN:
NURLAILI, S.Si**

**ASISTEN:
EKO KESATRIA SURBAKTI
EVI JULIANI DAMANIK
IAS ZILENA SILALAH
KEZIA ARYANI BUKIT
GRATIA APULINA CINDYLAWSA PURBA
MIKHA SEMANO GINTING MANIK
PUTRI AMELIA HASIBUAN
RIRIN EDWATRI MAULIA
RODHINA PUTRI MADIHA
TANIYA ELIZABETH
VELLINDA**



**Laboratorium Kimia Organik
Fakultas Farmasi
Universitas Sumatera Utara
Medan**

KATA PENGANTAR

Pertama – tama kami mengucapkan puji syukur kepada Tuhan yang Maha Esa atas selesainya penuntun praktikum Kimia Organik ini.

Buku penuntun ini merupakan petunjuk bagi mahasiswa untuk melakukan praktikum. Pada penuntun praktikum kimia organik ini berisi prosedur percobaan dan beberapa pertanyaan untuk refreshing kuliah Kimia Organik yang sudah berjalan.

Kami mengucapkan terimakasih kepada sejawat dan asisten mahasiswa yang telah memberikan masukan-masukan untuk penyusunan penuntun ini. Harapan kami semoga penuntun ini dapat bermanfaat bagi yang memakainya dan akhirnya kritik/saran yang membangun, kami terima dengan senang hati.

Medan, Februari 2020
Plt Kepala Laboratorium Kimia Organik

Henny Sri Wahyuni, S.Farm, M.Si., Apt.
NIP 198509222018032001

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	ii
JADWAL PRAKTIKUM	iii
PERATURAN UMUM: TUGAS DAN KEWAJIBAN PRAKTIKAN	iiii
BEBERAPA PERALATAN LABORATORIUM	viii
CARA EKSTRAKSI MENGGUNAKAN CORONG PISAH	xi
RANGKAIAN ALAT REFLUKS DAN DESTILASI BIASA	xii
PERCOBAAN 1 PEMISAHAN ZAT CAIR: DESTILASI	1
PERCOBAAN 2 PEMISAHAN & PEMURNIAN ZAT PADAT: REKRISTALISASI ...	11
PERCOBAAN 3 OKSIDASI PADA SENYAWA ORGANIK	23
PERCOBAAN 4 ESTERIFIKASI ASAM BENZOAT	28
PERCOBAAN 5 SULFONASI TOLUENA (SUBSTITUSI ELEKTROFILIK)	33
PERCOBAAN 6 PERBANDINGAN KECEPATAN HIDROLISIS AMILUM ANTARA AKUADES, SALIVA, DENGAN HCL 0,1 N SECARA PEMANASAN MAUPUN TANPA PEMANASAN	37
PERCOBAAN 7 REAKSI CANIZARO DARI BENZALDEHIDA	41
DAFTAR PUSTAKA	45
UJI KUALITATIF ALKOHOL, ALDEHID DAN KETON	46

JADWAL PRAKTIKUM LABORATORIUM KIMIA ORGANIK

KAMIS – JUMAT/ 30 – 31 JANUARI 2020	PENDAFTARAN LABORATORIUM REGULER/ INTERNASIONAL
SENIN/ 3 FEBRUARI 2020	PENGARAHAN LABORATORIUM (BAGI YANG TERLAMBAT TIDAK DIPERKENANKAN MASUK)
MINGGU I (SELASA - RABU/ 4 – 5 FEBRUARI 2020)	RESPONSI PERCOBAAN I – VII (BAGI YANG TERLAMBAT TIDAK DIPERKENANKAN MASUK)
KAMIS – JUMAT/ 6 – 7 FEBRUARI 2020	BON ALAT (PERWAKILAN 2 ORANG/ KELOMPOK & SANITASI LABORATORIUM)
MINGGU II – VII (SENIN – KAMIS; 13.15 WIB)	PERCOBAAN I – VII (BERDIRI DI DEPAN LAB BERDASARKAN KELOMPOK + PERSIAPKAN ALAT + JURNAL/ PENUNTUN + FLOWSHEET & TUGAS)
MINGGU VIII	ACC + MINTA NILAI SEDIAAN + NILAI TUGAS + PENUNTUN + JURNAL
MINGGU IX	PENYERAHAN NILAI + JURNAL DALAM AMPLOP COKLAT + BON ALAT MEJA & PENYERAHAN ALAT-ALAT PECAH/ RUSAK KEPADA LABORAN
MINGGU X (PALING LAMBAT)	PENGEMBALIAN ALAT-ALAT BARU
MINGGU XI	UJIAN TERTULIS (KOMTING KELAS CARI TEMPAT – KONFIRMASI WAKTU DAN RUANGAN PALING LAMBAT 1 HARI SEBELUM UJIAN DAN ALAT TELAH LUNAS)

BAGI YANG TIDAK HADIR SAAT PRAKTIKUM
DIHARAPKAN UNTUK MEMBERI INFORMASI SERTA MEMBUAT SURAT IZIN
DOKTER JIKA SAKIT
DAN HANYA ADA 1X KESEMPATAN UNTUK ANDA MENGGANTINYA
LEBIH DARI ITU AKAN MENGURANGI NILAI ANDA.
MAKA DARI ITU, **JAGA KESEHATAN ANDA!**
(PAKAI MASKER, SARUNG TANGAN YANG LAYAK, SERTA KENALI BAHAYA BAHAN
KIMIA YANG AKAN ANDA HADAPI)

PERATURAN UMUM TUGAS DAN KEWAJIBAN PRAKTIKAN

Selamat datang di Laboratorium Kimia Organik

Sebelum Anda memulai bekerja di Laboratorium Kimia Organik, sudah menjadi keharusan bagi Anda untuk mengenal dan memahami lebih dahulu segala sesuatu yang berhubungan dengan laboratorium ini. Terutama yang erat kaitannya dengan praktikum atau percobaan. Hal pertama yang harus ditekankan adalah bahwa lingkungan laboratorium kimia organik hampir semua zat bersifat racun dan mudah terbakar. Banyak reaksi yang prosesnya sangat cepat (eksplosif); tetapi banyak pula yang reaksinya sangat lambat sehingga memerlukan kondisi tertentu, misalnya pemanasan atau pengadukan.

Selamat Bekerja

1. HAL-HAL PENTING UNTUK DIINGAT

- Tidak ada praktikum susulan jika anda melakukan kesalahan yang mengharuskan anda dikenakan sanksi.
- Jika berhalangan hadir harus melapor kepada asisten laboratorium. Jika tidak ada pemberitahuan anda di anggap bermasalah dan tidak diperkenankan mengikuti praktikum susulan.
- Di laboratorium **DILARANG UNTUK MAKAN, MINUM, MEROKOK, MEMAKAI CINCIN, MENERIMA TAMU SERTA MENGOBROL.**
- Laboratorium hanya untuk mengerjakan percobaan sesuai dengan prosedur yang diterangkan oleh Pemimpin Praktikum (dosen praktikum atau asisten praktikum yang sudah diberikan mandat oleh dosen yang bersangkutan).
- **SECEPATNYA MENYELESAIKAN PENGGANTIAN ALAT, BILA TERLAMBAT NILAI PRAKTIKUM ANDA TIDAK AKAN DIKELUARKAN DI PORTAL AKADEMIK .**

2. KESELAMATAN KERJA DI LABORATORIUM

Keselamatan Kerja Pribadi

- Pakailah pakaian kerja yang sesuai dengan pekerjaan di laboratorium. Gunakan selalu **JAS LABORATORIUM LENGAN PANJANG.**
- Gunakan **SEPATU TERTUTUP** yang layak untuk keamanan bekerja di laboratorium. Sepatu terbuka, sandal atau sepatu hak tinggi **TIDAK BOLEH** digunakan di laboratorium.
- Jika memungkinkan anda untuk membeli gunakan kaca mata pelindung dan sarung tangan ketika bekerja dengan zat-zat yang berbahaya dan iritan.
- **JANGAN PERNAH MENGGUNAKAN KONTAK LENZA** ketika bekerja di laboratorium kimia organik.
- Rambut yang panjang harus sealalu diikat dan dimasukkan ke dalam jas lab untuk menghindari kontak dengan zat-zat berbahaya, mesin yang bergerak dan nyala api.
- Selalu cuci tangan dan lengan Anda sebelum meninggalkan laboratorium.

Melakukan Percobaan

- **JANGAN PERNAH** melakukan pekerjaan, penyiapan sampel atau percobaan **TANPA ADANYA PENGAWASAN** supervisor laboratorium (dosen pemimpin praktikum asisten ataupun laboran).

- Selalu persiapkan prosedur keselamatan kerja **SEBELUM** bekerja di laboratorium. Anda harus mengenali lebih dahulu sifat- sifat zat kimia yang digunakan .
- Cek semua peralatan sebelum digunakan. Apabila terdapat kerusakan, segera laporkan kepada petugas laboratorium untuk segera diganti/diperbaiki.
- **DISKUSIKAN** selalu setiap perkembangan dalam percobaan kepada asisten atau dosen pemimpin praktikum.
- **JANGAN** meninggalkan suatu percobaan tanpa pengawasan, terutama percobaan yang menggunakan bahan-bahan yang mudah meledak atau mudah terbakar.
- Kenakan tanda pengenal di jas laboratorium Anda agar mudah untuk dikenali dan dihubungi.
- Lakukan selalu pengecekan terhadap hal-hal yang menunjang keselamatan kerja setiap kali selesai percobaan. **PASTIKAN** semua kran gas, kran air, saluran listrik, telah dimatikan.

Penanganan Khusus Zat-zat Beracun dan Berbahaya

- Anda harus mengetahui sifat fisik dan kimia zat-zat yang akan digunakan dalam setiap percobaan!
- Beri label reagen dan sampel yang Anda gunakan. Jangan menggunakan pipet tetes yang sama untuk zat yang berbeda. Jika ditemukan terjadi, akan dikenakan sanksi membeli pereaksi yang baru.
- Simpan zat-zat kimia di lokasi yang sesuai.
- **JANGAN MEMBUANG** zat-zat kimia ke wasbak!
- Pindahkan zat-zat kimia sisa, residu atau zat tak terpakai ke botol-botol atau jerigen yang khusus untuk zat-zat sisa, **DISEDIAKAN OLEH PRAKTIKAN.**
- **JANGAN PERNAH** memipet sesuatu dengan mulut!.
- Segera bersihkan setiap tumpahan zat kimia maupun air dengan lap kering/ tisu. Laporkan setiap kejadian kepada pemimpin praktikum atau asisten bila Anda ragu cara menaggulangnya!

Bahan Kimia

- Bahan-bahan kimia di laboratorium kimia organik harus dianggap beracun dan berbahaya. **JANGAN MAKAN DAN MINUM DI LABORATORIUM!** Cucilah tangan Anda setiap akan meninggalkan laboratorium!
- Jika Anda menyimpan zat-zat yang mudah meng uap di meja Anda, tutuplah rapat selalu wadah yang digunakan untuk menyimpan zat tersebut!
- Jika Anda menumpahkan zat kimia di meja Anda, segera bersihkan dengan lap kering atau tissue. Buanglah tissue atau lap kotor di tempat sampah yang disediakan. **JANGAN BUANG SAMPAH DI DALAM WASBAK!! JIKA DITEMUKAN ANDA MEMBUANG SAMPAH DI WASBAK AKAN MENJADI PETUGAS KEBERSIHAN LAB HINGGA PRAKTIKUM BERAKHIR.**
- Jika Anda terkena zat kimia, segeralah cuci dengan sabun dan bilaslah dengan air yang banyak. **KECUALI APABILA ANDA TERKENA TUMPAHAN/CIPRATAN BROM, FENOL ATAU ASAM SULFAT PEKAT (H₂SO₄ PEKAT), HINDARI MEMBILAS DENGAN AIR!!!**
- Jika terkena asam sulfat pekat, laplah bagian tubuh Anda yang terkena asam sulfat pekat dengan tissue kering atau lap kering. Kemudian setelah beberapa saat, cucilah bagian tubuh Anda dengan air sabun dan air yang banyak.
- Zat-zat kimia berikut sangat iritan, kecuali jika dalam konsentrasi encer: asam sulfat, asam nitrat, asam hidroklorida (HCl), asam asetat, larutan kalium hidroksida dan natrium hidroksida. Berhati-hatilah!

Kecelakaan

- Jika Anda terluka atau mengalami kecelakaan di laboratorium, beritahu segera dosen pemimpin praktikum atau asisten yang bertugas.

3. TATA ALIRAN KERJA DAN PENGATURAN LABORATORIUM

- Semua praktikan pada hari pelaksanaan praktikum, menunggu waktu masuk ke dalam laboratorium di depan laboratorium.
- Waktu masuk laboratorium adalah tepat pada pukul 13.15 WIB.
- Diwajibkan mengikuti responsi sebelum memasuki ruangan praktikum dan seluruh praktikan harus mengetahui sifat bahan yang akan digunakan, penanganan untuk keselamatan kerja terhadap bahan percobaan efek samping kesehatan oleh bahan kimia yang digunakan, serta teori umum tentang percobaan (sekitar 15 menit). Jika tidak memenuhi syarat, tidak diperkenankan mengikuti praktikum.
- Mengajukan bon peminjaman peralatan yang diperlukan, kepada petugas di lab. Selesai praktikum harus dikembalikan.
- Membuat daftar bon bahan kimia yang digunakan, form pengambilan bahan disediakan oleh Asisten.
- Melaporkan dan menyerahkan hasil percobaan, yang ditempatkan dalam Vial atau Pot Plastik (lihat contoh) yang bersih dan diberi label yang berisi Group (Hari)/ Partner, nama zat, beratnya dan data fisik. Ini dilaporkan sambil membawa lembaran hasil pengamatan yang akan dibagikan oleh asisten.
- Pengembalian semua alat yang dipinjam pada hari tersebut harus dalam keadaan bersih dan kering; asisten/petugas lab akan memeriksa keutuhan, kebersihan dan jumlah alat-alat tersebut. Pengembalian Alat yang rusak paling lama 1 minggu.
- Bersihkanlah meja dan lantai tempat anda bekerja sebelum Anda pulang. Jika ditemukan sampah tertinggal di Laboratorium atau washbak dikenakan sanksi menjadi petugas kebersihan Laboratorium hingga akhir praktikum.
- Sekali lagi, selesai praktikum Anda harus sudah mengecek:
 - Apakah alat-alat yang dipinjam pada hari itu sudah dikembalikan ke gudang?
 - Apakah tempat/meja kerja Anda (dan lantai) sudah bersih kembali?
 - Apakah kran gas, air dan listrik di meja Anda sudah dimatikan?
- Kalau sudah beres, dipersilakan meninggalkan lab.

4. PERLENGKAPAN PRAKTIKAN

Perlengkapan di bawah ini harus disediakan dan dibawa setiap kali melakukan praktikum. **Jangan sampai lupa!**

- Buku tugas untuk setiap kelompok isi 30 lembar, Flowsheet berupa urutan kerja dan ditulis dengan awalan –di , buku penuntun praktikum dan jurnal praktikum lengkap hard copy literatur yang anda gunakan dalam penulisan jurnal.
- Menjawab pertanyaan yang terdapat dalam buku penuntun praktikum.
- Memakai jas lab, warna putih lengan panjang.
- Berpakaian rapi dan sopan, bersepatu (tidak boleh pakai sandal), dan jika memungkinkan memakai kaca mata pelindung .
- Perlengkapan lainnya yang akan banyak membantu kelancaran kerja Anda, antara lain: alat tulis, korek api, lap kain, tissue, sabun/detergen, pisau lipat, gunting kecil.

5. LAPORAN PRAKTIKUM

- Ditulis dengan rapi dan terbaca pada kertas folio.
- Titik berat penilaian laporan adalah pada bagian pembahasan diskusi Anda.

- Yang dibahas pada diskusi adalah pembahasan mengenai hasil percobaan sendiri, misalnya mengenai hasil data percobaan yang dilakukan dibandingkan dengan hasil data pada literatur. Bila mengalami kegagalan, dibahas faktor-faktor apa yang menyebabkan kegagalan tersebut.
- **Laporan diserahkan satu minggu setelah percobaan dilakukan.** Keterlambatan menyerahkan laporan akan mempengaruhi nilai laporan dan nilai keseluruhan praktikum Anda, jadi **jangan terlambat!**
- Bersamaan dengan penyerahan laporan praktikum atau jurnal, pada saat itu juga nilai hasil percobaan minta kepada asisten yang bersangkutan. dan segera ditulis di buku nilai sediaan.

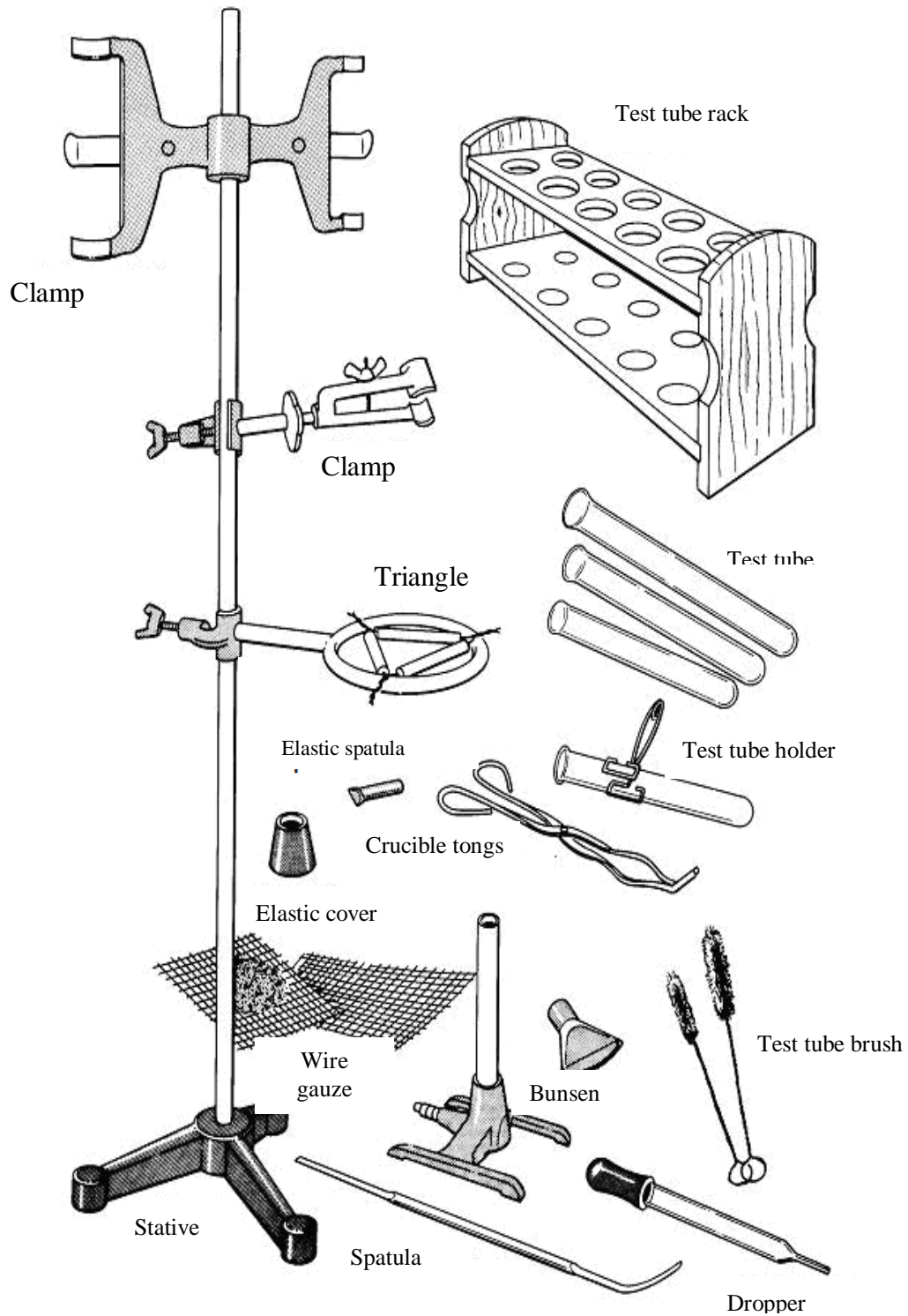
6. SISTEM PENILAIAN

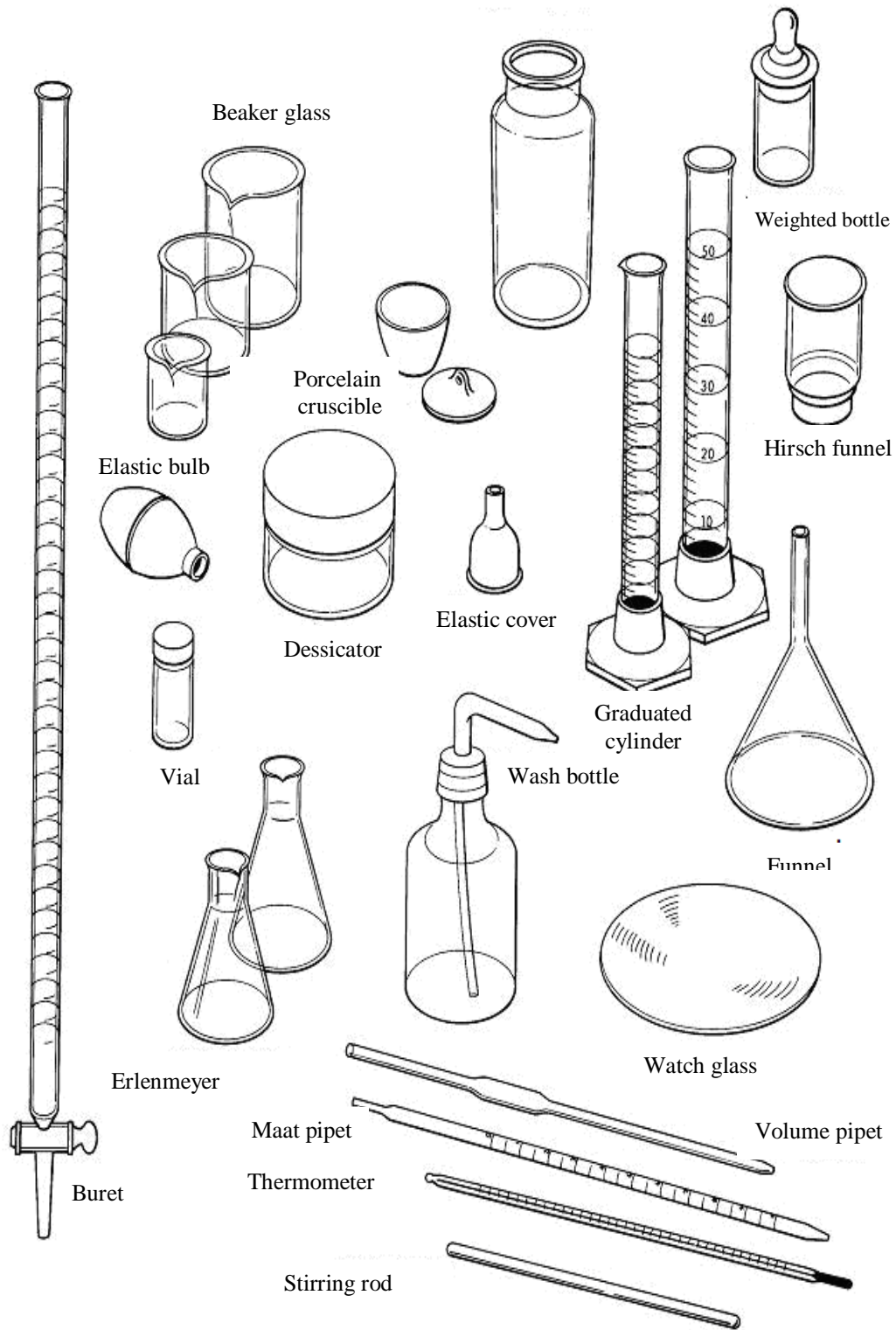
Bobot penilaian meliputi: persentase dari nilai rata-rata: persiapan 10%, sikap 10%, Sediaan / produk kerja 20%, Jurnal 30%, tes 30%.

7. HAL-HAL PENTING LAINNYA

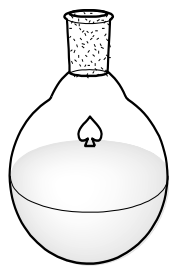
- Sebelum praktikum dimulai, **1 Minggu Sebelumnya (Sesuai Jadwal) Diharuskan Sudah Mulai Mengambil Inventaris Lemari.** Anda harus mengecek jumlah dan keutuhan alat-alat yang tersedia, karena kalau sudah Anda tanda tangan pada daftar inventaris dan diketahui oleh petugas maka selanjutnya sudah menjadi tanggung jawab Anda sendiri.
- **KUNCI LEMARI TIDAK BOLEH DIBAWA PULANG.** Setiap kali Anda praktikum/pulang Anda bisa minta/mengembalikan kunci kepada petugas laboratorium.
- Pada setiap pelaksanaan praktikum, setiap kelompok membuat 1 lembar kerja hasil praktikum dan pada akhir praktikum harus diserahkan kepada asisten sebagai dasar penilaian laporan praktikum Anda.
- Pada akhir program praktikum maka inventaris di dalam lemari harus dikembalikan. Pengecekan akan dilakukan terhadap: jumlah dan jenis alat (dicocokkan dengan daftar inventaris), mencatat kekurangan, kerusakan dan pemecahan alat yang diganti. Pada prinsipnya, penggantian alat dilakukan dengan mengganti jenis dan kualitas alat yang sama.
- Mohon diingat, penggantian alat yang rusak harus segera dilakukan begitu praktikum yang bersangkutan selesai. Jangan menunggu sampai akhir keseluruhan program praktikum berakhir! Keterlambatan penyelesaian masalah penggantian alat yang pecah atau rusak akan mempengaruhi nilai akhir praktikum, sebab jika sampai batas penyerahan nilai belum selesai, nilai anda tidak akan dikeluarkan di portal akademik.

LABORATORY EQUIPMENTS

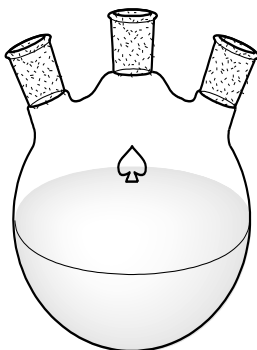




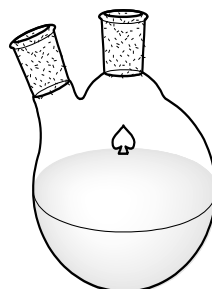
Beberapa Peralatan Laboratorium Kimia Organik



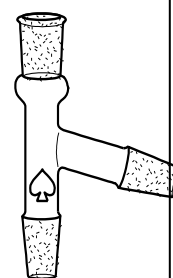
Labu bundar



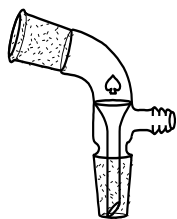
Labu leher tiga



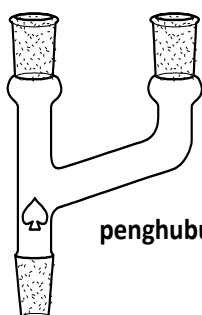
Labu leher dua



penghubung labu ke kondensor



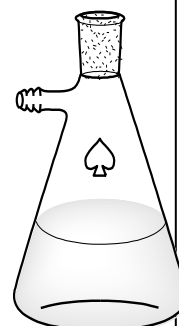
Adaptor yang bisa dihubungkan ke vakum



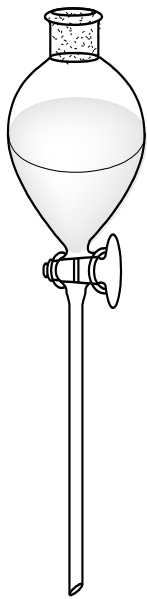
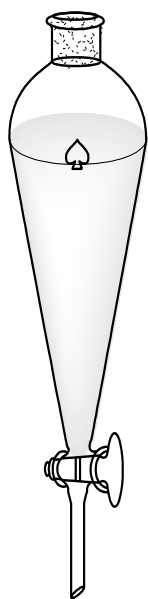
penghubung Claisen



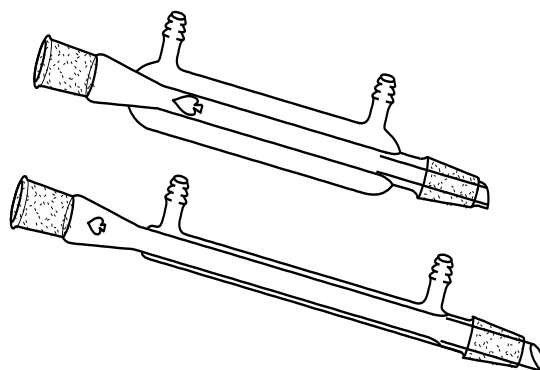
Penghubung umum



Labu isap



Corong Pisah



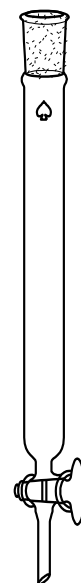
Kondensor



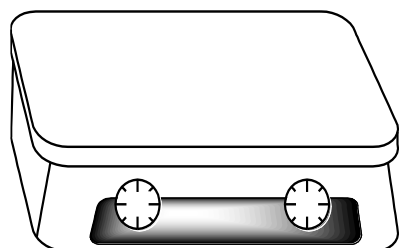
Corong Buchner (terbuat dari keramik porselain) atau Corong Hirsch (terbuat dari kaca)



Labu takar/Labu volumetrik

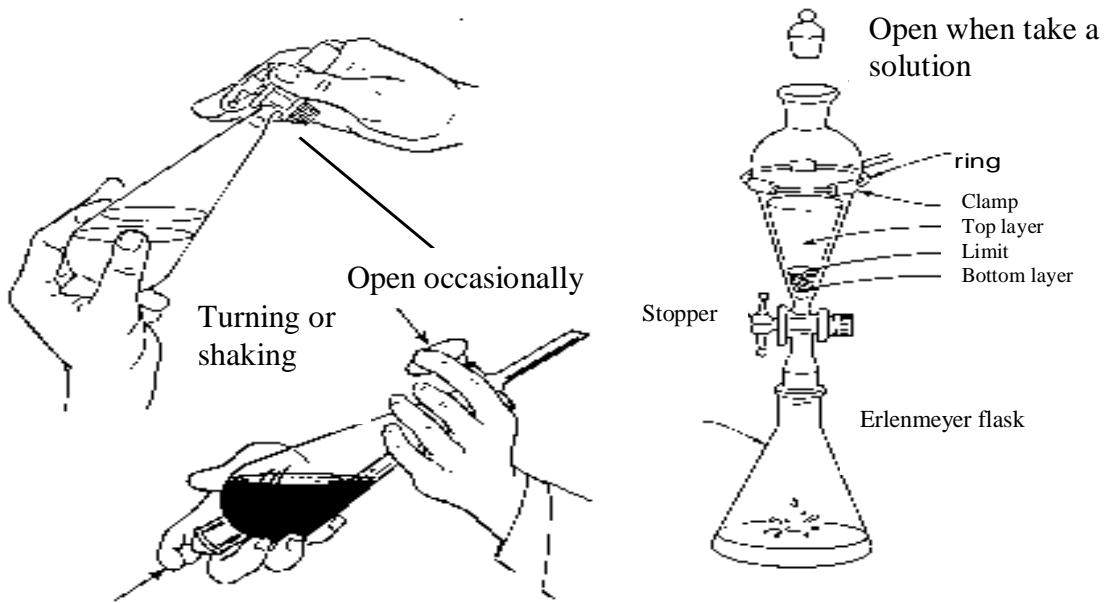


kolom untuk kromatografi



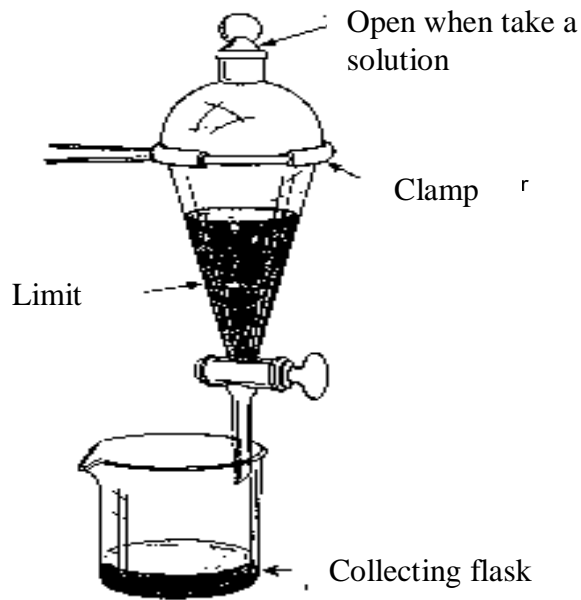
Pemanas listrik dengan pengaduk bermagnet (*magnetic stirrer hotplate*)

How To Use Separating Funnel To Extraction



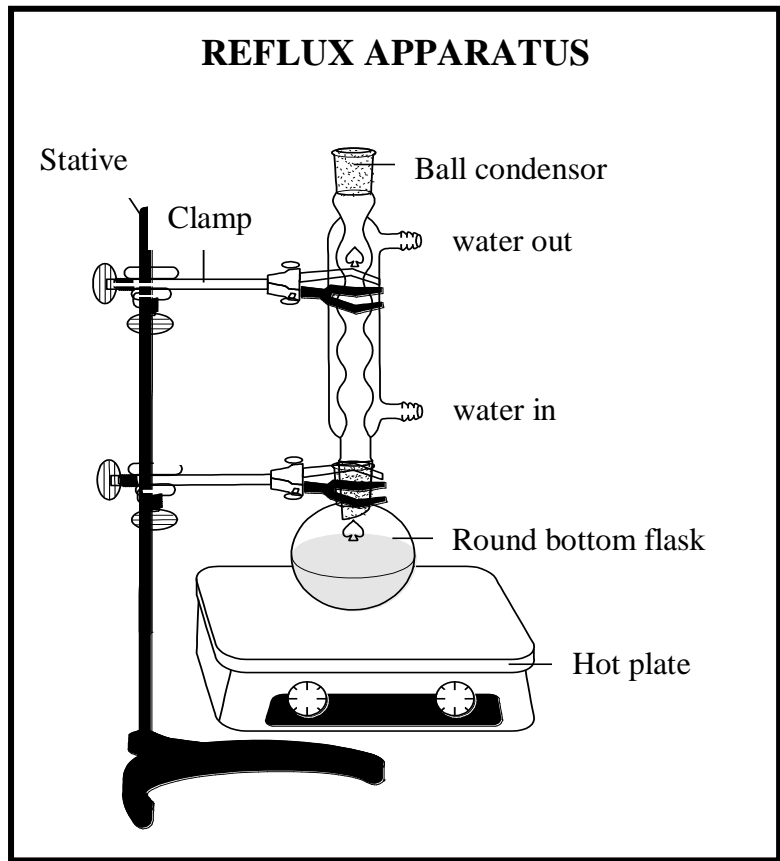
ng pisah

How to use separating funnel

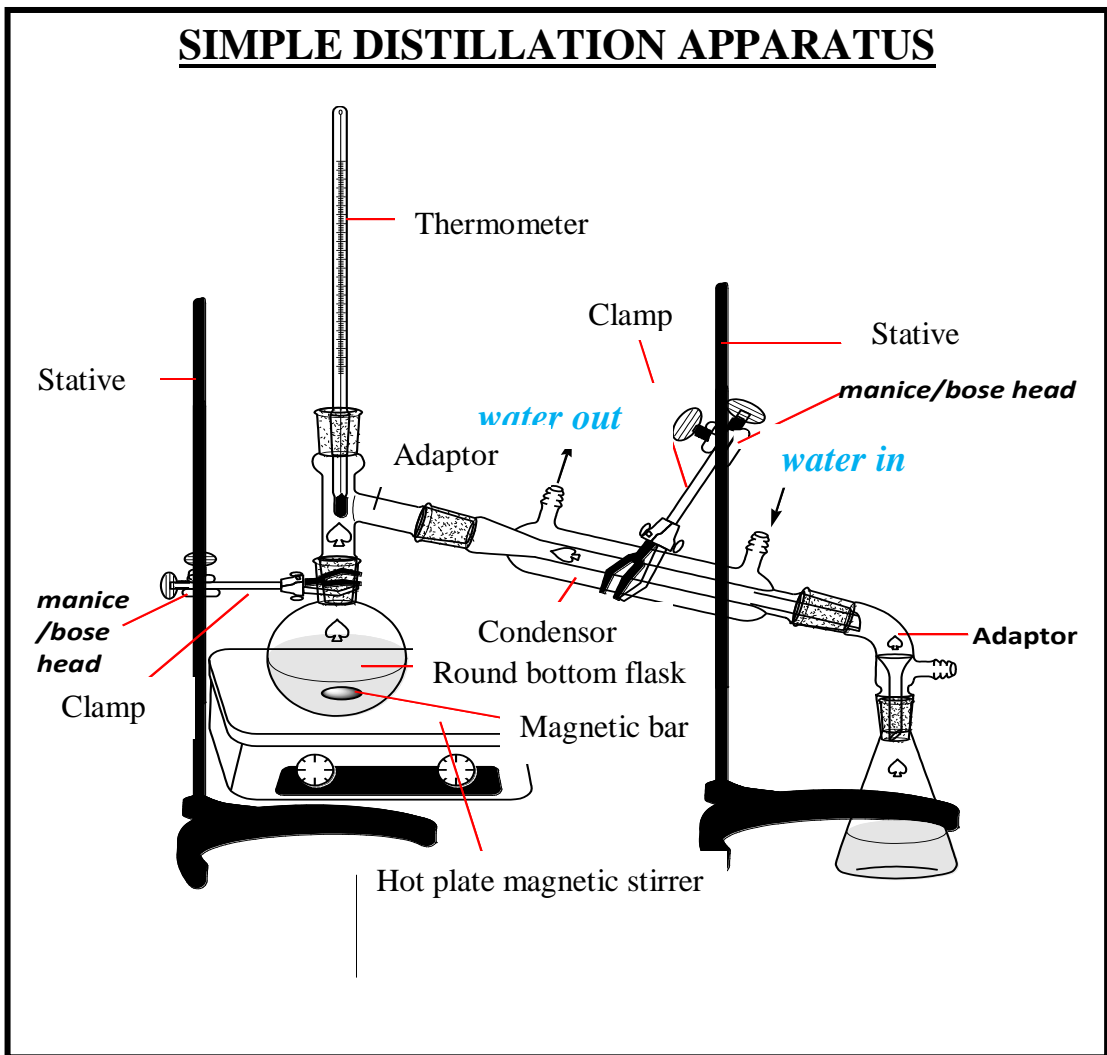


k

REFLUX APPARATUS



SIMPLE DISTILLATION APPARATUS



PERCOBAAN I

PEMISAHAN ZAT CAIR: DESTILASI

DISTILLATION : SEPERATION OF MIXTURE

Objective : To purify a compound by separating it from a non volatile or less volatile material, to separate the mixture of two miscible liquid with different boiling point.

A. DESTILASI

Destilasi merupakan metode yang sangat baik untuk memurnikan zat cair. Suatu zat cair mengandung atom-atom atau molekul yang tersusun berdekatan namun masih dapat bergerak bebas dengan energi yang berlainan. Ketika suatu molekul zat cair mendekati perbatasan fasa uap-cair, maka molekul tersebut, jika memiliki energi yang cukup, dapat berubah dari fasa cair menjadi fasa gas. Hanya molekul-molekul yang memiliki energi yang cukup yang dapat mengatasi gaya yang mengikat antarmolekul dalam fasa cair sehingga dapat melepaskan diri ke dalam fasa gas.

Beberapa molekul yang berada dalam fasa uap di atas zat cair, ketika mendekati permukaan zat cair tersebut, dapat memasuki fasa cair kembali sehingga menjadi bagian dari fasa yang terkondensasi. Pada saat proses ini terjadi, molekul-molekul tersebut memperkecil energi kinetiknya, sehingga gerakannya lebih lambat. Pemanasan terhadap zat cair menyebabkan banyak molekul memasuki fasa uap; proses pendinginan uap merupakan kebalikan dari proses ini.

Ketika sistem berada dalam kesetimbangan, karena banyak molekul zat cair yang memasuki fasa uap dan kemudian kembali lagi dari fasa uap menjadi cair, maka dapat terukur tekanan uapnya. Jika sistem tetap bertahan dalam kesetimbangan, bahkan ketika energinya dinaikkan, banyak molekul dalam fasa cair akan memiliki energi yang mencukupi untuk berubah menjadi fasa uap. Walaupun banyak molekul yang juga kembali dari fasa uap ke dalam fasa cair, namun jumlah molekul dalam fasa uap bertambah dan tekanan uap akan naik. Jumlah molekul dalam fasa uap sangat bergantung pada suhu, tekanan dan kekuatan gaya tarik antarmolekul di dalam fasa cair dan volume sistem.

Jika dua komponen berbeda (**A** dan **B**) terdapat dalam fasa cair, uap di atas permukaan fasa cair akan mengandung beberapa molekul setiap komponen. Jumlah molekul **A** dalam fasa uap akan ditentukan oleh tekanan uap **A** dan fraksi mol **A** dalam campuran. Dengan kata lain, jumlah relatif komponen **A** dan **B** dalam fasa uap akan berhubungan erat dengan tekanan uap tiap zat cair murni. Hubungan ini secara matematis diungkapkan menurut hukum Raoult:

$$P_{\text{total}} = P_{\text{A}} + P_{\text{B}}, \text{ dimana } P_{\text{A}} = P^{\circ}_{\text{A}} X_{\text{A}} \text{ dan } P_{\text{B}} = P^{\circ}_{\text{B}} X_{\text{B}}$$

P_{A} = tekanan parsial A

P_{B} = tekanan parsial B

P°_{A} = tekanan uap murni A

P°_{B} = tekanan uap murni B

X_{A} = fraksi mol A dalam fasa cair

X_{B} = fraksi mol B dalam fasa cair

Tekanan uap total di atas permukaan campuran zat cair adalah penjumlahan kedua tekanan parsial antara komponen A dan B. Ketika suhu naik, tekanan uap masing-masing komponen bertambah, sehingga secara proporsional meningkatkan tekanan uap total di atas permukaan campuran cair. Pada beberapa suhu, jumlah tekanan parsial sama dengan 760 torr (1 atm) dan pada saat ini larutan mulai mendidih. Secara umum, **Titik Didih** didefinisikan sebagai suhu ketika jumlah tekanan parsial di atas fasa cair sama dengan tekanan luar yang dikenakan pada sistem. Penurunan tekanan luar menyebabkan larutan akan mendidih pada suhu lebih rendah – kenaikan tekanan luar menyebabkan larutan akan mendidih pada suhu lebih tinggi. Hukum Raoult juga memberikan informasi tentang komposisi fasa uap di atas permukaan zat cair:

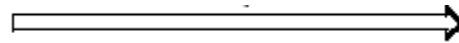
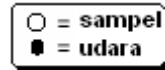
$$X'_A = \text{fraksi mol A dalam fasa uap} = P_A/P_{\text{total}}$$

$$X'_B = \text{fraksi mol B dalam fasa uap} = P_B/P_{\text{total}}$$

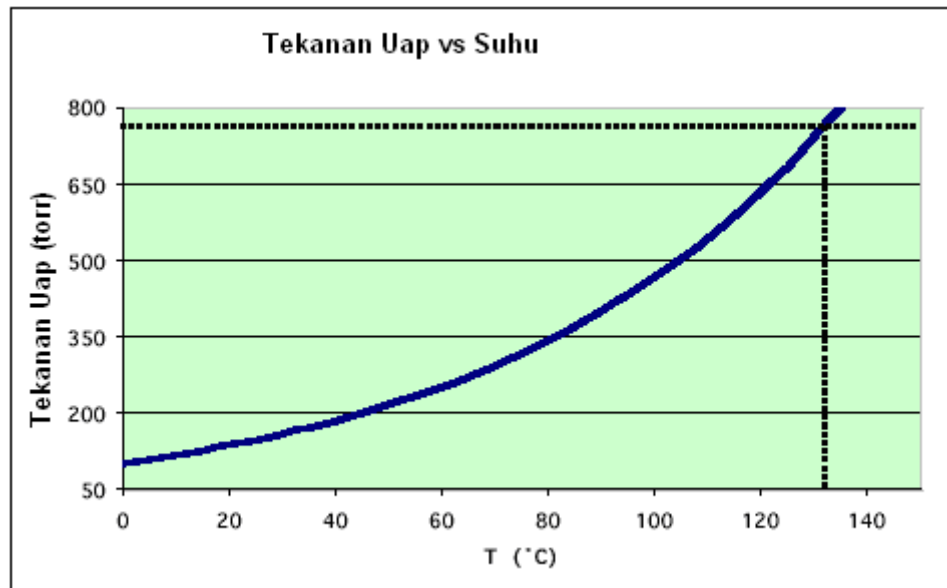
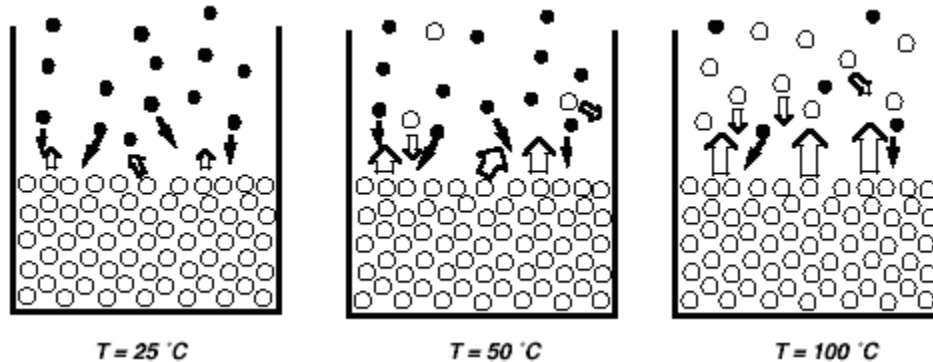
Ilustrasi teori dasar distilasi berdasarkan hukum Raoult dan hukum Dalton tentang tekanan parsial adalah sebagai berikut:

A. Sampel Zat Cair Murni

E Kinetik zat cair bertambah



Banyak molekul mencapai “kecepatan melepaskan diri”



Gambar 1. Ilustrasi proses distilasi sampel murni

Hukum Dalton tentang tekanan parsial: tekanan total (di atas permukaan fasa cair):

$P_T = P_{air} + P_{sampel}$ dan P_{sampel} menjadi lebih jelas pada T tinggi.

Teori Distilasi (keterangan gambar):

- Ketika T naik, jumlah molekul yang melepaskan diri dari fasa cair menuju fasa gas akan bertambah. Tekanan uap akan bertambah dengan penambahan jumlah sampel pada fasa uap.
- Pengaruh total adalah bahwa jumlah pertambahan molekul udara akan digantikan sampai semua molekul udara digantikan oleh fasa uap sampel. Pada saat ini P_T secara khusus merujuk pada P_{sampel} .
- Fasa cair mulai mendidih (terbentuk gelembung) ketika $P_T = P_{sampel}$.
- Pada posisi ini, molekul akan masuk ke fasa gas dari fasa cair sampel dan akan menggantikan molekul-molekul yang sudah ada dalam fasa tersebut. Tekanan parsial molekul sampel tidak akan bertambah lagi.
- Penguapan bertambah dengan cepat dan pendidihan dimulai (= b.p.= titik didih)

B. Campuran Dua-Komponen

Hukum Dalton:

$$P_T = P_{\circ} + P_{\bullet}$$

Kita harus mempertimbangkan berapa banyak tiap komponen terdapat dalam campuran.

Fraksi mol (X) merupakan fraksi suatu komponen tertentu yang terdapat dalam keseluruhan sampel; komponen ini harus saling campur dengan komponen lainnya:

$$X_{\circ} = \frac{\text{mol}_{\circ}}{\text{mol}_{\circ} + \text{mol}_{\bullet}} \quad X_{\bullet} = \frac{\text{mol}_{\bullet}}{\text{mol}_{\circ} + \text{mol}_{\bullet}}$$

Hukum Raoult:

$$P_T = X_{\circ} P_{\circ}^{\circ} + X_{\bullet} P_{\bullet}^{\circ}$$

Awalnya:

$$P_T = X_{\circ} P_{\circ}^{\circ} + X_{\bullet} P_{\bullet}^{\circ}$$

komponen dengan titik didih lebih rendah kontribusinya lebih banyak pada P_T , jika campuran awal 1:1 maka $X_{\circ} = X_{\bullet}$.

Kemudian:

$$P_T = X_{\circ} P_{\circ}^{\circ} + X_{\bullet} P_{\bullet}^{\circ}$$

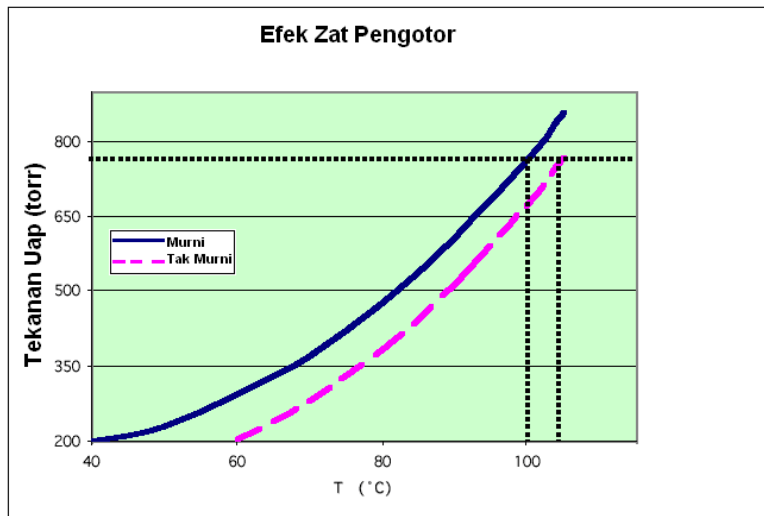
tetapi ketika distilasi berlanjut, X_{\bullet} akan bertambah karena banyak senyawa dengan titik didih lebih rendah telah menguap.

Dengan demikian, komponen dengan titik didih lebih rendah yang proporsinya lebih tinggi akan terdistilasi pertama kali, selanjutnya diikuti oleh peningkatan jumlah komponen dengan titik didih lebih tinggi.

C. Pengaruh Zat Pengotor

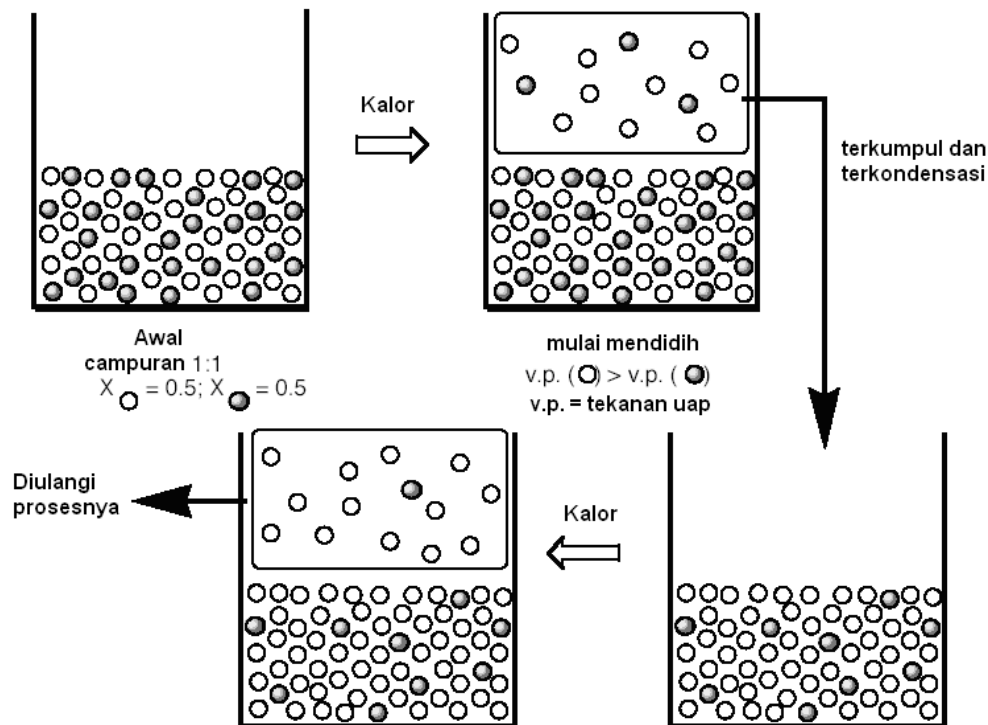
Contoh: gula dilarutkan dalam air. Zat pengotor yang *non-volatile* (tidak menguap) seperti gula dapat menurunkan tekanan uap air murni karena pelarutan gula menurunkan konsentrasi komponen yang *volatile* (dapat menguap, seperti air) di dalam fasa cair. Karena tekanan uap rendah, suhu yang lebih tinggi dibutuhkan untuk mencapai pendidihan. Pada proses distilasi, ketika proses pendidihan tercapai, suhu di atas permukaan campuran akan masih berada pada 100°C pada 1 atm karena zat cair yang terkondensasi di ujung bawah termometer adalah air murni (tidak terkontaminasi oleh gula). Tetapi suhu di dalam campuran pada fasa cair (dalam labu) akan secara bertahap naik selama proses distilasi berlangsung seiring dengan bertambahnya konsentrasi gula (ingat: air telah menguap).

Pengaruh zat pengotor terhadap naiknya suhu pada proses distilasi dapat dilihat pada grafik hubungan antara tekanan luar dengan suhu sistem (Gambar 2). Untuk pemisahan terbaik sehingga mendapatkan komponen-komponen yang murni, distilasi bertingkat merupakan alternatif yang baik, terutama untuk campuran dua komponen atau lebih dan campuran yang mengandung zat pengotor non-volatil. Ilustrasi proses pemisahan dengan distilasi bertingkat dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 2. Grafik pengaruh zat pengotor pada campuran

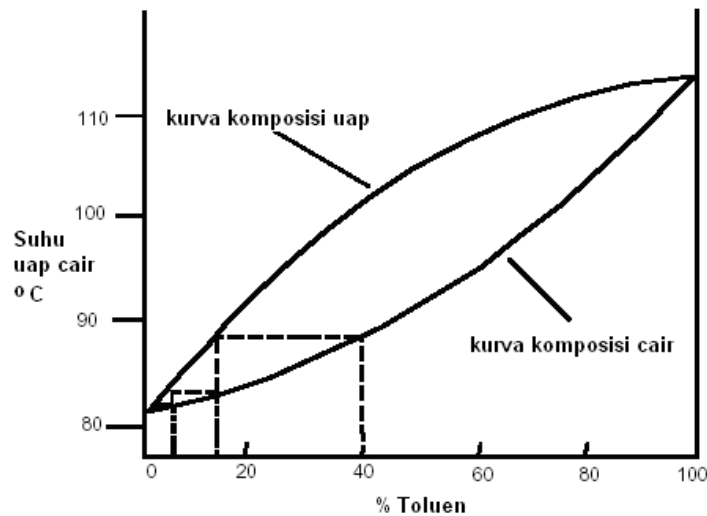
Distilasi Sederhana: Distilasi sederhana (lihat Gambar 6) adalah proses distilasi yang tidak melibatkan kolom fraksinasi atau proses yang biasanya untuk memisahkan salah satu komponen zat cair dari zat-zat non-volatil atau zat cair lainnya yang perbedaan titik didihnya paling sedikit 75 °C. Kondensat pada dasarnya akan memiliki perbandingan mol fasa cair yang sama dengan fasa uap pendidihan dari fasa cairnya. Distilasi sederhana tidak efektif untuk memisahkan komponen-komponen dalam campuran yang perbedaan titik didihnya tidak terlalu besar.



Gambar 3. Ilustrasi proses distilasi bertingkat pada sampel campuran dua komponen atau lebih atau yang mengandung zat pengotor

Distilasi Bertingkat: Jika suatu kolom fraksinasi digunakan dalam perangkat distilasi (lihat Gambar 7), maka pemisahan senyawa-senyawa yang memiliki titik didih berdekatan dapat dipisahkan dengan baik. Kolom fraksinasi biasanya diisi dengan material berpori yang menyediakan luas permukaan yang lebih besar untuk proses kondensasi berulang. Penguapan uap bertitik didih lebih tinggi melepaskan kalor yang menyebabkan penguapan zat cair bertitik didih lebih rendah pada kolom, sehingga komponen bertitik didih rendah ini bergerak ke atas menuju kolom, sementara komponen bertitik didih tinggi bergerak ke bawah ke arah kondensor, walaupun sebagian kecil ada yang kembali turun ke dalam labu distilasi. Setiap proses siklus penguapan/pengembunan menghasilkan fasa uap akan lebih kaya dengan fraksi uap komponen yang lebih *volatile*.

Contoh: campuran 60:40 sikloheksana (t.d. 81 °C) dan toluen (t.d. 110°C). Campuran ini akan mendidih pada 88 °C menghasilkan uap di atas campuran yang mendidih terdiri dari campuran sikloheksana – toluen = 83:17. Proses kondensasi berulang pada kolom fraksinasi menghasilkan fasa uap dengan komposisi 95:5 sikloheksana : toluen. Proses ini dapat dilihat pada Gambar 4. Kurva di bawah menunjukkan komposisi fasa cair dan kurva di atas menunjukkan komposisi fasa uap. Proses pengembunan ditandai dengan garis horizontal yang menghubungkan kedua kurva. Setiap pengulangan siklus pengembunan dan penguapan akan menghasilkan sikloheksana yang lebih murni. Setiap siklus ini disebut *pelat teoritis*. Kolom fraksinasi yang biasa digunakan di laboratorium organik memiliki 3 – 5 pelat teoritis.

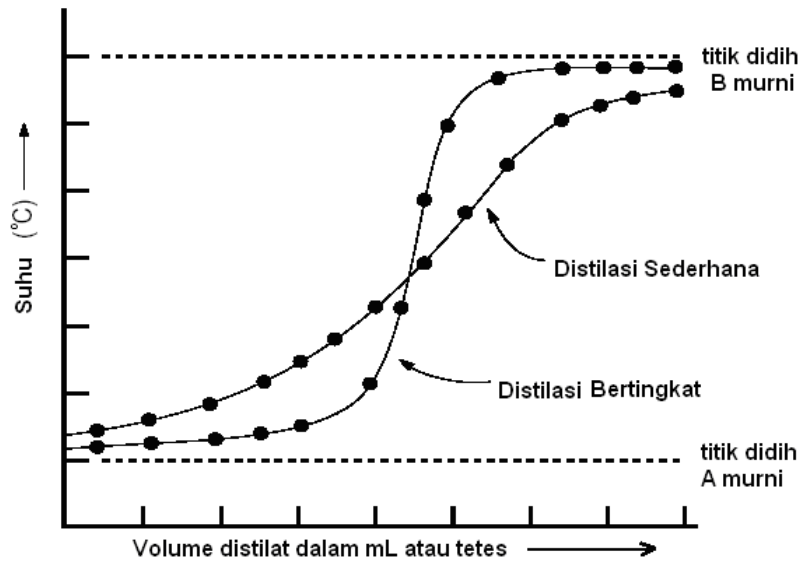


Gambar 4. Kurva Distilasi Uap/Cair antara Suhu – Komposisi untuk campuran sikloheksana-toluen

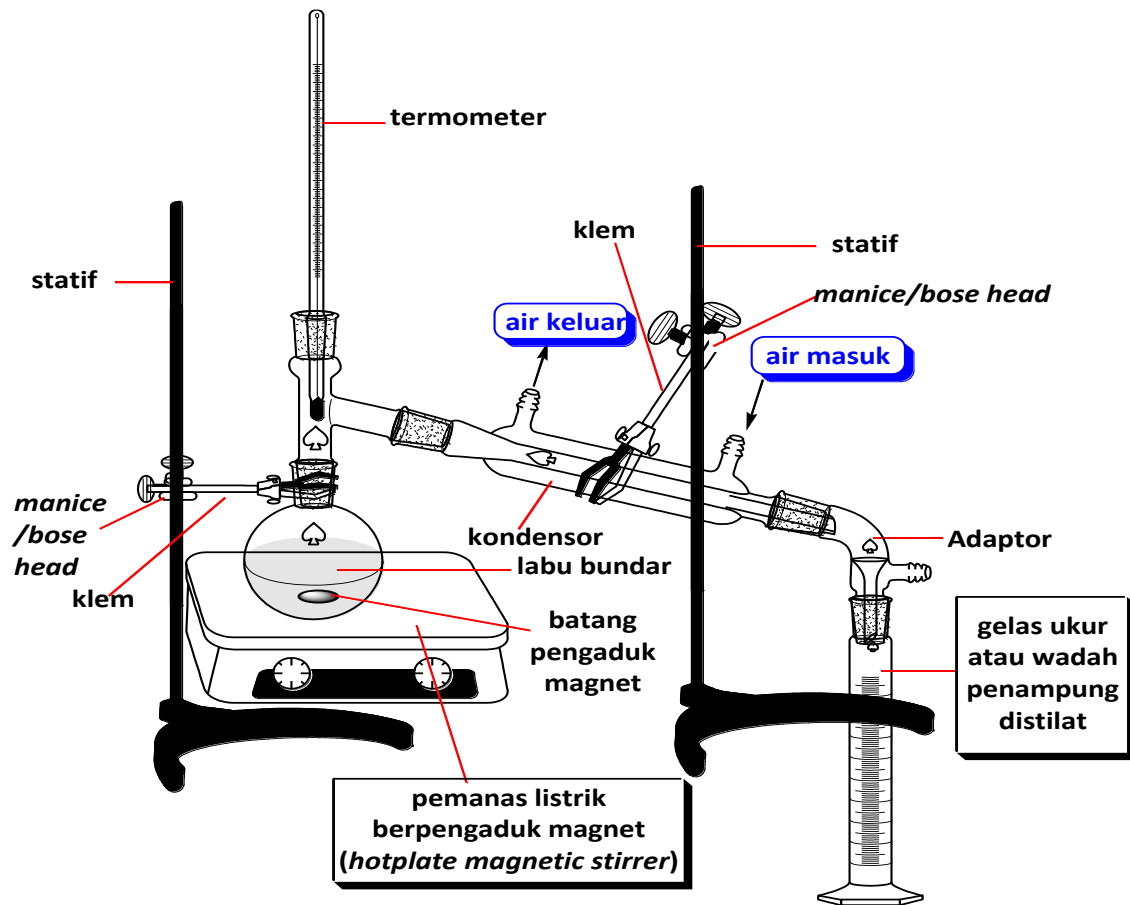
Kurva Distilasi: Jika proses distilasi sederhana dan bertingkat dialurkan dalam satu grafik (menggunakan pembacaan suhu terkoreksi), maka akan terlihat fenomena seperti pada Gambar 5. Kurva ini memberikan informasi efisiensi pemisahan komponen suatu campuran. Kelebihan distilasi bertingkat daripada distilasi sederhana dapat dilihat pada datarnya kurva yang berarti titik didih lebih akurat dan dapat digunakan untuk mengidentifikasi titik didih fraksi tiap komponen.

Azeotrop: Tidak semua campuran zat cair mengikuti hukum Raoult. Contoh: etanol dan air, disebabkan adanya interaksi antarmolekul, membentuk sistem azeotrop. Campuran 95,5% etanol dan 4,5% air mendidih *di bawah* titik didih etanol murni, sehingga etanol 100% tak dapat dibuat secara distilasi biasa. Suatu campuran zat cair dengan komposisi tertentu yang mengalami distilasi pada suhu konstan tanpa adanya perubahan dalam komposisinya disebut azeotrop.

Kalibrasi termometer: Mengkalibrasi titik nol termometer, dilakukan dengan cara mencelupkan termometer pada campuran air-es yang diaduk homogen, sedangkan untuk titik skala 100 termometer dilakukan sebagai berikut: isikan kedalam tabung reaksi besar 10 mL aquades, masukkan sedikit batu didih. Klem tabung tersebut tegak lurus, panaskan perlahan sampai mendidih. Posisikan termometer pada uap diatas permukaan air yang mendidih tersebut. Untuk menentukan titik didih yang sebenarnya dari air, harus diperiksa tekanan barometer.



Gambar 5 Kurva distilasi sederhana vs bertingkat



Gambar 6. Rangkaian Alat Distilasi Sederhana

BAHAN-BAHAN

- Etanol
- Glukol
- Vaseline
- Na₂SO₄ anhidrat

MATERIALS

- Ethanol
- Vaseline
- Glucol
- Na₂SO₄ anhydrate

ALAT – ALAT

- Labu destilasi
- Kondensor liebiq
- Thermometer 110°C
- Statif dan klem
- Hot plate
- Cabang tiga
- Batang pengaduk
- Erlenmeyer

APPARATUS

- Measuring cyclinder
- Liebeg condensor
- Thermometer
- Statif and clamp
- Hot plate
- Stirring rod
- Erlenmeyer flask
- Round bottom flask

PROSEDUR:

- Dimasukkan alkohol/ minuman beralkohol ke dalam labu destilasi
- Didestilasi sampai suhu 78°C.
- Ditampung destilat yang keluar.
- Ditambahkan Na₂SO₄ anhidrat. Disaring. Filtrat dimasukkan ke dalam wadah kaca/ vial

PROCEDURES:

- Measure the ethanol around 250 ml in measuring cyclinder.
- Fix the apparatus properly.
- Boil the water and at the same time put the round bottom flask in to the boiling water which contain the ethanol .The bottom of round bottom flask should not touch the surface of pot.
- Distillate the ethanol until the temperature reach to 78°C.Check the temperature frequently.
- Take the Erlenmeyer flask which contain the distillate.
- Add Na₂SO₄ anhydrate.Filtrate it and the the filtrate will be put in vial after measuring the volume.

PERHATIAN:

- o Dalam setiap pengerjaan distilasi, labu tidak boleh terisi oleh campuran senyawa yang akan dipisahkan lebih dari ½ isi labu!!!!
- o Jangan sampai Anda melakukan distilasi sampai kering!!
- o Akan selalu ada kemungkinan terdapat zat cair tertentu yang bersifat eksplosif dan mudah terbakar, jadi, berhati-hatilah, jangan biarkan ada api terbuka di sekitar zat-zat tersebut!
- o Bekerjalah dengan hati-hati dan tidak bermain-main!

PERTANYAAN:

1. Jelaskan perbedaan destilasi biasa dengan destilasi fraksinasi dan gambarkan masing-masing rangkaian alatnya!
2. Kapan destilasi dikatakan pemisahan dan kapan dikatakan metode pemurnian?
3. Sebutkan dan jelaskan pembagian metode destilasi, jelaskan prinsip dan kegunaan masing-masing metode destilasi tersebut!
4. Mengapa didestilasi pada suhu 78°C ?
5. Bagaimana cara menentukan kadar alkohol?
6. Sebutkan dan jelaskan jenis-jenis kondensor/pendingin serta kapan digunakan?
7. Sebutkan dan jelaskan uraian uji kualitatif yang membedakan alcohol primer, sekunder dan tersier.

QUESTION:

1. Explain the difference between a regular distillation with fractionation and distillation describe each series of the appliance !
2. When distillation is said separation and when said that it purification methods ?
3. Identify and explain the distribution method of distillation , explain the principle and usefulness of each of the distillation method !
4. Why is distilled at a temperature of 78°C ?
5. How to determine the level of alcohol ?
6. Identify and explain the types of condenser / cooling as well as when to use?
7. Identify and explain the qualitative description that distinguishes alcohol test primary, secondary and tertiary!

Jawab/Answer:

PERCOBAAN II

PEMISAHAN & PEMURNIAN ZAT PADAT: REKRISTALISASI DAN SUBLIMASI

SEPARATION & PURIFICATION: RECRYSTALITATION AND SUBLIMATION

Tujuan: Untuk memurnikan zat hasil isolasi maupun pemisahan zat. Proses rekristalisasi, Kristal yang terjadi dilarutkan dalam larutan panas yang mengandung senyawa. Perlahan-lahan didinginkan sehingga produk yang dimurnikan tersebut secara terpisah terendapkan. Apabila, senyawa tersebut berwarna, maka ditambahkan zat yang dapat menyerap warna tersebut seperti norit

Objective: To obtain purified one or more substances from the isolation or separation of a compound

II. REKRISTALISASI & SUBLIMASI

Apabila pada percobaan terdahulu Anda telah diajarkan cara pemisahan dan pemurnian dari campuran cairan dengan teknik distilasi, pada bagian ini Anda diperkenalkan dengan cara pemurnian **zat padat** dengan teknik **kristalisasi**. Prinsip pemisahan atau pemurnian dengan teknik ini didasarkan pada:

Pertama, adanya perbedaan kelarutan zat-zat padat dalam pelarut tertentu, baik dalam pelarut murni atau dalam pelarut campuran.

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

Sesuai dengan prinsip dan teknik kristalisasi tersebut di atas, hal yang menentukan keberhasilannya adalah **memilih pelarut yang tepat**. Pelarut yang tepat adalah pelarut yang sukar melarutkan senyawa pada suhu kamar, tetapi dapat melarutkan dengan baik pada titik didihnya. Kadang-kadang, atau bahkan seringkali, Anda tidak mendapatkan pelarut yang sesuai dengan patokan tersebut. Banyak zat padat larut baik dalam keadaan panas maupun dalam keadaan dingin, atau kalau pun ada pelarut yang sukar melarutkan dalam keadaan dingin, ia juga tidak mampu melarutkan dalam keadaan panas. Jika Anda menghadapi kenyataan tersebut, maka Anda dapat melakukan kristalisasi dengan sistem dua

campuran pelarut, yaitu salah satu pelarut (**X**) adalah yang sangat melarutkan, sementara yang lainnya (**Y**) yang tidak melarutkan sama sekali. Caranya adalah Anda larutkan zat padat tidak murni tersebut dalam pelarut **X** sesedikit mungkin (beberapa mL) dalam keadaan panas, kemudian masih dalam keadaan panas tersebut Anda tambahkan sedikit demi sedikit pelarut **Y** sehingga diperoleh **larutan jenuh**, dan selanjutnya didinginkan. Apabila zat padat tersebut telah mengkristal dalam keadaan dingin, maka Anda memisahkannya dengan cara penyaringan isap.

A. Proses pelarutan zat padat

Jumlah terkecil pelarut yang digunakan dalam melarutkan sejumlah padat, disebut **larutan jenuh**. Tidak banyak zat padat dapat larut dalam keadaan ini karena dalam keadaan kesetimbangan. Sedikit saja suhu didinginkan akan terjadi pengendapan. Sejumlah energi diperlukan untuk melarutkan zat padat, yaitu untuk memecahkan struktur kristalnya (= energi kisi) yang diambil dari pelarutnya.

B. Kristalisasi

Proses kristalisasi adalah kebalikan dari proses pelarutan. Mula-mula molekul zat terlarut membentuk agregat dengan molekul pelarut, lalu terjadi kisi-kisi diantara molekul zat terlarut yang terus tumbuh membentuk kristal yang lebih besar diantara molekul pelarutnya, sambil melepaskan sejumlah energi. Kristalisasi dari zat murni akan menghasilkan kristal yang identik dan teratur bentuknya sesuai dengan sifat kristal senyawanya. Dan pembentukan kristal ini akan mencapai optimum bila berada dalam kesetimbangan.

C. Pemilihan Pelarut untuk rekristalisasi

Pelarut yang paling banyak digunakan dalam proses rekristalisasi adalah pelarut cair, karena tidak mahal, tidak reaktif dan setelah melarutkan zat padat organik bila dilakukan penguapan akan lebih mudah memperolehnya kembali. Kriteria pelarut yang baik:

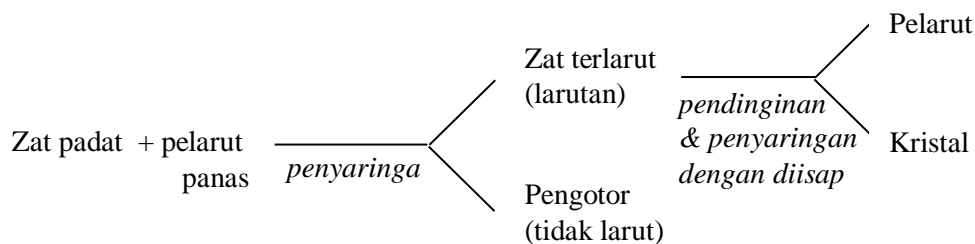
- Tidak bereaksi dengan zat padat yang akan di rekristalisasi.
- Zat padatnya harus mempunyai kelarutan terbatas (sebagian) atau relatif tak larut dalam pelarut, pada suhu kamar atau suhu kristalisasi.
- Zat padatnya mempunyai kelarutan yang tinggi (larut baik) dalam suhu didih pelarutnya.
- Titik didih pelarut tidak melebihi titik leleh zat padat yang akan direkristalisasi.
- Zat pengotor yang tak diinginkan harus sangat larut dalam pelarut pada suhu kamar atau tidak larut dalam pelarut panas.
- Pelarut harus cukup *volatile* (mudah menguap) sehingga mudah untuk dihilangkan setelah zat padat yang diinginkan telah terkristalisasi.

Jika data kelarutan tidak diperoleh dalam literatur, harus dilakukan penentuan kelarutan zat padat tersebut dalam sejumlah pelarut, dengan cara mengurut kepolaran pelarut-pelarut tersebut. Urutan kepolaran (titik didih, dalam °C) beberapa pelarut:

air (100) > metanol (65) > etanol (78) > aseton (56) > metilen klorida (40) > etileter (35) > kloroform (61) > benzena (80) > CCl₄ (76) > ligroin (90-115) > heksana (68) > petroleum eter (35-60) > pentana (36).

D. Cara Rekrystalisasi

Secara umum, rekrystalisasi dilakukan sesuai dengan tahapan berikut ini:



Apabila larutan yang akan dikristalkan ternyata *berwarna*, padahal kita tahu zat padatnya tak berwarna, maka kedalam larutan panas sebelum disaring ditambahkan *norit* (arang halus) atau *arang aktif*. Tidak semua zat warna dapat diserap arang dengan baik. Zat warna yang tidak terserap ini akan tetap tinggal dalam induk lindi tetapi akan hilang pada waktu pencucian dan penyaringan. Penggunaan norit ini tidak boleh diulang apabila larutannya masih berwarna. Penggunaan norit jangan berlebihan sebab bisa menyerap senyawanya.

Pembentukan kristal biasanya memerlukan waktu induksi yang berkisar beberapa menit sampai satu jam. Kadang-kadang didapati suatu keadaan yang disebut lewat jenuh (*supersaturation*), dimana kristal-kristal baru mau keluar bila dipancing dengan sebutir kristal murni. Keadaan ini kadang-kadang sangat menguntungkan dalam pemisahan campuran dua atau lebih zat yang mempunyai kelarutan yang sama dalam suatu pelarut tertentu dan jumlah komponen komponen campuran berbeda banyak satu dari yang lain. Agar pemisahan dapat dilakukan, maka keadaan jenuh jangan diganggu, yaitu dengan menghindari pengadukan dan goncangan berlebihan ataupun pendinginan yang terlalu cepat.

Kekuatan melarutkan suatu pelarut, pada umumnya bertambah dengan bertambahnya titik didih. Umpamanya etanol dapat melarutkan dua kali lebih banyak dari pada metanol. Kadang-kadang diperlukan pasangan/campuran pelarut. Dua pelarut yang dapat bercampur satu sama lain, dengan kemampuan melarutkan yang berbeda, adalah pasangan pelarut yang sangat berguna. Di bawah ini diberikan beberapa pasangan pelarut yang sering digunakan: *metanol-air, etanol-air, asam asetat-air, aseton-air, eter-aseton, eter-metanol, eter-petroleum eter, benzen-ligroin, metilklorida - metanol*.

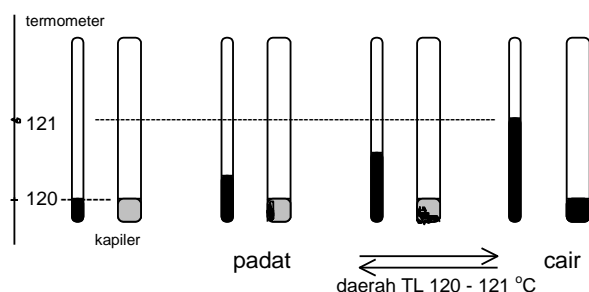
Bila tes kelarutan dilakukan terhadap sekitar 10 mg cuplikan yang akan dikristalkan di dalam 2 pelarut (A dan B) menunjukkan bahwa zat tersebut segera larut dalam pelarut A dalam suhu kamar, tetapi tidak larut dalam pelarut B dalam keadaan panas, maka pasangan pelarut tersebut dapat digunakan untuk rekrystalisasi. Caranya yaitu dengan melarutkan cuplikan dalam pelarut B panas, kemudian ditambahkan tetes demi tetes pelarut A pada kondisi yang sama sampai tepat jenuh (ditandai dengan kekeruhan yang bersifat permanen walaupun dipanaskan). Selanjutnya, tambahkan beberapa tetes pelarut A panas sampai terbentuk larutan jernih, lalu disaring dalam keadaan panas dan filtratnya didinginkan untuk pembentukan kristal.

E. Titik leleh dan cara penentuannya

Ketika suatu zat padat dipanaskan, maka zat padat akan meleleh, dengan kata lain, pada suhu tertentu zat padat mulai meleleh dan dengan kenaikan sedikit suhu semua zat padat akan berubah fasa menjadi cair. Suatu zat padat mempunyai molekul-molekul dalam bentuk kisi yang teratur, dan diikat oleh gaya-gaya gravitasi dan elektrostatik. Bila zat tersebut dipanaskan, energi kinetik dari molekul-molekul tersebut akan naik. Hal ini akan mengakibatkan molekul bergetar, yang akhirnya pada suatu suhu tertentu ikatan-ikatan

molekul tersebut akan terlepas, maka *zat padat akan meleleh*. Titik leleh (sebenarnya trayek titik leleh) adalah suhu yang teramati ketika zat padat mulai meleleh sampai semua partikel berubah menjadi cair. Contoh: gula sukrosa memiliki titik leleh 185°-186°C. Ini berarti, sejumlah kecil sampel sukrosa akan mulai meleleh pada 185°C dan semua kristal menjadi cair pada 186°C.

Titik leleh senyawa murni adalah suhu dimana fasa padat dan fasa cair senyawa tersebut, berada dalam kesetimbangan pada tekanan 1 atm. Kalor diperlukan untuk transisi dari bentuk kristal, pemecahan kisi kristal, sampai semua berbentuk cair. Proses pelelehan ini dalam kesetimbangan atau reversibel. Untuk melewati proses ini memerlukan waktu dan sedikit perubahan suhu. Makin murni senyawa tersebut, *trayek (range) suhu lelehnya makin sempit*, biasanya tidak lebih dari 1 derajat. Adanya zat asing di dalam suatu kisi akan mengganggu struktur kristal keseluruhannya, dan akan memperlemah ikatan-ikatan di dalamnya. Akibatnya titik leleh senyawa (tidak murni) ini akan lebih rendah dari senyawa murninya, dan yang paling penting adalah trayek lelehnya yang makin lebar.

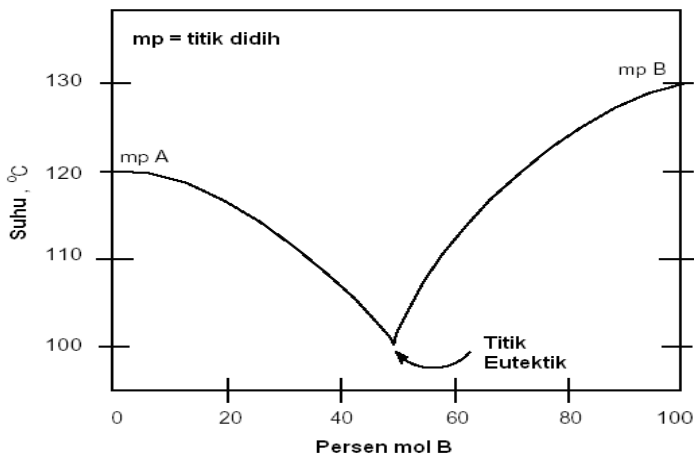


Gambar 1. Proses pelelehan sampel dalam alat pengukur titik leleh

Penentuan titik leleh suatu senyawa murni ditentukan dari pengamatan trayek titik lelehnya, dimulai saat terjadinya pelelehan (sedikit), transisi padat-cair, sampai seluruh kristal mencair. Hal ini dilakukan terhadap sedikit kristal (yang sudah digerus halus) yang diletakkan dalam ujung bawah pipa gelas kapiler, lalu dipanaskan secara merata dan perlahan di sekitar kapiler ini. Pengukuran suhu harus tepat di tempat zat tersebut meleleh.

Titik Leleh Campuran: Pengaruh Zat Pengotor

Penentuan titik leleh dapat merupakan cara yang baik untuk mengetahui kemurnian suatu sampel. Suatu senyawa **murni** biasanya memiliki titik leleh yang tajam, yaitu trayek titik lelehnya sempit yaitu 2° atau kurang. Adanya zat pengotor dalam sampel memiliki 2 pengaruh terhadap pengukuran titik leleh: (a) suhu titik leleh lebih rendah; dan (b) melebarnya trayek titik leleh (> 3°C). Nilai dan trayek titik leleh yang teramati, apabila dibandingkan dengan senyawa murni, merupakan informasi tentang indikasi kemurnian suatu sampel. Jika suatu sampel mengandung campuran 2 senyawa atau lebih, setiap komponen dalam campuran akan menurunkan titik leleh komponen lainnya (mengikuti hukum Raoult untuk campuran ideal), sehingga titik leleh sampel akan lebih rendah dan trayeknya lebih lebar daripada titik leleh masing-masing komponen. Fenomena ini diilustrasikan dalam diagram komposisi titik leleh untuk campuran dua komponen (Gambar 2).

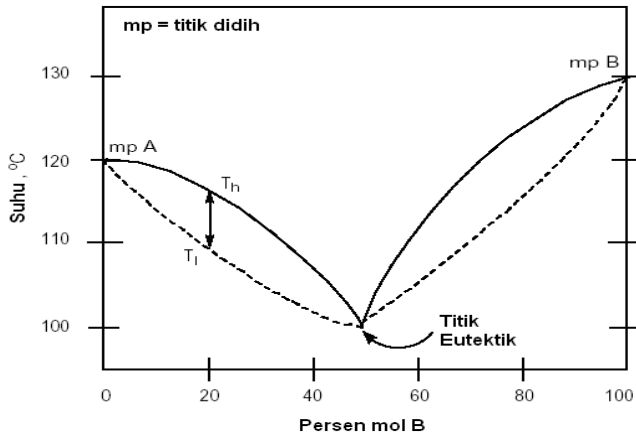


Gambar 2 Diagram titik leleh untuk campuran dua komponen

Berdasarkan diagram di atas, senyawa A memiliki titik leleh 120 °C. Jika sejumlah kecil senyawa B tercampur dengan sampel murni senyawa A, maka senyawa B bertindak sebagai zat pengotor dalam sampel dan akan menurunkan titik leleh menjadi di bawah 120 °C. Semakin banyak komponen B yang ditambahkan ke dalam sampel, titik lelehnya semakin menurun. Kurva titik leleh akan mencapai suatu titik leleh minimum (pada suhu sekitar 100°C, lihat Gambar 2) untuk campuran biner. Titik leleh minimum untuk sistem ini disebut **eutectic point/titik eutektik**.

Titik eutektik ini merupakan titik leleh untuk kombinasi spesifik antara senyawa A dan B dalam campuran yang akan meleleh secara bersamaan. Komposisi pada titik eutektik ini tidak selalu terdiri dari campuran 50:50 antara dua komponen, karena komposisi ini bergantung kepada perilaku pelelehan masing-masing komponen dalam campuran. Ketika konsentrasi senyawa B semakin banyak dan melewati komposisi eutektik, maka senyawa A sekarang bertindak sebagai zat pengotor. Ketika konsentrasi komponen A dalam campuran menjadi nol, sampel hanya mengandung komponen B dan akan meleleh dengan tajam pada 130°C, yang merupakan titik leleh senyawa B.

Pengaruh kedua akibat adanya zat pengotor adalah melebarnya trayek titik leleh. Pada diagram titik leleh berikut (Gambar 3), kurva dengan garis putus-putus menunjukkan suhu pada saat titik leleh pertama kali teramati untuk suatu campuran senyawa A dan B, sedangkan kurva dengan garis tebal menunjukkan suhu ketika semua sampel telah meleleh dengan sempurna. Berdasarkan diagram tersebut, suatu sampel yang mengandung 80% mol A dan 20% mol B akan terlihat mulai meleleh pada 109°C (T_l) dan akan meleleh semuanya pada 116°C (T_h). Diagram ini menunjukkan adanya trayek titik leleh yang lebar ($T_h - T_l$), yaitu sekitar 7°C, sehingga sampel ini dikatakan bukan suatu senyawa murni. Hanya sampel yang mengandung senyawa murni A, senyawa murni B, atau campuran yang mengandung eutektik antara komponen A dan B yang akan memberikan trayek titik leleh yang sempit dan tajam.

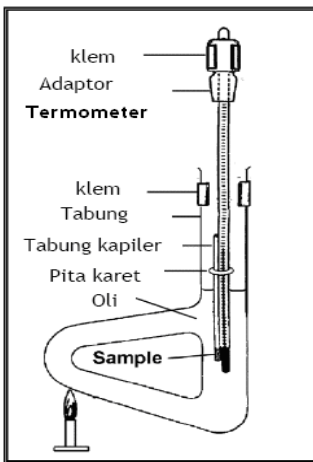


Gambar 3 Diagram fasa titik leleh untuk campuran dua komponen

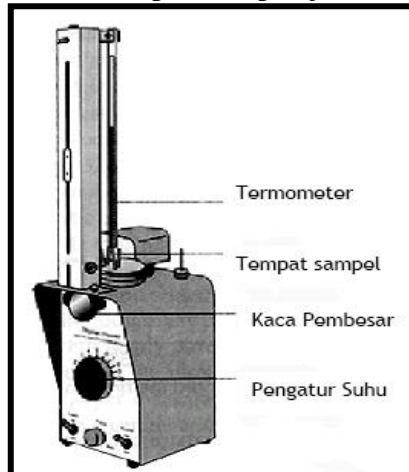
Cara Penentuan Titik Leleh

Sejumlah kecil kristal ditempatkan dalam kaca arloji. Gerus sebagian sampai sehalus mungkin. Ambil tabung kapiler (kaca) yang ujung satunya tertutup. Balikkan ujung yang terbuka, lalu tekan-tekan kedalam serbuk kristal sampai serbuk masuk ke dalam tabung kapiler. Balikkan lagi tabung dan ketuk-ketuk sampai serbuk kristal bisa turun ke dasar kapiler. Ulangi pengambilan dengan cara di atas sampai serbuk yang ada di kapiler tingginya sekitar 0,5 cm. Pasang kapiler ini di tempat atau alat penentuan titik leleh, alat Thiele atau melting-block. *Lihat gambar dan pelajari semua alat dan teknik-teknik penentuan titik leleh dengan seksama.* Pemanasan harus dilakukan dengan api kecil (elektrik) agar naiknya suhu kelihatan berjalan secara perlahan. Perhatikan dan catat suhu saat dimana kristal dalam pipa kapiler mulai ada yang leleh sampai persis semuanya meleleh (=trayek pelelehan).

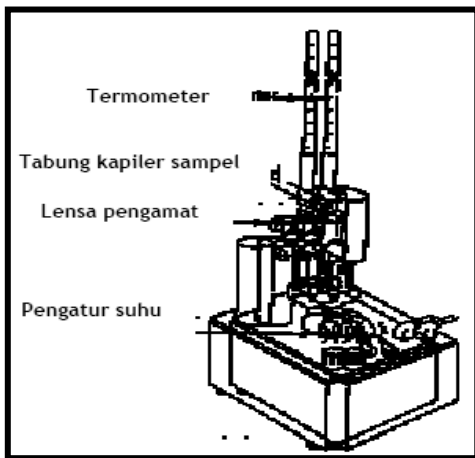
Peralatan untuk menentukan titik leleh, didasarkan kepada besarnya titik leleh atau interval leleh zat padat. Alat **Thiele** (Gambar 4) digunakan untuk titik leleh 25-180 °C dengan menggunakan minyak parafin atau oli sebagai pemanas. Alat **Thomas-Hoover** (Gambar 5) untuk titik leleh 25-300 °C menggunakan silikon oli. Alat **Mel-Temp** (Gambar 7) untuk titik leleh 25-400 °C menggunakan *melting-block*. Alat **Fisher-Johns** (Gambar 6) untuk titik leleh 25-300 °C menggunakan *heating-block* (elektrik) dan kaca objek untuk menyimpan zatnya. Yang banyak digunakan di lab adalah alat Thiele dan *melting-block* yang dipanaskan dengan bunsen kecil. Perhatikan gambar terlampir, dan pelajari cara menggunakannya.



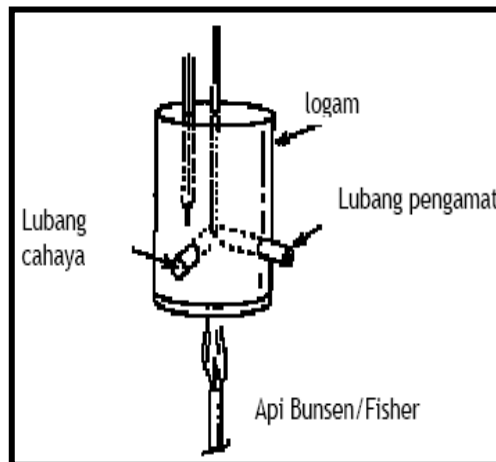
Gambar 4 Alat Thiele



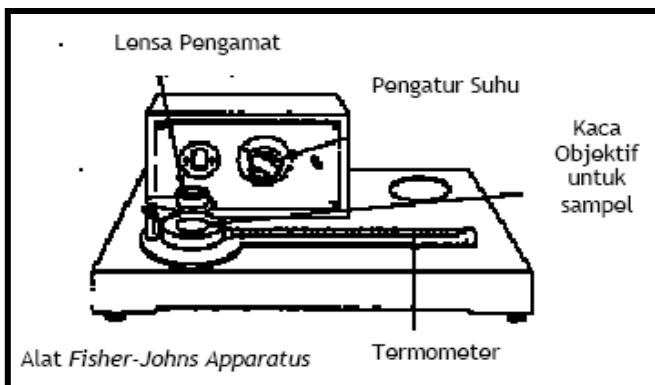
Gambar 5 Thomas-Hoover Apparatus



Gambar 6 Melt-Temp Apparatus



Gambar 7 Alat Melting Block

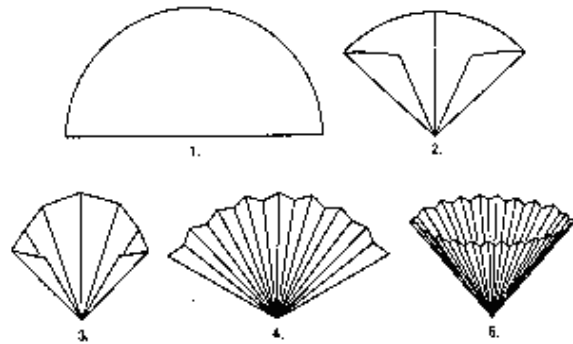
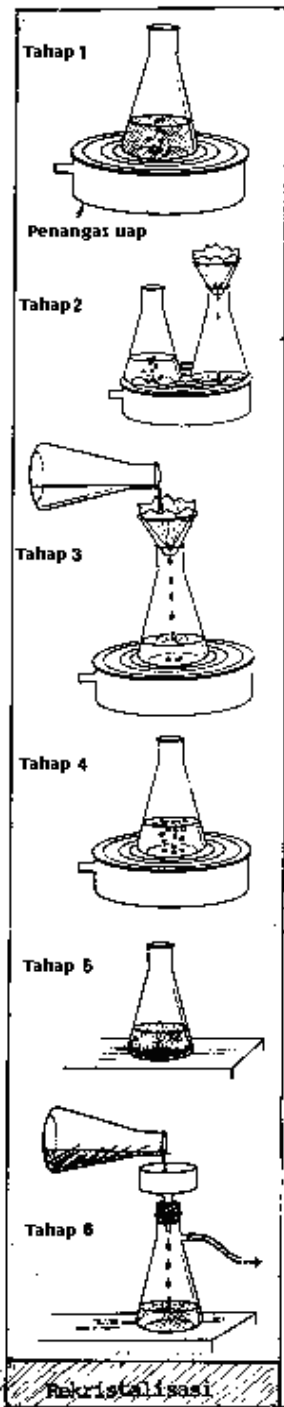


Gambar 8 Alat Fisher-Johns Apparatus

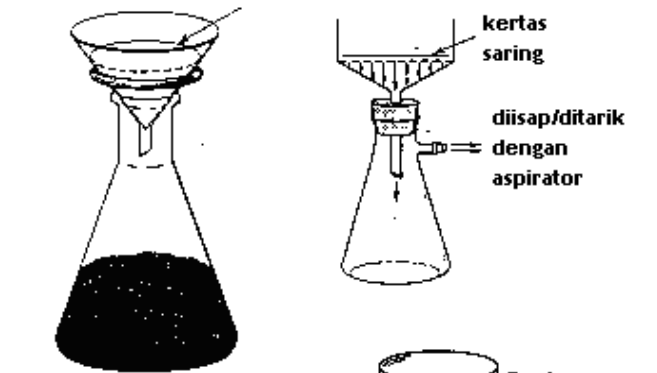
Sublimasi

Sublimasi zat padat adalah analog dengan proses distilasi dimana zat padat berubah langsung menjadi gasnya tanpa melalui fasa cair, kemudian terkondensasi menjadi padatan. Jadi sublimasi termasuk dalam cara pemisahan dan sekaligus pemurnian zat padat. Untuk bisa menyublim, suatu zat padat harus mempunyai tekanan uap relatif tinggi pada suhu dibawah titik lelehnya. Diperlukan zat padat 1 - 2 gram. Sublimasi bisa dilakukan lebih efektif lagi bila dilakukan pada tekanan vakum.

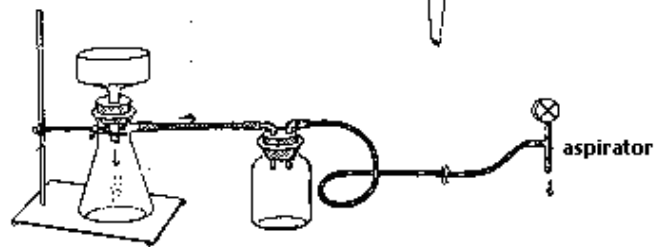
CARA REKRISTALISASI SAMPEL ZAT PADAT



Cara melipat kertas saring



penyaringan larutan panas



Corong Buchner yang dilengkapi pengisapan (suction)

BAHAN - BAHAN:

- Karbon Aktif (Norit)
- Aseton
- Metanol
- Dietil Eter
- Kloroform
- Etanol
- Kapur Barus Berwarna
- Kampfer
- Garam Inggris
- Sediaan Tablet Generik Di pasaran

ALAT- ALAT:

- Corong
- Erlenmeyer
- Gelas Ukur
- Hot Plate/ Bunsen
- Neraca Analitik
- Penangas Air
- Cawan Penguap
- Batang Pengaduk

MATERIALS:

- Activated carbon (norit)
- Aseton
- Methanol
- Diethyl eter
- Chloroform
- Ethanol
- Camphor
- Sodium bicarbonate
- Market generic tablet

APPARATUS:

- Erlenmeyer
- Measuring cylinder
- Hot plate/ bunsen
- Analytic balance
- Funnel
- Evaporating dish
- Water bath
- Stirring rod

PROSEDUR:

- Dipilih pelarut yang sesuai
- Dipanaskan pelarut pada titik didihnya
- Dilarutkan zat kimia organik padat tersebut pada jumlah seperlunya dalam larutan mendidih
- Ditambahkan norit untuk zat berwarna
- Disaring campuran panas melalui penyaring Buchner/ penyaring biasa
- Ditampung filtrat dalam botol sampel
- Dibiarkan larutan panas menjadi dingin secara perlahan-lahan.
- Apabila Kristal tidak terjadi, digerus dengan batang pengaduk pada dinding botol sampel dan didinginkan lebih jenuh. Kalau perlu ditambahkan Kristal murni zat tersebut dalam jumlah kecil untuk memancing terbentuknya Kristal
- Dikumpulkan Kristal dengan menggunakan penyaring Buchner
- Dicuci Kristal dengan sedikit pelarut dalam keadaan dingin
- Dikeringkan Kristal tersebut

PROCEDURES:

- Choose suitable solvent
- Heat solvent to its boiling point
- Dissolve the necessary solid organic compounds into boiling mixture
- Add norit to coloured compounds
- Filter the hot mixture using buchner filter or normal filter
- Add filtrate into sample container
- Let hot mixture to cool slowly
- If crystals don't form stir with stirring rod the wall of sample container and leave it to cool until saturated

- Collect the crystal form using buchner filter
- Wash the crystal with a bit of cool solvent
- Dry crystal

- **Uji kelarutan**
 - Sampel dilarutkan dalam pelarut
 - Dikocok, diamati apa yang terjadi
- **Uji peniadaan warna**
 - Dilarutkan sampel dalam pelarut yang sesuai
 - Ditambahkan karbon aktif, dikocok, didiamkan lalu disaring
 - Diamati apa yang terjadi
- **Uji rekristalisasi**
 - Dilarutkan sampel dalam pelarut yang sesuai
 - Ditambahkan karbon aktif, dikocok, didiamkan lalu disaring
 - Diuapkan filtrate sampai jenuh
 - Didinginkan sampai terbentuk Kristal.

- **Solubility test**
 - Sample dissolve in solvent
 - Shake it and note what happens
- **Colour elimination test**
 - Dissolve sample in suitable solvent
 - Add activated carbon, shake and filter it
 - Observe the changes
- **Recrystallization test**
 - Dissolve sample in suitable solvent
 - Add activated carbon, shake, filtrate it
 - Evaporate filtrate
 - Leave it to cool till crytallization occurs

PERTANYAAN:

1. Jelaskan perbedaan prinsip sublimasi dan rekristalisasi !
2. Sebutkan syarat zat yang dapat disublimasi dan direkristalisasi !
3. Sebutkan minimal masing-masing 5 zat yang dapat disublimasi dan direkristalisasi
4. Sebutkan dan jelaskan cara-cara pemurnian suatu campuran !
5. Sebutkan masing-masing minimal 10 pelarut polar, semi polar dan non polar serta urutkan kepolarannya, tuliskan massa jenisnya dan titik didih masing-masing !
6. Jelaskan prinsip kerja corong buchner! Serta kelebihanannya dibandingkan penyaring biasa.
7. Jelaskan 1 contoh cara pengujian titik lebur !
8. Sebutkan hal-hal yang perlu diperhatikan saat melakukan rekristalisasi !

QUESTION:

1. Explain the difference between the principle of sublimation and recrystallization !
2. Identify the terms of substances that can sublimated and recrystallized !
3. Please provide at least each of the 5 substances can sublimated and recrystallized
4. Identify and explain ways of purifying a mix !
5. List each of at least 10 polar solvents , semi-polar and non -polar and rank of polarity , write its density and boiling points each!
6. Explain the working principle Buchner funnel ! As well as its advantages compared to a regular filter.
7. Explain one example of a way of testing the melting point !
8. List the things that need to be considered when performing recrystallization !

Lanjutan...

A series of horizontal dashed lines for writing.

PERCOBAAN III

OKSIDASI SENYAWA ORGANIK

OXIDATION OF ORGANIC COMPOUNDS

TUJUAN : Untuk mengetahui terjadinya oksidasi pada senyawa organik tidak jenuh. Apabila, suatu senyawa organik tidak jenuh pada kondisi alkali direaksikan dengan oksidator (permanganat, asam nitrat, kalium kromat, senyawa peroksida, ozon) akan terjadi pemutusan pada ikatan rangkap.

OBJECTIVE : To know the oxidation process of unsaturated organic compounds. When an unsaturated organic compounds at alkali conditions react with an oxidants (permanganate, nitrate acid, potassium chromate, peroxide compounds, ozone) the termination of double bond will occurs.

Contoh : Asam oleat dioksidasi akan terjadi dua molekul asam karboksilat

Example : Oxidation of oleic acid will forms two molecules of carboxylic acid

BAHAN- BAHAN:

- Asam Oleat
- KOH
- KMnO_4
- H_2SO_4 p
- Akuades

MATERIALS:

- Oleic acid
- KOH
- KMnO_4
- H_2SO_4
- Aquadest

ALAT - ALAT:

- Beaker Glass 500 mL
- Magnetic Bar
- Hot Plate
- Cawan Penguap
- Corong
- Batang Pengaduk
- Botol timbang
- Kaca arloji
- Oven
- Thermometer 110°C

APPARATUS:

- Beaker glass 500 ml
- Magnetic bar
- Hot plate
- Evaporating dish
- Filter funnel
- Stirring rod
- Weighing bottle
- Watch glass
- Oven
- Thermometer

PROSEDUR:

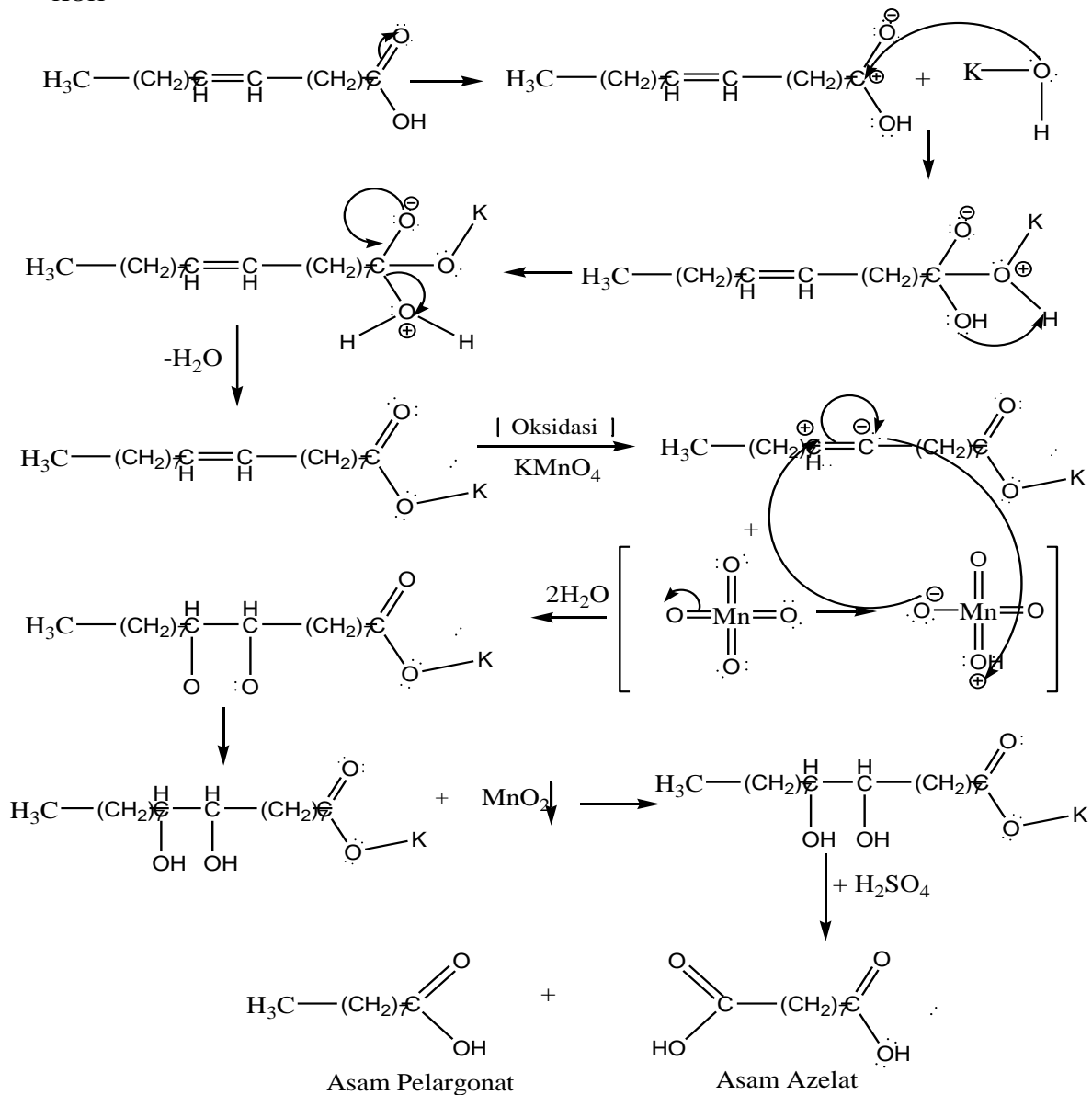
- Ditimbang KOH 6 gram dalam botol timbang, kemudian dilarutkan dalam 12 mL akuades (larutan alkali).
- Ditimbang Asam Oleat sebanyak 2 gram dengan kaca arloji.
- Dilarutkan asam oleat ke dalam larutan KOH
- Dilarutkan sebanyak 5,4 g KMnO_4 dengan 100 mL akuades, diaduk hingga KMnO_4 larut sempurna.
- Ditambahkan larutan alkali asam oleat ke dalam larutan KMnO_4

- Dipanaskan pada suhu 75⁰C(dipertahankan suhu tetap) sambil diaduk kuat dan konstan dengan pengaduk magnetik selama 30 menit atau sampai tidak ada warna ungu dari permanganat. Bila campuran jumlahnya sedikit larutan ditambah akuades.
- Didinginkan lalu ditambahkan secara perlahan-lahan 3,2 mL H₂SO₄ p, dipanaskan pada suhu 75⁰C selama 15 menit sambil diaduk kuat.
- Disaring **SELAGI PANAS** (Filtrat I)
- Ditambahkan 30 mL akuades ke dalam residu penyaringan, didihkan selama 10 menit. Disaring selagi panas (filtrat II)
- Dicampurkan filtrat I dan II, kemudian diuapkan hingga tersisa ±1/3 bagian dari volume mula – mula.
- Didinginkan pada suhu kamar atau dengan bantuan *Ice bath* hingga terbentuk Kristal putih asam azelat. Disaring dengan penyaring Buchner atau penyaring biasa.
- Dikeringkan Kristal dalam oven pada suhu 60 ⁰C .
- Dikristalisasi dengan akuades panas, dikeringkan kembali dalam oven pada suhu 60 ⁰C.
- **Titik lebur kristal: 108,6 ⁰C**
- **Kelarutan: Tidak larut dalam air dingin, CHCl₃, dll larut dalam air panas, aseton, alcohol, methanol.**

PROCEDURES :

- Weight 6 g of KOH in weighing bottle, then dissolve into 12 ml of aquadest (alkali solution)
- Weight 2 g of oleic acid with watch glass.
- Dissolve oleic acid into KOH solution.
- Dissolve 5.4 g of KMnO₄ with 100 ml of aquadest, stir it until KMnO₄ completely dissolved.
- Add alkali solution of oleic acid into KMnO₄ solution.
- Heat up to 75⁰C (maintain fixe temperature) while stirring it strong and constant by using magnetic stirrer for 20 minutes or until purple color of permanganate disappear. If the mixture less, an aquadest will add into solution.
- Cooling down, then slowly add 3.2 ml of H₂SO₄, heat up at 75⁰C for 15 minutes while stir it strongly.
- Filter it WHILE HOT (filtrate 1)
- Add 30 ml of aquadest into filtering residue, boil it for 10 minutes, filter while hot (filtrate 2).
- Add filtrate 1 and filtrate 2, then evaporates until it remains 3 part from the previous volume.
- Cooling down at room temperature or by using an ice bath until the white crystal of azelaic acid formed. Filter it by using Buchner or regular filter.
- Dry the crystal on oven at 60⁰C
- Crystallize it with hot aquadest, dry it back into oven at 60⁰C.

Mekanisme Reaksi Oksidasi Asam Oleat dengan Oksidator KMnO_4 dalam Kondisi Alkali KOH



PERTANYAAN:

1. Jelaskan perbedaan senyawa organik dan anorganik serta sebutkan contoh masing-masing minimal 10!
2. Jelaskan prinsip percobaan!
3. Sebutkan minimal 5 oksidator dan kelebihan masing-masing dalam penggunaannya!
4. Sebutkan minimal 10 asam lemak tidak jenuh dan gambarkan strukturnya!
5. Jelaskan pengaruh penambahan bahan dalam proses pembentukan asam azelat dan asam pelargonat!
6. Jelaskan perbedaan oksidasi dan reduksi minimal 5!
7. jelaskan mengapa larutan harus disaring selagi panas dalam percobaan ini?
8. Jelaskan bagaimana asam azelat dan asam pelargonat dapat dipisahkan dalam percobaan ini, berdasarkan apa keduanya dipisahkan?

Lanjutan...

A series of horizontal dashed lines for writing.

PERCOBAAN IV

ESTERIFIKASI ASAM BENZOAT

ESTERIFICATION OF BENZOIC ACID

PRINSIP : Percobaan ini didasarkan pada reaksi pembentukan ester yang diperoleh dari reaksi antara asam karboksilat dengan suatu alkohol dengan bantuan katalis asam yaitu asam sulfat.

PRINCIPLE : These experiment is based on formation of ester by reacting carboxylic acid with alcohol by using acidic catalyst which is the sulfuric acid.

TUJUAN : Untuk mengetahui reaksi esterifikasi suatu asam karboksilat dengan suatu alkohol dengan katalisator asam.

OBJECTIVE : To determine esterification reaction between carboxylic acid with an alcohol by using acidic catalyst

BAHAN-BAHAN:

- Asam benzoat
- CH_3OH p.a
- H_2SO_4 p
- Dietli eter
- Akuades
- Na_2CO_3
- NaCl
- Na_2SO_4 anhidrat

ALAT-ALAT:

- Labu Alas Bulat
- Magnetic Bar
- Hot Plate
- Gelas Ukur
- Pendingin Bola
- Erlenmeyer
- Rotari Evaporator
- Lumpang dan Alu

MATERIALS:

- Benzoic acid
- Conc. CH_3OH
- Conc. H_2SO_4
- Diethyl ether
- Aquadest
- Na_2CO_3
- NaCl
- Na_2SO_4 anhydrate

APPARATUS :

- Round bottom flask
- Magnetic bar
- Measuring cylinder
- Ball condensor
- Erlenmeyer flask
- Rotary evaporator
- Mortar and pestle

PROSEDUR:

- Dimasukkan sebanyak 3 g asam benzoat ke dalam labu alas bulat, kemudian ditambahkan 15 mL CH_3OH p.a, diaduk hingga asam benzoat larut sempurna
- Ditambahkan 1,8 mL H_2SO_4 p (**SECARA PERLAHAN-LAHAN MELALUI DINDING LABU**) dimasukkan magnetic bar.
- Dirangkai alat refluks, kemudian direfluks campuran selama 30 menit pada suhu 70° - 80° C dalam penangas air (***PERTAHANKAN SUHU REFLUKS!***)
- Didinginkan hingga mencapai suhu kamar dan dipindahkan larutan ke dalam corong pisah.
- Ditambahkan 40-45 mL dietil eter dan ditambahkan 5 mL akuades, digojok lalu didiamkan hingga memisah. Dipisahkan lapisan air dan lapisan dietil eter ke dalam Erlenmeyer.

- Dicuci lapisan dieil eter dengan akuades sebanyak 5 kali pencucian masing masing dengan 5 mL akuades. Dipisahkan lapisan eter.
- Ditambahkan 15 mL Na_2CO_3 5% dan ditambahkan NaCl jenuh sebanyak 15 ml dan dipisahkan sampai 3 kali lalu lapisan di etil eter ditampung ke dalam Erlenmeyer.
- Ditambahkan lapisan dietil eter dengan Na_2SO_4 . anhidrat perlahan-lahan sambil diaduk hingga jenuh.
- Diuapkan lapisan dietil eter dengan evaporator atau jika terlalu sedikit diuapkan di luar lab/ diangin-anginkan.
- **Uji titik lebur (198-200)⁰C.**

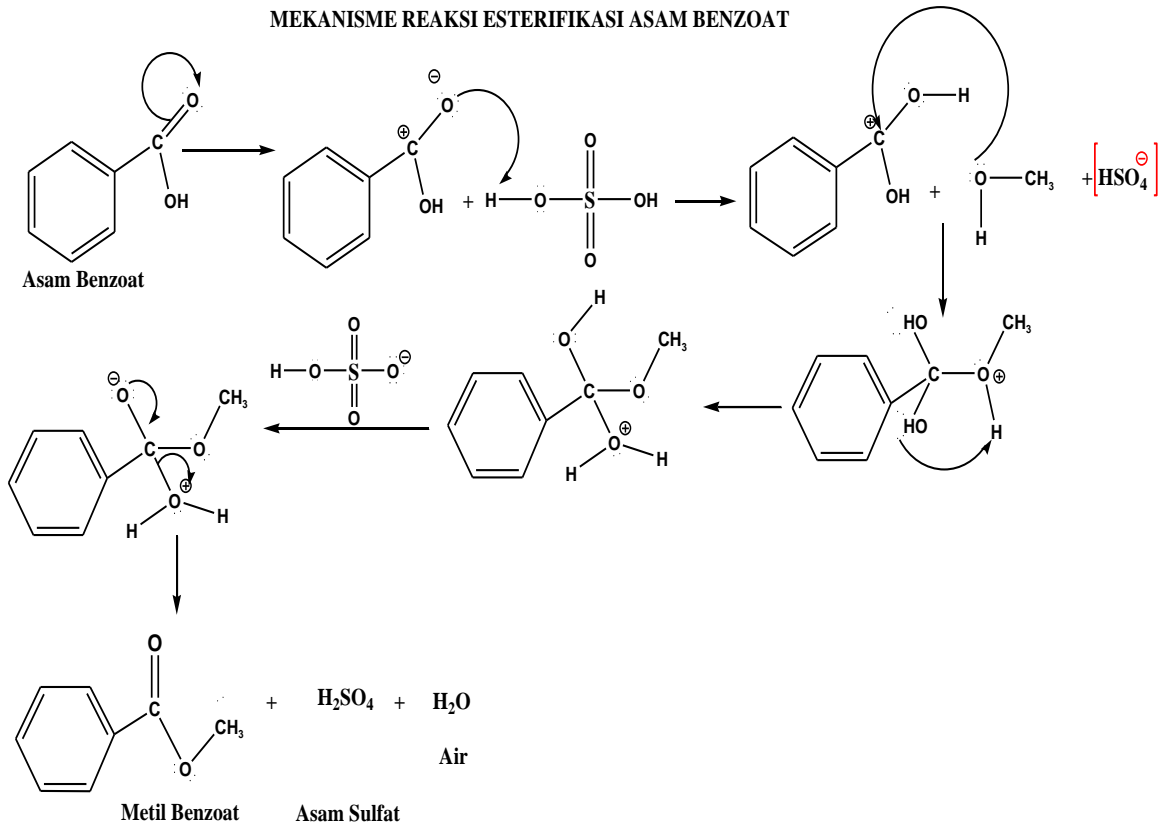
Pelajari cara membuat larutan Na_2CO_3 5% dan NaCl jenuh

PROCEDURES :

- Add 3 g of benzoic acid into the round bottom flask, then add 15 mL of CH_3OH , stir it well until the benzoic acid completely dissolve
- Add 1,8 mL of conc H_2SO_4 (**SLOWLY THROUGH THE WALL OF THE FLASK**), place the magnetic bar.
- Set up the reflux apparatus. Reflux at the temperature of 70⁰-80⁰C (**MAINTAIN THE TEMPERATURE OF REFLUX**) for 30 minutes.
- Cool it down at room temperature and transfer it to the separating funnel
- Add 40-45 mL of dietyl ether and add 5ml of aquadest, shake it well and allow to stand until it separate. Drain out the water layer and dietyl ether layer into the Erlenmeyer flask.
- Wash the dietyl ether layer with aquadest for 5 times, each washing is with 5 mL of aquadest. Separate the dietyl ether layer.
- Add 15 mL of 5% Na_2CO_3 and add 15ml of concentrated NaCl and separate it for three times and drain out the dietyl ether layer into the Erlenmeyer flask
- Add Na_2SO_4 into the dietyl ether layer slowly with constant stirring until it form a concentrated solution
- Evaporate the ether layer by using the evaporator/ if the amount is little , evaporate it outside the lab
- **Test the melting point (198-200)⁰ C**

Study the method pof preparation of 5% NA_2CO_3 solution and concentrated NaCl solution

MEKANISME REAKSI ESTERIFIKASI ASAM BENZOAT



PERTANYAAN:

1. Sebutkan dan jelaskan prinsip masing- masing pembagian reaksi esterifikasi dan berikan buatlah reaksi umum masing-masing !
2. Tuliskan mekanisme reaksi esterifikasi dengan katalis asam dan basa (lihat Mc Murray)!
3. Jelaskan pengaruh penambahan bahan-bahan dalam reaksi ini hingga dapat dihasilkan ester metal benzoat!
4. Kenapa harus larutan NaCl yang jenuh yang digunakan?
5. Jelaskan prinsip pembuatan endap tuang dalam pembuatan Na₂CO₃ ?
6. Jelaskan perbedaan nukleofilik, elektrofilik, neutron, electron!
7. Sebutkan ciri-ciri khas metil benzoate serta pemanfaatannya!
8. Sebutkan dan uraikan cara-cara analisis kualitatif khusus metil benzoat dan analisis kualitatif umum suatu ester!
9. Tuliskan minimal 5 kegunaan anda setelah melakukan percobaan ini!
10. Berdasarkan mekanisme reaksi di atas buatlah 1 mekanisme reaksi yang baru dengan menggunakan jenis karboksilat dan alcohol yang lain, katalis asam sulfat pekat!

QUESTION:

1. Identify and explain the principles of each division of the esterification reaction and give a general reaction make each!
2. Write the mechanism of esterification reaction with an acid catalyst and base (see Mc Murray) !
3. Describe the effect of adding the ingredients in this reaction to metal benzoate esters can be produced !
4. Why should a saturated NaCl solution used ?
5. Explain the principle of sedimentation manufacture castings in the manufacture of Na₂CO₃ ?
6. Explain the difference nucleophilic , electrophilic , neutron , electron !
7. Name the characteristics of methyl benzoate and utilization !
8. List and describe the ways qualitative analysis specifically methyl benzoate and qualitative analysis of the general an ester !
9. Write down at least 5 of your usefulness after doing this experiment !
10. Based on the above reaction mechanism make one new reaction mechanism using the type of carboxylic and other alcohol , concentrated sulfuric acid catalyst !

Lanjutan...

A series of horizontal dashed lines for writing.

PERCOBAAN V

SULFONASI TOLUEN (SUBSTITUSI ELEKTROFILIK)

TOLUENE SULFONATION (ELECTROPHILIC SUBSTITUTION)

Tujuan: Untuk mengetahui proses substitusi elektrofilik antara atom H dengan SO_3H .
Objective : To know the electrophilic substitution process between H and SO_3H .

BAHAN-BAHAN:

- Toluena
- H_2SO_4 p
- NaHCO_3
- NaCl
- Akuades Panas

ALAT-ALAT:

- Labu Alas Bulat
- Pendingin Bola
- Erlenmeyer
- Magnetic Bar
- Hot Plate
- Batang Pengaduk
- Thermometer
- Cawan Penguap
- pH Indicator
- Batang Pengaduk
- Oven
- Neraca Analitik

MATERIALS:

- Toluene
- Conc H_2SO_4
- NaHCO_3
- NaCl
- Hot Aquadest

APPARATUS:

- Round bottom flask
- Ball condenser
- Erlenmeyer
- Magnetic Bar
- Hot Plate
- Stirring Rod
- Thermometer
- Evaporating dish
- pH Indicator
- Oven
- Analytic Balance

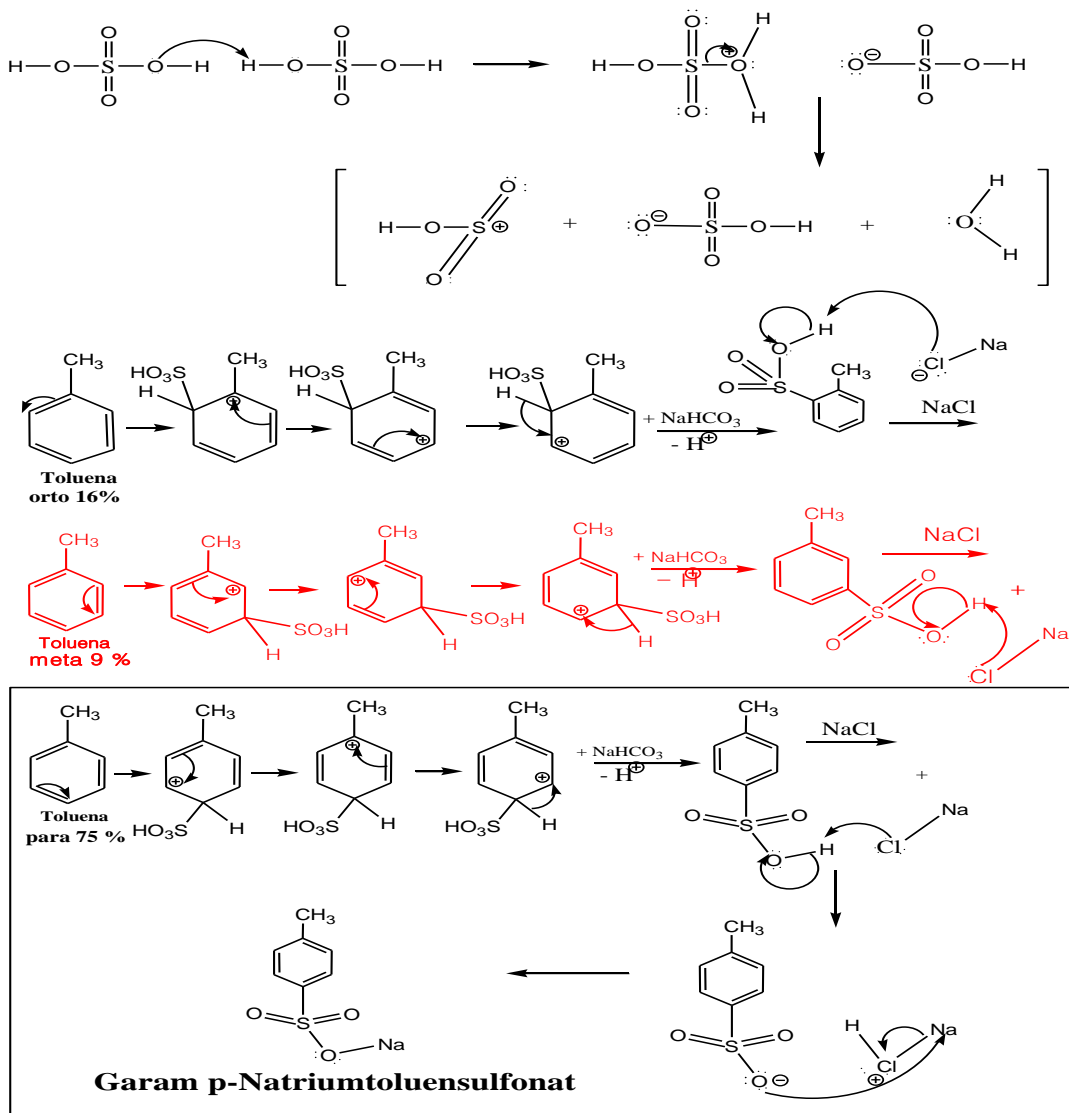
PROSEDUR:

- Dimasukkan sebanyak 8 mL toluene ke dalam labu alas bulat dengan hati-hati.
- Ditambahkan 5 mL H_2SO_4 p **PERLAHAN-LAHAN MELALUI DINDING LABU**, dimasukkan magnetic bar.
- Dirangkai alat refluks
- Direfluks pada suhu 75°C (dipertahankan suhu refluks) selama 20 menit (hingga toluena mendidih/tercampur sempurna)
- Ditambahkan 25 mL air hangat (**GUNAKAN SARUNG TANGAN KARET TEBAL, MASKER**).
- Dinetralkan asam dengan menambahkan ± 4 g NaHCO_3 perlahan-lahan/ sedikit demi sedikit sambil di aduk, setiap setelah penambahan cek pH (**pH= 7**)
- Ditambahkan NaCl sebanyak 10 g sedikit demi sedikit sambil di aduk hingga terbentuk endapan putih.
- Dibantu pengendapan dengan *Ice bath*,
- Ditimbang kertas saring, kemudian disaring.
- Dicuci residu dengan akuades dingin secukupnya.
- Dikeringkan residu di oven pada suhu 60°C hingga bobot tetap.
- Dimasukkan ke dalam vial.
- **Diberi label (nama zat, bobot, parner/ gel, pemerian)**

PROCEDURES:

- Add 8 mL of toluene carefully into the round bottom flask
- Then, add 5 mL of conc H₂SO₄ (SLOWLY THROUGH THE WALL OF THE FLASK), place the magnetic bar.
- Set up the reflux apparatus
- Reflux at the temperature of 75⁰C (maintain the temperature of reflux) for 20 minutes (until the toluene boils / completely mixed)
- Add 25 mL of hot water (USE THICK RUBBER GLOVE, MASK).
- Neutralize the acid by adding ± 4g NaHCO₃ slowly/gradually while stirring, after the addition check the pH (pH = 7)
- Add 10g of NaCl gradually while stirring, until it forms white precipitate.
- Precipitation can form by using ice bath.
- Weigh the filter paper, then filter
- Wash the residue with sufficient amount of cold aquadest
- Dry the residue in oven at 60⁰C until it has fixed weight
- Place it in the vial
- Label the vial (name of substance, weight, group, description)

MEKANISME REAKSI SUBSTITUSI ELEKTROFILIK PEMBENTUKAN GARAM NATRIUM TOLUEN SULFONAT



PERTANYAAN :

1. Jelaskan perbedaan substitusi elektrofilik dan substitusi nukleofilik serta contoh reaksinya !
2. Jelaskan kapan suatu senyawa dikatakan pengarah orto, meta, dan para!
3. Sebutkan minimal 5 contoh senyawa pengarah orto, para dan meta!
4. Jelaskan pengaruh penambahan bahan dalam pembentukan garam natrium toluene sulfonat dalam percobaan ini, kaitkan dengan mekanisme reaksi!
5. Mengapa hasil reaksi substitusi elektrofilik tersebut di atas lebih banyak dalam bentuk para dibandingkan dengan bentuk orto dan meta?
6. Sebutkan pemanfaatan garam p-natriumtoluensulfonat dalam percobaan ini!
7. Mengapa dalam percobaan ini perlu dilakukan penetralkan hingga pH= 7?
8. Mengapa suhu refluks harus dipertahankan, apa yang mungkin akan terjadi jika suhu tidak sampai atau melebihi 75°C?

QUESTION:

1. Explain the difference substitution electrophilic and nucleophilic substitution reaction and examples!
2. Explain when a compound is said to be steering the ortho , meta , and the !
3. Name at least 5 examples of a targeting agent ortho , para and meta !
4. Describe the effect of adding the ingredients in the formation of sodium toluene sulfonate salt in this experiment , associated with the mechanism of the reaction !
5. Why did the electrophilic substitution reactions mentioned above more in shape of the para than the shape of the ortho and meta ?
6. Name the use of p- natriumtoluensulfonat salt in this experiment !
7. Why in these experiments need to be done neutralization to pH = 7 ?
8. Why reflux temperature should be maintained , what might happen if the temperature is not equal to or exceeding 75°C ?

JAWAB:

PERCOBAAN VI
PERBANDINGAN KECEPATAN HIDROLISIS AMILUM
ANTARA AKUADES, SALIVA, DAN HCl 0,1N
SECARA PEMANASAN MAUPUN TANPA PEMANASAN

THE COMPARISON OF AMYLUM HYDROLYSIS RATES
BETWEEN AQUADEST, SALIVA
AND HCL 0.1 N

Tujuan : Untuk mengetahui perbandingan kecepatan hidrolisis amilum antara akuades, saliva dengan HCl 0,1 N baik dengan pemanasan maupun tanpa pemanasan.

Objectives : To know rate of comparison of Amylum Hydrolisis between aquadest, saliva and HCl 0,1 N either heat nor without heat

BAHAN-BAHAN:

- Akuades
- HCl 0,1 N
- Saliva/ air ludah (kumur-kumur 3x dengan akuades)
- Pati (amilum kanji)
- Iodium

ALAT-ALAT:

- Tabung reaksi dan rak tabung
- Erlenmeyer
- Batang pengaduk
- Beaker glass
- Botol timbang

MATERIALS:

- Aquadest
- HCl 0.1 N
- Amylum
- Saliva
- Iodium

APPARATUS:

- Test tube and rack test tube
- Erlenmeyer
- Stirring rod
- Magnetic Bar
- Beaker glass
- Weighing bottle

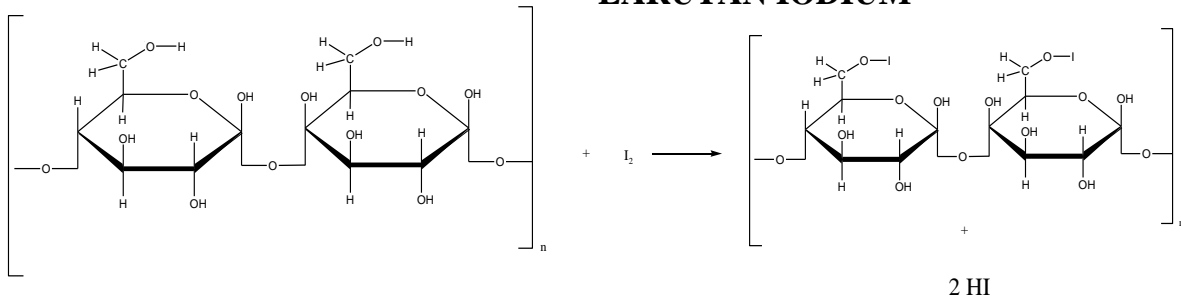
PROSEDUR:

- Disediakan 3 buah Erlenmeyer
- Diisi 100mL blanko air ke dalam Erlenmeyer I, Erlenmeyer II diisi dengan 100 mL HCl 0,1N , dan Erlenmeyer III diisi saliva (air kumur-kumur 3x hingga 100 mL).
- Dibuat larutan kanji sebanyak 100 mL (**LIHAT FARMAKOPE !**). *Hingga diperoleh larutan kanji yang bening.*
- Dibuat larutan Iodium sebanyak 100 mL (**LIHAT FARMAKOPE !**). **PELAJARI STABILITAS SIFAT LARUTAN IODIUM!**
- Disediakan 3 buah Erlenmeyer, Erlenmeyer berisi 10mL akuades, Erlenmeyer II berisi 10 mL HCl 0,1 N, Erlenmeyer III berisi 10 mL saliva.
- Ditambahkan masing-masing larutan sebanyak 10 mL larutan kanji
- Dipanaskan masing-masing larutan dalam pengas air
- Dipipet masing- masing larutan setiap 2 menit sekali ke dalam spot plate atau tabung reaksi lalu ke dalamnya ditambahkan **CUKUP 1 TETES** larutan Iodium agar perubahan warna terlihat jelas/ tidak pekat.
- Diamati perubahan warna yang terjadi samai perubahan warna tidak terjadi. Hal ini menandakan amilum sudah terpecah menjadi disakarida hingga monosakarida.
- **DIBUAT CARA YANG SAMA DENGAN PERLAKUAN TANPA PEMANASAN.** Untuk mempersingkat waktu bagi kelompok dan kerjakan secara bersamaan
- Disediakan 3 buah Erlenmeyer *dst.....*

PROCEDURES:

- All sample is weighed
- 6 Erlenmeyer is prepared
- 1.5 gr of Amylum is added in 300 ml of aquadest . the amyllum solution is placed on water bath while stirring until clear
- 3 gr of KI with 2 gr of I₂ is mixed in 100 ml of aquadest .the iodine solution is stirred until it becomes brick red color.
- By heating , Erlenmeyer I with 30 ml of aquadest, Erlenmeyer II with 30 ml of HCl an Erlenmeyer III with 30 ml of saliva. Then all the 3 erlenmeyer is added with 30 ml of Amylum
- By without heating , Erlenmeyer I with 30 ml of aquadest, Erlenmeyer II with 30 ml of HCl an Erlenmeyer III with 30 ml of saliva. Then all the 3 erlenmeyer is added with 30 ml of Amylum
- All the 2 erlenmeyer is then heated on water bath
- After that, the stopwatch is started
- Every 2 minutes , pipet each of the respective solution into the test tube and add 1 drop of iodine solution
- These step is repeated until there is no any color change when the iodine solution is added

MEKANISME REAKSI ANTARA AMILUM DENGAN LARUTAN IODIUM



PERTANYAAN:

1. Sebutkan perbedaan amilosa dan amilopektin minimal 5 beserta struktur masing- masing!
2. Sebutkan pembagian karbohidrat beserta contoh masing - masing!
3. Tuliskan cara pembuatan larutan kanji dan larutan iodium yang benar!
4. Berapa suhu optimum ketahanan enzim!
5. Tuliskan mekanisme reaksi hidrolisis amilum dengan HCl 0,1 N dan akuades!
6. Tuliskan manfaat bagi anda setelah melakukan percobaan ini !
7. Jelaskan hal yang menyebabkan dalam pemanasan kecepatan hidrolisis amilum dengan saliva lebih lama dibandingkan dengan HCl 0,1N serta alasan mengapa kecepatan saliva lebih cepat dibandingkan HCl 0,1 N dalam kondisi tanpa pemanasan?
8. Jelaskan hubungan peristiwa dalam percobaan ini dengan yang terjadi dalam tubuh kita!

QUESTION:

1. What is the difference amylose and amylopectin structure along with at least 5 each !
2. Name the distribution of carbohydrates along with examples of each - each !
3. Write down how to manufacture starch solution and iodine solution that 's right!
4. What is the optimum temperature resistance enzyme !
5. Write the reaction mechanism of starch hydrolysis with 0.1N HCl and distilled water !
6. Write down the benefits to you after doing this experiment !
7. Describe the things that cause the heating rate of starch hydrolysis by salivary longer than 0,1N HCl and the reasons why saliva speeds faster than 0.1N HCl in the absence of warming ?
8. Describe the relationship with the events in this trial is happening in our body !

JAWAB/ANSWER:

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

Lanjutan...

A series of horizontal dashed lines for writing.

PERCOBAAN VII

REAKSI CANIZARO DARI BENZALDEHIDE

CANIZARO REACTION FROM BENZALDEHIDE

Tujuan : Untuk melihat peristiwa terjadinya oksidasi dan reduksi pada benzaldehid. Hasil dapat dimanfaatkan sebagai pelarut (benzyl alkohol) dan sebagai antifungi (asam benzoat).

Objective : To see the mechanism of oxidation and reduction on benzaldehyde. The product can be used as a solvent (benzyl alcohol) and as an anti fungi (benzoic acid).

BAHAN-BAHAN:

- KOH
- Akuades
- Benzaldehid
- Dietil Eter
- HCl p

ALAT-ALAT:

- Labu Alas Bulat
- Pendingin Bola
- Corong Pisah
- Erlenmeyer
- Cawan Porselen
- Corong
- Oven
- Neraca Analitik
- Hot Plate
- Magnetic Bar

MATERIALS:

- KOH
- Aquadest
- Benzaldehyde
- Diethyl ether
- Conc. HCl

APPARATUS:

- Ball condensor
- Separating funnel
- Porcelen dish
- Erlenmeyer
- Funnel
- Oven
- Round bottom flask
- Analytic balance
- Hot Plate
- Magnetic bar

PROSEDUR:

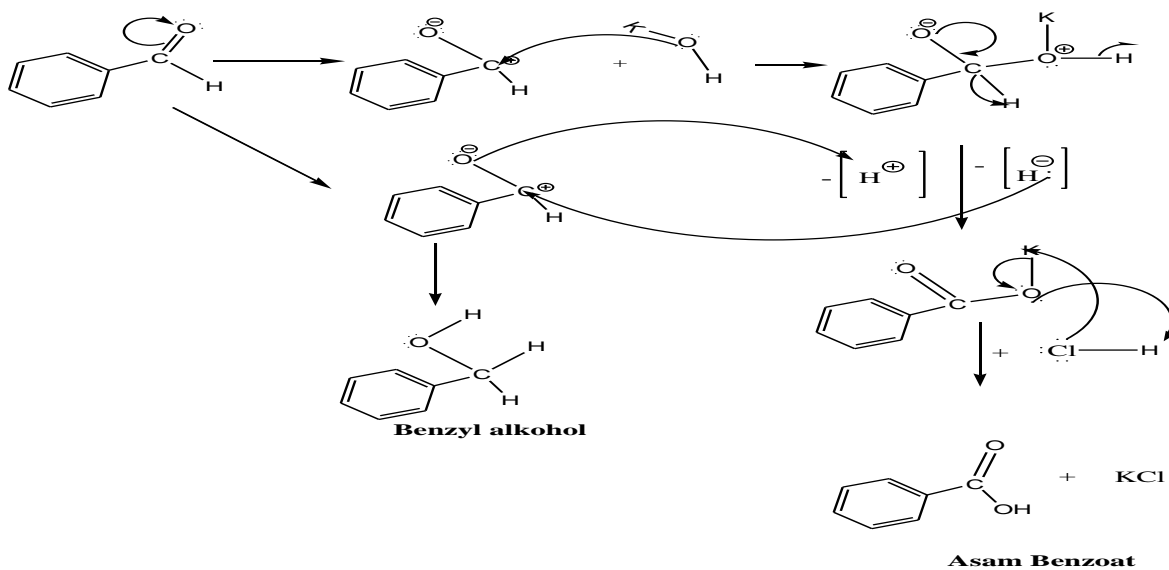
- Ditimbang 3 g KOH dalam botol timbang
- Dilarutkan KOH dengan 100 mL akuades di dalam labu alas bulat
- Dimasukkan magnetic bar dan diaduk dengan magnetic stirrer hingga KOH larut sempurna.
- Ditambahkan 2 mL benzaldehid perlahan-lahan.
- Dirangkai alat refluks, kemudian direfluks pada suhu 70-80°C selama 1 jam (**DIPERTAHANKAN SUHU REFLUKS!**).
- Didinginkan hasil refluks pada suhu kamar
- Dipindahkan larutan ke dalam corong pisah
- Ditambahkan 25 mL dietil eter dan diekstraksi, didiamkan hingga terbentuk dua lapisan.
- Dipisahkan lapisan air dan lapisan dietil eter.
- Ditambahkan sedikit demi sedikit HCl p ke dalam lapisan air hingga PH larutan ± 3 (**SETIAP PENAMBAHAN HCl cek pH dengan pH indikator**)
- Disaring endapan (asam benzoat) (**UNTUK MEMBANTU MEMPERCEPAT PEMBENTUKAN ENDAPAN DIAMKAN DI ICE BATH SAMBIL DIADUK PERLAHAN-LAHAN**).
- Dikeringkan Residu di oven pada suhu 60°C hingga kering dan bobot tetap.
- Dimasukkan ke dalam botol kaca/ vial.

- Didestilasi lapisan dietil eter
- Dimasukkan residu yang terdapat di dalam labu (benzyl alkohol) ke dalam vial.
- **DIBERI LABEL (NAMA ZAT, BOBOT/VOLUME, PARTNER/ GEL, PEMERIAN).**

PROCEDURES :

- 3 g of KOH is weighed
- KOH is diluted in 100 ml distilled water in round bottom flask
- 2 ml of benzaldehyde is added slowly
- Setup the reflux
- The mixture is then refluxed for 1 hour at the temperature of 70 C - 80 C
- The product is cooled down in room temperature
- Product is shifted into the separating funnel
- 25 ml of dietyl ether is added and extracted, and then wait until the layer is formed
- Water and dietyl ether layer is separated
- Conc. HCl is added gradually into the water layer until the PH of solution reaches more/less than 3 **(EACH ADDITION OF HCl, CHECK THE pH WITH pH INDICATOR)**
- The residue is shifted (benzoic acid) **(TO MAKE IT FAST, PUT IN THE ICE BATH)**
- Residue is dried in the oven on the temperature of 60 C until it is dried and the weight is same.
- Residue is added into vial
- Dietyl ether layer is distilled
- Residue on the flask is added into vial
- **Give the label (SUBSTANCE NAME, WEIGHT/VOLUME, PARTNER/GEL, CHARACTERISTIC)**

MEKANISME REAKSI CANIZARO BENZALDEHID



PERTANYAAN:

1. Jelaskan prinsip reaksi canizaro!
2. Tuliskan minimal 10 senyawa aldehyd dan tuliskan strukturnya !
3. Jelaskan guna penambahan bahan hingga dihasilkan asam benzoate dan benzyl alcohol dalam reaksi canizaro!
4. Tuliskan mekanisme reaksi canizaro secara umum!
5. Jelaskan perbedaan reaksi reduksi dan oksidasi ! tunjukkan antara H^{\oplus} dan H^{\ominus} yang merupakan hasil dari reduksi dan oksidasi berdasarkan reaksi di atas!
6. Tuliskan pemerian asam benzoat beserta kelarutannya dan analisis kualitatif untuk asam benzoate dan benzyl alcohol!
7. Mengapa dibuat larutan hingga pH= ±3 ? (**HUBUNGAN DENGAN MEKANISME REAKSI DI ATAS!**)
8. Tuliskan pemanfaatan asam benzoat dan benzyl alcohol !
9. Buatlah mekanisme reaksi canizaro dengan panduan reaksi di atas menggunakan senyawa aldehyd yang lain disamping benzaldehid, buat nama produknya beserta pemerian dan kelarutannya!
10. Bagaimana cara membuat HCl 5N sebanyak 500 mL? **BUAT PERHITUNGANNYA!**
11. Bagaimana cara membuat larutan KOH 5N sebanyak 250 ml ? **BUAT PERHITUNGAN!**

QUESTION:

1. Describe the reaction principle canizaro!
2. Write at least 10 aldehyde compound and write their structure!
3. Explain to the addition of acid produced ingredients until benzoate and benzyl alcohol in the reaction canizaro!
4. Write the reaction mechanism canizaro in general!
5. Explain the difference between reduction and oxidation reactions! show among which is the result of the reduction and oxidation based on the reaction of the above!
6. Write pemerian benzoic acid and its solubility and qualitative analysis for benzoate acid and benzyl alcohol!
7. Why made solution to pH = ± 3? (CONNECT WITH REACTION MECHANISM ON!)
8. Write down the use of benzoic acid and benzyl alcohol!
9. Make canizaro reaction mechanism with the guidance of the above reaction using aldehyde compound else besides benzaldehyde, created along with the product name and solubility pemerian!
10. How do I make as much as 500 mL of 5N HCl? CREATE its calculation!
11. How do I make a solution of 250 ml of 5N KOH? FOR CALCULATION!

JAWAB:

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Lanjutan...

A series of horizontal dashed lines for writing.

DAFTAR PUSTAKA

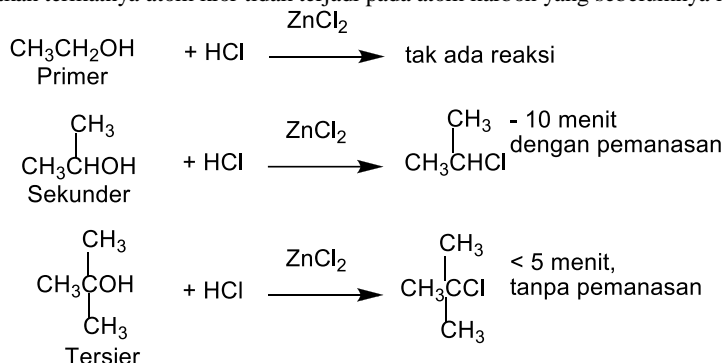
- Alicin., dan Carey. (2002). *Organic Chemistry*. Edisi III. New York: Mc. Graw-Hill.
- Crey, F. A. (2008). *Organic Chemistry*. Edisi VII. New York: Mc. Graw-Hill.
- Nimitz, J.S. (1991). *Experiments in Organic Chemistry : From Microscale to Microscale*
New Jersey: Prentice Hall, Englewood Cliffs.
- Rodig, O. R., Bell, Ch. E., dan Clark, A.K. (1990). *Organic Chemistry Laboratory, Standard
and Microscale to Microscale Experiment*. Saunders Collage Publishing
- Vogel, A. I. (1979). *A Text- Book of Practical Organic Chemistry, Including Qualitative
Organic Analysis*. Edisi III. ELBS and Longman Group Limited.
- Wilcox, C. F. J., dan Wilcox, M. F. (1995). *Experimental Organic Chemistry. A Small- Scale
Approach*. New Jersey: Prentice-Hall. Inc.

UJI KUALITATIF ALKOHOL, ALDEHID, KETON

A. ALKOHOL

1. Uji Lucas

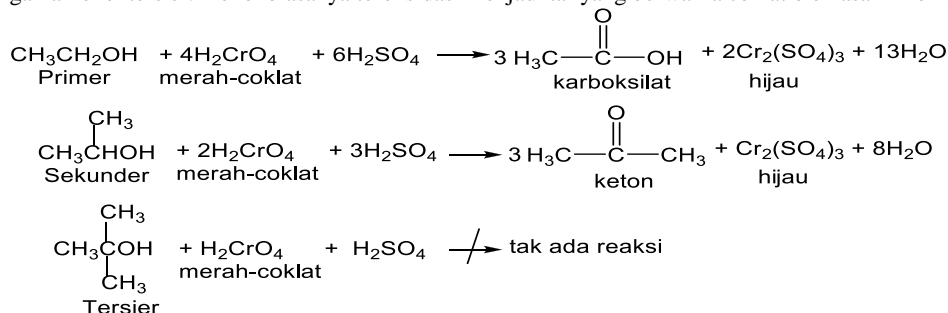
Uji ini dilakukan untuk membedakan alkohol-alkohol primer, sekunder dan tersier yang dapat larut dalam air. Reagen Lucas merupakan suatu campuran asam klorida pekat dengan seng klorida. Seng klorida adalah suatu asam Lewis, yang ketika ditambahkan ke dalam asam klorida akan membuat larutan menjadi lebih asam. Alkohol tersier yang larut dalam air akan bereaksi dengan reagen Lucas dengan cepat membentuk alkil klorida yang tak larut dalam larutan berair. Pembentukan fasa cair kedua yang terpisah dari larutan semula di dalam tabung reaksi dengan segera setelah alkohol bereaksi merupakan indikasi keberadaan alkohol tersier. Alkohol sekunder bereaksi lambat, dan setelah sedikit pemanasan akan terbentuk fasa cair lapisan kedua, biasanya sekitar 10 menit. Alkohol primer dan metanol tidak bereaksi pada kondisi ini. Pada alkohol tersier, atom klor biasanya terikat pada atom karbon yang sebelumnya mengikat gugus -OH. Pada alkohol sekunder, seringkali atom klor ini terikat pada atom karbon yang mengikat gugus hidroksi, namun penantaaan ulang dapat saja terjadi yang mengakibatkan terikatnya atom klor tidak terjadi pada atom karbon yang sebelumnya mengikat -OH.



Masukkan 5 tetes tiap sampel ke dalam masing-masing tabung sesuai label. Tambahkan 1 mL reagen Lucas. Tutup tabung reaksi dengan gabus atau aluminium *foil* dan goyangkan dengan kuat untuk mengaduk campuran. Setelah benar-benar tercampur, buka tutup tabung dan biarkan tabung beberapa saat (sekitar 5 menit). Amati apakah terlihat kekeruhan atau lapisan kedua pada larutan. Apabila terdapat tabung yang larutannya masih bening, masukkan tabung tersebut ke dalam penangas air bersuhu 60 °C selama 15 menit, kemudian amati apakah terdapat kekeruhan atau tidak. Catat hasil pengamatan Anda.

2. Uji Asam Kromat (Uji Bordwell-Wellman)

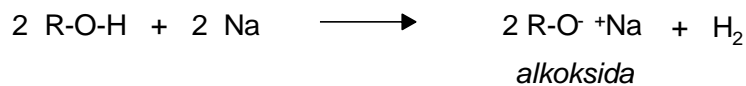
Alkohol primer dapat teroksidasi menjadi asam karboksilat dengan adanya asam kromat. Bilangan oksidasi Cr⁺⁶ pada asam kromat, yang berwarna merah kecoklatan, tereduksi menjadi Cr⁺³, yang berwarna hijau. Alkohol sekunder teroksidasi menjadi keton oleh asam kromat. Alkohol tersier tidak dapat teroksidasi oleh asam kromat. Oleh karena itu reaksi ini di satu sisi tidak dapat membedakan alkohol primer dan sekunder, dan di sisi lain membedakan alkohol primer dan sekunder dengan alkohol tersier. Fenol biasanya teroksidasi menjadi tar yang berwarna coklat oleh asam kromat.



Masukkan 5 tetes sampel ke dalam tabung reaksi masing-masing, lalu ke dalamnya ditambahkan 10 tetes aseton dan 2 tetes asam kromat. Tutup tabung reaksi, lalu aduk. Buka tutup tabung dan simpan tabung di dalam penangas air bersuhu 60 °C selama 5 menit. Amati perubahan warna yang terjadi dan catatlah hasilnya.

3. Uji dengan Natrium dan Larutan NaOH

Atom hidrogen dari gugus hidroksil dalam alkohol dan fenol dapat disingkirkan oleh natrium. Fenol lebih asam daripada alkohol dan dapat diubah menjadi garam natrium bila direaksikan dengan larutan NaOH, dan garam ini biasanya larut dalam air. Berikut adalah reaksi alkohol dengan natrium: Alkoksida yang dihasilkan adalah basa kuat, yang berguna sebagai katalis dalam reaksi-reaksi organik.



Reaksi dengan natrium

Tempatkan 2 mL dari masing-masing senyawa berikut dalam tabung reaksi: etanol, 1-propanol, 2-propanol, dan fenol (bila fenol berbentuk kristal, panaskan sedikit supaya melebur). Tambahkan sepotong kecil logam Na ke dalam tiap-tiap tabung reaksi di atas. Catat hasilnya. Ke dalam larutan yang diperoleh, tambahkan beberapa tetes fenolftalein, catat hasilnya. (*hati-hati, natrium sangat reaktif, reaksi dengan air bisa menimbulkan ledakan!!! Buang bekas hasil reaksi ke dalam wadah yang berlabel "Sisa Natrium"!*).

Reaksi dengan alkali

Ke dalam empat tabung reaksi masukkan masing-masing 0,5 mL senyawa : *n*-butanol, sikloheksanol, fenol dan 2-naftol. Tambahkan 5 mL larutan NaOH 10% ke dalam tiap-tiap tabung reaksi, aduk dan amati hasilnya!

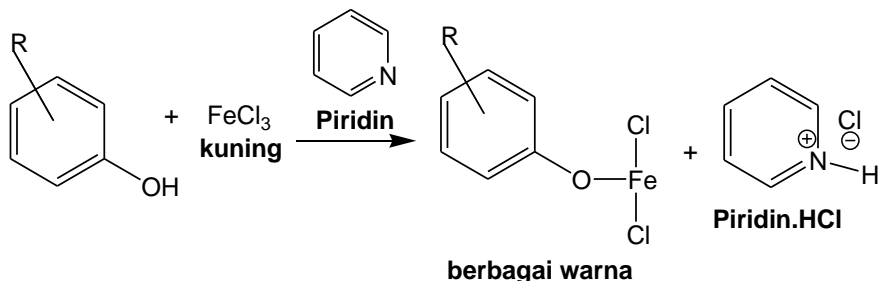
4. Keasaman Fenol

Sebagian besar fenol bersifat asam yang lebih lemah daripada asam karboksilat dan asam yang lebih kuat daripada alkohol. Ketika fenol bereaksi dengan suatu basa, fenol akan diubah menjadi anion *fenoksida*, sehingga fenol akan terlarut dalam larutan basa (sebagai garam fenoksida). Larutan natrium hidroksida dan natrium karbonat merupakan basa yang cukup kuat untuk dapat melarutkan hampir semua fenol yang tak larut dalam air, tetapi larutan natrium bikarbonat tidak dapat. Tidak satu pun di antara basa-basa tersebut yang cukup kuat untuk mengubah sejumlah tertentu alkohol menjadi ion *alkoksida* (yang akan dapat melarutkan alkohol yang tak larut air dalam bentuk anion alkoksida). Urutan kebasaan dari basa-basa yang terdapat dalam persamaan reaksi di atas, mulai dari yang paling kuat ke yang kurang kuat: natrium hidroksida, NaOH > natrium karbonat, Na₂CO₃ > natrium bikarbonat, NaHCO₃.

Masukkan 5 tetes sampel ke dalam tabung reaksi, lalu tambahkan masing-masing 5 tetes aqua dm. Gunakan batang pengaduk kaca untuk mengaduk sampel kemudian sentuhkan ujung batang pengaduk pada kertas pH. Setelah 15 detik, bandingkan warna kertas pH dengan kertas skala pH. Catat pH tiap sampel.

5. Uji Besi(III) Klorida

Penambahan besi(III) klorida yang terlarut dalam kloroform (triklorometana) ke dalam suatu larutan fenol dalam kloroform, menghasilkan suatu larutan berwarna ketika ditambahkan piridin. Berdasarkan struktur fenol, warna produk yang dihasilkan dapat bervariasi mulai dari merah sampai ungu. Alkohol tidak menghasilkan warna apapun terhadap uji ini.



Masukkan 10 tetes tiap sampel ke dalam tabung reaksi berlabel, lalu tambahkan 10 tetes kloroform ke dalam tiap tabung. Tambahkan pula 5 tetes larutan besi(III) klorida dalam kloroform ke dalam tabung reaksi. Tambahkan 2 tetes piridin ke dalam tiap tabung. Aduk tabung reaksi, amati dan catat yang terjadi.

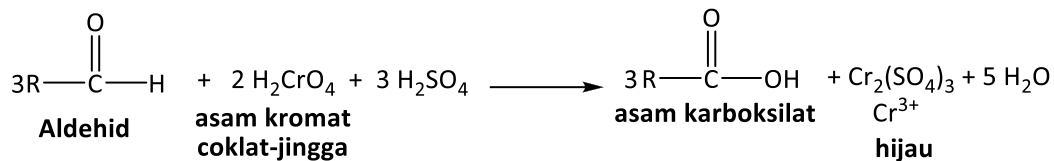
6. Reaksi fenol dengan air brom

Ke dalam larutan 0,1 g fenol dalam 3 mL air, tambahkan air brom tetes demi tetes sambil digoncangkan sampai warna kuning tidak berubah lagi. Amati hasilnya!

A. ALDEHID dan KETON

1. Uji Asam Kromat

Tambahkan 4 tetes larutan asam kromat, goyangkan tabung, lalu biarkan selama 10 menit. Perhatikan terjadi tidaknya perubahan warna dan catat berapa lama perubahan itu terjadi.



Aldehid dapat dioksidasi oleh asam kromat, sedangkan keton tidak. Ketika aldehid teroksidasi, akan terjadi perubahan warna dari coklat kemerahan menjadi hijau, karena kromat tereduksi menjadi Cr⁺³. Inilah yang membedakan aldehid dari keton.

2. Uji Tollens

Gugus fungsi lain, seperti alkohol primer dan sekunder juga dapat teroksidasi oleh asam kromat. Aldehid juga dapat teroksidasi oleh reagen Tollens, suatu zat yang mengandung ion Ag⁺. Ion perak(I) akan tereduksi menjadi logam perak. Ion logam adalah pengoksidasi yang lemah; aldehid sangat mudah teroksidasi dan hasilnya akan terbentuk logam perak hasil reduksi dari ion Ag⁺.

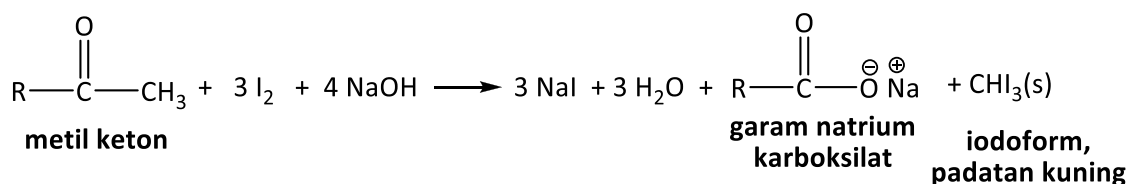
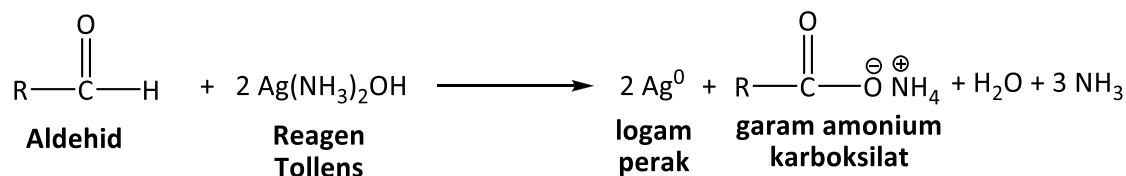
Dibuat oleh Analis: Siapkan reagen Tollens di dalam labu Erlenmeyer 25 mL dengan mencampurkan 5 mL larutan perak nitrat 9% dalam 5 mL larutan NaOH 10%. Terhadap campuran reaksi, tambahkan larutan amoniak 10% tetes demi tetes sambil digoyang, sampai terbentuk endapan coklat dari perak oksida mulai melarut; *jangan menambahkan amoniak berlebih!*

Dilakukan oleh praktikan: Larutkan 5 tetes senyawa aldehid dan keton yang telah ada di dalam tabung reaksi dengan *bis*(2-etoksietil)eter atau pelarut eter lainnya secara tetes demi tetes. Lalu tambahkan 2 mL reagen Tollens, kemudian tabung digoyang/diaduk. Tempatkan tabung reaksi di dalam penangas air 60 °C selama 5 menit. Uji positif bagi aldehid adalah terbentuknya cermin perak pada tabung reaksi (jika tabung reaksi bersih); jika tabung reaksinya kotor, akan terbentuk endapan hitam. Catat pengamatan Anda! Cuci tabung reaksi segera dengan asam nitrat 1 M, lalu bilas dengan air yang banyak.



3. Uji Iodoform

Senyawa metil keton, tetapi bukan keton yang lain, akan teroksidasi oleh iod di dalam larutan natrium hidroksida. Metil keton akan teroksidasi menjadi asam karboksilat; juga akan terbentuk iodoform yang berwarna kuning, yang menjadi indikasi uji yang positif. Asetaldehid, tetapi bukan aldehid yang lain, akan memberikan hasil positif juga terhadap uji ini, karena memiliki kemiripan dalam struktur dengan metil keton. Di samping itu, etanol (teroksidasi menjadi asetaldehid) dan alkohol sekunder yang dapat teroksidasi menjadi metil keton dapat juga memberikan hasil positif terhadap uji ini.



Ke dalam tiap tabung reaksi yang mengandung sampel yang akan diuji, tambahkan 2 mL air, lalu goyang tabung reaksinya. Jika senyawanya tak larut, tambahkan dioksan tetes demi tetes sambil diaduk sampai campuran homogen. Tambahkan 2 mL larutan NaOH 6 M. Aduk. Kemudian tempatkan tabung reaksi di

dalam penangas air 60 °C selama 3 atau 4 menit, dan sambil tabung reaksi masih di dalam penangas air, tambahkanlah larutan I₂/KI tetes demi tetes sambil digoyang/diaduk (untuk hal ini, keluarkan sebentar tabung reaksi, lalu masukkan kembali ke dalam penangas), sampai warna coklatnya bertahan selama 2 menit di dalam tabung. Tambahkan larutan NaOH 6 M tetes demi tetes sambil digoyang, sampai warna coklat menghilang. Tetap simpan tabung reaksi dalam penangas air selama 5 menit. Lalu keluarkan tabung reaksi dari penangas dan amati isinya, apakah terdapat endapan kuning dari iodoform, yang menunjukkan keberadaan asetaldehid atau suatu metil keton. Catat hasilnya.

4. Uji 2,4- Dinitrofenilhidrazin

Tambahkan 20 tetes 2,4-dinitrofenilhidrazin ke dalam setiap tabung reaksi yang mengandung sampel yang diuji. Jika endapan tidak segera muncul, panaskan selama 5 menit di dalam penangas air 60 °C. Catat hasil pengamatan Anda.

Perhatian!!

Asam kromat sangat korosif! Jika Anda terkena zat ini, segera bilas anggota tubuh Anda yang terkontaminasi oleh air yang banyak! Segera cuci tabung reaksi Anda dengan air yang banyak setelah selesai melakukan uji Tollens, jangan dibiarkan begitu saja dalam waktu lama karena dapat menimbulkan ledakan/letupan!

Jika memungkinkan ujilah hasil anda dengan memperhatikan golongan senyawa anda dan jika memungkinkan adanya pereaksi yang dibutuhkan di laboratorium.