



PROGRAM STUDI FARMASI  
FAKULTAS FARMASI DAN SAINS  
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH PROF. DR. HAMKA  
JAKARTA

# **MODUL PRAKTIKUM KIMIA ORGANIK II**

PENYUSUN:

ALMAWATI SITUMORANG, M.FARM., APT.

DRA. FATIMAH NISMA, M.SI.

HARIYANTI, M.SI., APT.

DR. SUPANDI, M.SI., APT.

**2019**



## **PENGESAHAN**

### **MODUL PRAKTIKUM KIMIA ORGANIK II**

PENYUSUN:

ALMAWATI SITUMORANG, M.FARM., APT.

DRA. FATIMAH NISMA, M.SI.

HARIYANTI, M.SI., APT.

DR. SUPANDI, M.SI., APT.

JAKARTA, 25 NOVEMBER 2019

KETUA PROGRAM STUDI FARMASI

KORI YATI, M.FARM., APT.

## **KATA PENGANTAR**

Puji syukur kita panjatkan kehadirat Allah SWT, atas berkah, rahmat dan hidayah-Nya. Penuntun praktikum ini dipergunakan pada praktikum Kimia Organik II bagi mahasiswa Farmasi, Fakultas Farmasi dan Sains, Universitas Muhammadiyah Prof. DR. HAMKA, Jakarta.

Dalam pelaksanaan praktikum Kimia Organik II, mahasiswa diwajibkan mengisi lembar kerja hasil praktikum yang telah disediakan serta membuat laporan kelompok dan perorangan. Diharapkan pula mahasiswa membaca beberapa literatur lain yang berkaitan dengan materi praktikum.

Kami sadari bahwa penuntun praktikum ini masih terdapat banyak kekurangan, walaupun demikian kami mengharapkan penuntun ini dapat memberikan sumbangan bagi semua pihak.

Jakarta, September 2019

Penulis

## DAFTAR ISI

<b><u>KATA PENGANTAR</u></b>	<b>3</b>
<b><u>DAFTAR ISI</u></b>	<b>4</b>
<b><u>TATA TERTIB PRAKTIKUM</u></b>	<b>7</b>
<b><u>DESKRIPSI MATA KULIAH PRAKTIKUM</u></b>	<b>10</b>
<b><u>PETUNJUK PENGGUNAAN MODUL PRAKTIKUM</u></b>	<b>11</b>
<b><u>PRAKTIKUM 1: PENDAHULUAN</u></b>	<b>12</b>
1. KOMPETENSI DASAR	12
2. INDIKATOR CAPAIAN	12
3. TUJUAN PRAKTIKUM	12
4. URAIAN TEORI	12
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	15
6. EVALUASI	15
7. SOAL LATIHAN	16
8. DAFTAR PUSTAKA	16
<b><u>PRAKTIKUM 2: METODE PEMISAHAN</u></b>	<b>17</b>
1. KOMPETENSI DASAR	17
2. INDIKATOR CAPAIAN	17
3. TUJUAN PRAKTIKUM	17
4. URAIAN TEORI	17
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	31
6. EVALUASI	31
7. SOAL LATIHAN	31
8. DAFTAR PUSTAKA	31
<b><u>PRAKTIKUM 3: IODOFORM</u></b>	<b>32</b>
1. KOMPETENSI DASAR	32
2. INDIKATOR CAPAIAN	32
3. TUJUAN PRAKTIKUM	32
4. URAIAN TEORI	32
5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM	34
6. EVALUASI	36

<b>7. SOAL LATIHAN</b>	<b>43</b>
<b>8. DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>43</b>
<b><u>PRAKTIKUM 4: JINGGA II</u></b>	<b><u>44</u></b>
<b>1. KOMPETENSI DASAR</b>	<b>44</b>
<b>2. INDIKATOR CAPAIAN</b>	<b>44</b>
<b>3. TUJUAN PRAKTIKUM</b>	<b>44</b>
<b>4. URAIAN TEORI</b>	<b>44</b>
<b>5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM</b>	<b>45</b>
<b>6. EVALUASI</b>	<b>48</b>
<b>7. SOAL LATIHAN</b>	<b>55</b>
<b>8. DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>55</b>
<b><u>PRAKTIKUM 5: ASPIRIN</u></b>	<b><u>56</u></b>
<b>1. KOMPETENSI DASAR</b>	<b>56</b>
<b>2. INDIKATOR CAPAIAN</b>	<b>56</b>
<b>3. TUJUAN PRAKTIKUM</b>	<b>56</b>
<b>4. URAIAN TEORI</b>	<b>56</b>
<b>5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM</b>	<b>58</b>
<b>6. EVALUASI</b>	<b>60</b>
<b>7. SOAL LATIHAN</b>	<b>67</b>
<b>8. DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>67</b>
<b><u>PRAKTIKUM 6: METIL SALISILAT</u></b>	<b><u>68</u></b>
<b>1. KOMPETENSI DASAR</b>	<b>68</b>
<b>2. INDIKATOR CAPAIAN</b>	<b>68</b>
<b>3. TUJUAN PRAKTIKUM</b>	<b>68</b>
<b>4. URAIAN TEORI</b>	<b>68</b>
<b>5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM</b>	<b>69</b>
<b>6. EVALUASI</b>	<b>70</b>
<b>7. SOAL LATIHAN</b>	<b>78</b>
<b>8. DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>78</b>
<b><u>PRAKTIKUM 7: PARASETAMOL</u></b>	<b><u>79</u></b>
<b>1. KOMPETENSI DASAR</b>	<b>79</b>
<b>2. INDIKATOR CAPAIAN</b>	<b>79</b>

<b>3. TUJUAN PRAKTIKUM</b>	<b>79</b>
<b>4. URAIAN TEORI</b>	<b>79</b>
<b>5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM</b>	<b>81</b>
<b>6. EVALUASI</b>	<b>83</b>
<b>7. SOAL LATIHAN</b>	<b>90</b>
<b>8. DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>90</b>
<b><u>PRAKTIKUM 8: ISOLASI COFEIN DARI TEH</u></b>	<b><u>91</u></b>
<b>1. KOMPETENSI DASAR</b>	<b>91</b>
<b>2. INDIKATOR CAPAIAN</b>	<b>91</b>
<b>3. TUJUAN PRAKTIKUM</b>	<b>91</b>
<b>4. URAIAN TEORI</b>	<b>91</b>
<b>5. PELAKSANAAN PRAKTIKUM</b>	<b>92</b>
<b>6. EVALUASI</b>	<b>94</b>
<b>7. SOAL LATIHAN</b>	<b>101</b>
<b>8. DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>101</b>

## TATA TERTIB PRAKTIKUM

Mahasiswa yang diperkenankan melakukan praktikum adalah mereka yang terdaftar secara akademik, yang selanjutnya disebut sebagai **Praktikan**.

1. Praktikan wajib hadir 10 menit sebelum praktikum dimulai, keterlambatan lebih dari 10 menit sejak praktikum dimulai, praktikan dianggap tidak hadir.
2. Jika berhalangan hadir, praktikan harus dapat memberikan keterangan tertulis kepada dosen pengampu praktikum terkait dengan alasan ketidakhadirannya.
3. Praktikan seperti no. 2 di atas, jika akan mengganti praktikum pada hari lain, wajib meminta rekomendasi tertulis terlebih dahulu dari koordinator pengampu praktikum.
4. Gunakan sepatu tertutup yang layak untuk keamanan bekerja di laboratorium. Sepatu terbuka, sandal atau sepatu hak tinggi **TIDAK BOLEH** digunakan di laboratorium.
5. Praktikan memasuki ruang laboratorium dengan telah mengenakan jas praktikum.
6. Rambut yang panjang harus selalu diikat dan dimasukkan ke dalam jas lab untuk menghindari kontak dengan zat-zat berbahaya, mesin yang bergerak dan nyala api.
7. Praktikan wajib membawa: laporan, lembar kerja praktikum, masker, dan alat-alat yang dibutuhkan pada saat praktikum.
8. Sewaktu-waktu Dosen dapat mengadakan *Pre Test* atau *Post Test*, untuk materi-materi yang akan atau yang telah dikerjakan.
9. Praktikan tidak diperbolehkan makan, minum, dan atau merokok di dalam laboratorium selama praktikum berlangsung
10. Praktikan tidak diperbolehkan bersenda gurau yang mengakibatkan terganggunya kelancaran praktikum

Sanksi terhadap pelanggaran tata tertib no.8 dan 9 di atas adalah dikeluarkan dari laboratorium atau tidak diperkenankan melanjutkan praktikum.

11. Praktikkan bertanggung jawab atas peralatan yang dipinjamnya, kebersihan meja masing-masing, serta lantai disekitarnya.
12. Setelah menggunakan *reagen*, praktikkan wajib meletakkan kembali pada tempat semula.
13. Pilihlah tempat yang tepat untuk melakukan percobaan. Percobaan yang melibatkan zat-zat berbahaya dan beracun harus dilakukan di dalam lemari asam.
14. **JANGAN MEMBUANG** zat-zat kimia ke wasbak!
15. 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 ( $H_2SO_4$  pekat), **HINDARI MEMBILAS DENGAN AIR!!!**
16. Jika Anda terluka atau mengalami kecelakaan di laboratorium, beritahu segera dosen atau asisten praktikum. Segera hubungi pihak medis jika lukanya cukup serius
17. Cek semua peralatan sebelum digunakan. Apabila terdapat kerusakan, segera laporkan kepada petugas laboratorium untuk segera diganti/diperbaiki
18. **JANGAN PERNAH** melakukan pekerjaan, penyiapan sampel atau percobaan **TANPA ADANYA PENGAWASAN** supervisor laboratorium (dosen atau asisten praktikum,).
19. Jika akan meninggalkan ruang laboratorium, praktikkan wajib meminta izin kepada dosen
20. **JANGAN** meninggalkan suatu percobaan tanpa pengawasan, terutama percobaan yang menggunakan bahan-bahan yang mudah meledak atau mudah terbakar.
21. Praktikkan melakukan analisis sesuai bagiannya masing-masing, mencatat hasilnya pada lembar kerja praktikum, serta memintakan "ACC" pada dosen
22. Lakukan selalu pengecekan terhadap hal-hal yang menunjang keselamatan kerja setiap kali selesai percobaan. **PASTIKAN** semua keran gas, keran air, saluran listrik, saluran telah dimatikan

23. Perhiasan, *Hand Phone* dan barang berharga lain merupakan tanggung jawab masing-masing praktikan.
24. Mahasiswa tidak diperkenankan menggunakan/bermain *Hand Phone* pada saat jam praktikum sedang berlangsung.
25. **KENALI** lokasi-lokasi dan cara pengoperasian fasilitas keselamatan kerja dan keadaan darurat, seperti pemadam kebakaran, kotak P3K, alarm kebakaran, pintu darurat, dan sebagainya.
26. Selalu cuci tangan dan lengan Anda sebelum meninggalkan laboratorium.

## **DESKRIPSI MATA KULIAH PRAKTIKUM**

Praktikum Kimia Organik II merupakan mata kuliah wajib untuk mahasiswa program studi Farmasi di Fakultas Farmasi dan Sains UHAMKA. Perkuliahan praktikum ini bertujuan untuk memberikan pemahaman tentang dasar-dasar sintesis senyawa obat, senyawa organik serta isolasi obat dari bahan alam. Hasil sintesis yang diperoleh dianalisis secara kualitatif dengan instrumentasi modern maupun konvensional. Lingkup perkuliahan meliputi teknik-teknik pemisahan, sintesis organik, analisis kualitatif dan kuantitatif secara kualitatif, kromatografi maupun secara spektrofotometri UV-Vis

Perkuliahan Praktikum ini disajikan dalam bentuk Praktek, ceramah, diskusi. Hasil perkuliahan ini akan diukur melalui pre test, post test, hasil sintesis, hasil analisis kualitatif dan kuantitatif senyawa, ujian tengah semester, ujian akhir semester, tugas-tugas, laporan dan partisipasi dalam diskusi.

## **PETUNJUK PENGGUNAAN MODUL PRAKTIKUM**

Untuk memperoleh hasil praktikum dan belajar yang maksimal dalam menggunakan modul ini, maka langkah-langkah yang perlu dilaksanakan antara lain:

1. Bacalah dan pahami secara seksama uraian materi yang ada pada masing-masing kegiatan praktikum
2. Kerjakan tugas formatif (soal latihan) untuk mengetahui seberapa pemahaman saudara terhadap materi yang akan dikerjakan
3. Untuk kegiatan praktikum, perhatikan hal-hal berikut:
  - a. Perhatikan petunjuk keselamatan
  - b. Pahami setiap langkah praktikum
  - c. Sebelum melaksanakan praktikum, identifikasi alat –alat dan bahan yang akan dipergunakan dengan cermat
  - d. Gunakan alat sesuai dengan instruksi kerja alat/prosedur kerja alat dengan benar
  - e. Untuk kegiatan praktikum yang belum dipahami dengan jelas, minta izin dosen, asisten atau laboran terlebih dahulu
  - f. Setelah selesai praktikum, kembalikan alat dan bahan ke tempat semula.
4. Jika belum memahami materi yang akan dikerjakan bertanyalah kepada dosen pengampu praktikum

# PRAKTIKUM 1: PENDAHULUAN

## 1. Kompetensi Dasar

- a. Mampu memahami pengertian kimia sintesis obat, proses sintesis obat
- b. Mampu memahami metode-metode dalam sintesis
- c. Mampu memahami manfaat dari metode sintesis

## 2. Indikator Capaian

Mahasiswa mampu memahami tentang memahami pengertian kimia sintesis obat, proses sintesis obat, metode-metode dalam sintesis serta manfaat dari metode sintesis

## 3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

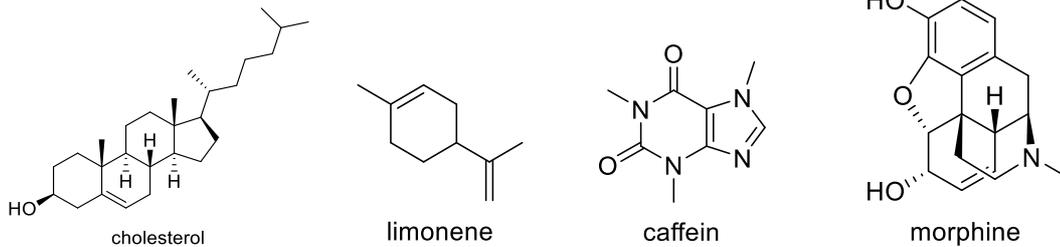
- a. Mampu memahami pengertian kimia sintesis obat, proses sintesis obat
- b. Mampu memahami metode-metode dalam sintesis
- c. Mampu memahami manfaat dari metode sintesis

## 4. Uraian Teori

Kata organik merupakan istilah yang digunakan pada awal perkembangan ilmu kimia (abad-18) yang ditandai oleh adanya pengelompokan senyawa-senyawa kimia menjadi 2 golongan besar, yaitu **senyawa organik** dan **senyawa anorganik**. Sintesis organik merupakan reaksi dari pembentukan senyawa organik, baik metabolit primer (fungsinya jelas) maupun metabolit sekunder (yang fungsinya belum jelas) melalui proses semi sintetik. Sintesa senyawa organik jauh lebih mudah dilakukan daripada sintesa senyawa anorganik.

Sintesis organik adalah pembangun dari senyawa organik kompleks dengan bahan awal senyawa sederhana oleh serangkaian reaksi kimia. Di laboratorium banyak ditemukan senyawa-senyawa organik yang kemudian hari dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari. Senyawa yang disintesis (hasil sintesis) di alam disebut produk alami. Alam menyediakan sejumlah besar senyawa organik dan kebanyakan memiliki sifat kimia dan farmasi yang menarik. Contoh produk alami termasuk:

- kolesterol, senyawa steroid yang ditemukan di sebagian besar jaringan tubuh,
- limonene, senyawa terpene yang ditemukan dalam minyak lemon dan jeruk,
- kafein, senyawa purin ditemukan dalam daun teh dan biji kopi,
- morfin, senyawa alkaloid ditemukan dalam opium



Dalam ilmu kimia, sintesis kimia/sintesa organik adalah kegiatan melakukan reaksi kimia untuk memperoleh suatu produk kimia, ataupun beberapa produk. Hal ini terjadi berdasarkan peristiwa fisik dan kimia yang melibatkan satu reaksi atau lebih. Sintesis kimia/sintesa organik adalah suatu proses yang dapat direproduksi selama kondisi yang diperlukan terpenuhi. Kimia memiliki banyak aspek, tetapi ada tiga daerah umum: studi struktur material, studi reaksi material, dan sintesis material.

Dahulunya sintesis dianggap lebih dan atau tidak terlalu teoritis empiris bila dibandingkan dengan studi struktur dan reaksi. Namun, dengan berkembangnya struktur dan reaksi, sintesis juga perlahan menjadi lebih berlandaskan teori dan tersistematisasi. Dalam kimia terdapat beberapa jenis sintesis yaitu: sintesis anorganik, sintesis organik dan sintesis asimetrik. Pada sintesis organik, reaksi yang digunakan dapat digolongkan menjadi dua golongan, yaitu: pembentukan ikatan karbon-karbon dan perubahan gugus fungsi

Bagi bidang sintesis organik pembentukan ikatan C-C dan perubahan gugus fungsi seperti roda kendaraan. Tidak pantas menanyakan mana yang lebih penting. Berbagai reaksi pembentukan ikatan C-C telah dilaporkan. Berdasarkan gaya dorong reaksinya, reaksi ini dapat digolongkan atas tiga jenis, kondensasi aldol, reaksi Grignard dan reaksi Diels-Alder. Pada sintesa organik melibatkan banyak reaksi-reaksi kimia, antara lain: halogenasi, Nitiasi, Sulfonasi, diazotasi,

reaksi Friedel-Crafts yang meliputi reaksi alkilasi dan reaksi asilasi, Reaksi Substitusi Nukleofilik terhadap senyawa aromatik.

Ahli kimia organik sering melakukan sintesis senyawa dalam laboratorium. Sintesis itu dapat dilakukan secara sederhana dan langsung atau dapat dengan cara yang sangat rumit. Sintesis sederhana dan langsung misalnya pembuatan alkohol sederhana, sedangkan sintesis yang sangat rumit misalnya sintesis molekul biologi yang kompleks (Fessenden & Fessenden, 1994).

Sintesis organik dimulai dengan pemilihan senyawa kimia yang biasa dikenal dengan sebutan **reagen** atau **reaktan**. Proses ini membutuhkan pengadukan dan dilakukan di suatu wadah reaksi seperti reaktor kimia atau sebuah labu reaksi sederhana. Beberapa reaksi membutuhkan prosedur tertentu sebelum menghasilkan produk yang diinginkan. Jumlah produk yang dihasilkan dalam suatu sintesis kimia dikenal dengan istilah **perolehan reaksi** (dalam bahasa Inggris dikenal dengan istilah *yield*). Umumnya, perolehan reaksi dinyatakan sebagai berat dalam satuan gram atau sebagai persentase dari jumlah produk yang secara teoritis dapat dihasilkan.

Dibandingkan dengan sintesis senyawa anorganik, sintesis senyawa organik jauh lebih sukar. Kelahiran kimia organik dinisbahkan pada sintesis urea  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  (suatu senyawa organik umum) dengan memanaskan amonium sianat (senyawa anorganik), pertama dilakukan oleh kimiawan Friedrich Wöhler (1800-1882). Hanya akhir-akhir ini saja desain dan sintesis senyawa yang diinginkan mungkin dilakukan.

Hasil-hasil penyelidikan pada waktu itu menyimpulkan bahwa ada perbedaan yang nyata antara senyawa organik dan anorganik, yaitu bahwa senyawa organik lebih rumit strukturnya dan mempunyai sifat yang lebih mudah terbakar daripada senyawa anorganik. Oleh seorang ilmuwan Swedia yang bernama Berzelius (tahun 1815) dinyatakan bahwa pembentukan senyawa organik mengikuti hukum-hukum kimia yang berbeda dengan yang berlaku dalam pembentukan senyawa anorganik. Hal inilah yang melahirkan anggapan bahwa

senyawa organik hanya dapat terjadi bila ada pengaruh dari **daya yang dimiliki oleh makhluk hidup (teori vis vitalis)**. Dengan dasar anggapan semacam itu maka timbul pandangan bahwa senyawa organik tidak dapat dibuat melalui eksperimen di laboratorium.

Dengan memperhatikan uraian di atas akhirnya dapat dikemukakan dua hal penting, yaitu:

- a. Cabang dari ilmu kimia yang secara khusus mempelajari hal-hal yang berkaitan dengan senyawa organik dinamakan kimia organik,
- b. Pengertian senyawa organik pada waktu sekarang berbeda dengan pengertian semula, dalam arti bahwa senyawa organik bukan hanya senyawa yang dihasilkan oleh makhluk hidup.

Dalam suatu sintesa kimia, terdapat kemungkinan adanya **reaksi samping** yang menghasilkan produk yang tidak diinginkan. Reaksi samping menyebabkan turunnya perolehan produk yang diinginkan. Bila menginginkan produk dengan kemurnian yang tinggi, tahap pemurnian perlu dilakukan dengan melakukan **proses pemisahan**.

Namun, tiga tantangan yang harus dipenuhi dalam merancang sebuah sintesis untuk senyawa tertentu:

- a. kerangka atom karbon atau kerangka yang ditemukan di kompleks yang diinginkan harus dirakit (disusun);
- b. gugus fungsional yang menjadi ciri senyawa yang diinginkan harus diperkenalkan atau dirubah (diformasikan) dari gugus lain pada posisi yang tepat, dan
- c. jika pusat stereogenik muncul, mereka harus diperbaiki dengan cara yang tepat.

## **5. Pelaksanaan Praktikum**

Ceramah dan diskusi

## **6. Evaluasi**

Pre test dan Post test

## 7. Soal Latihan

- a. Apa yang dimaksud dengan sintesis senyawa organik?
- b. Apa perbedaan sintesis dan isolasi bahan alam, sebutkan kelebihan dan kekurangan masing-masing
- c. Faktor apa saja yang menjadi peranan penting keberhasilan sintesis senyawa organik?
- d. Reaksi apa saja yang banyak digunakan pada sintesis senyawa organik?

## 8. Daftar Pustaka

- a. Moffat, A. C., Ed. Clarke's Isolation And Identification Of Drugs in Pharmaceutical, body fluids and post-mortem materials, second edition, 1986, The Pharmaceutical Press, London.
- b. Reksohadiprodjo, M.S. 1975. Kuliah dan Praktika Kimia Farmasi Preparatif. Yogyakarta. Toko Buku Gunung Agung.
- c. Kar, Ashutosh. 2007. Medicinal Chemistry. 4<sup>th</sup> edition. New Age International.
- d. Li, Jie Jack. 2004. Contemporary Drug Synthesis. A John wiley & sons, inc., publication
- e. Fessenden & Fessenden, 1982, Kimia Organik Jilid 2 Edisi III, Erlangga, Jakarta.

## **PRAKTIKUM 2: METODE PEMISAHAN**

### **1. Kompetensi Dasar**

- a. Mampu memahami pengertian metode pemisahan
- b. Mampu memahami jenis-jenis dan cara-cara pemisahan
- c. Mampu memahami dan melakukan proses pemurnian

### **2. Indikator Capaian**

Mahasiswa mampu Mampu memahami pengertian metode pemisahan, jenis-jenis dan cara-cara pemisahan dan dapat melakukan proses pemurnian

### **3. Tujuan Praktikum**

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

- a. Mampu memahami pengertian metode pemisahan
- b. Mampu memahami jenis-jenis dan cara-cara pemisahan
- c. Mampu memahami dan melakukan proses pemurnian

### **4. Uraian Teori**

Metoda pemisahan adalah suatu cara yang digunakan untuk memisahkan atau memurnikan suatu senyawa atau kelompok senyawa yang mempunyai susunan kimia yang berkaitan dari suatu bahan, baik dalam skala laboratorium maupun skala industri. Dalam Kimia dan teknik kimia, proses pemisahan digunakan untuk mendapatkan dua atau lebih produk yang lebih murni dari suatu campuran senyawa kimia.

Kemurnian adalah ukuran banyaknya zat pengotor yang terdapat dalam suatu materi/bahan. Zat pengotor ini dapat berasal dari proses pembuatannya atau terbawa dari lingkungannya dimana materi/bahan tersebut berasal. Misalnya, debu, potongan kertas/kayu, minyak dan pengotor-pengotor lain yang dapat terbawa dalam suatu produk selama proses pembuatannya di dalam pabrik. Tujuan pemisahan adalah untuk mendapatkan senyawa yang murni, sehingga dapat dilakukan analisa kualitatif dan kuantitatif sehingga perlu dipilih metode pemisahan yang selektif peka dan spesifik.

Ukuran kemurnian adalah sesuatu yang "relatif" dimana nilainya sangat bergantung dari cara-cara/metode yang digunakan untuk mendeteksi adanya zat pengotor tersebut. Jadi tidak ada suatu materi/bahan yang murni secara "mutlak" yang ada adalah nilai yang "negatif" terhadap hasil uji yang tertentu, artinya suatu materi/bahan setelah dilakukan pengujian dengan cara tertentu ternyata tidak memberikan adanya hasil.

Kriteria yang biasa digunakan untuk menyatakan kemurnian suatu materi/bahan diantaranya ialah sifat-sifat fisika seperti :

- a. titik leleh, titik didih, titik beku
- b. Kerapatan (massa jenis).
- c. Indeks refraksi (diukur pada suhu tertentu dan panjang gelombang tertentu).
- d. Spektrum absorpsi (daerah ultra violet, sinar tampak, infra merah, gelombang mikro).
- e. Rotasi optik (pemutaran bidang polarisasi cahaya).
- f. Spektrum massa.

Berdasarkan tahap proses pemisahan, metode pemisahan dapat dibedakan menjadi dua golongan, yaitu:

a. Metode Pemisahan Sederhana

Metode pemisahan sederhana adalah metode yang menggunakan cara satu tahap. Proses ini terbatas untuk memisahkan campuran atau larutan yang relatif sederhana.

b. Metode Pemisahan Kompleks

Metode pemisahan kompleks memerlukan beberapa tahapan kerja, diantaranya penambahan bahan tertentu, pengaturan proses mekanik alat, dan reaksi-reaksi kimia yang diperlukan. Metode ini biasanya menggabungkan dua atau lebih metode sederhana.

Keadaan zat yang diinginkan dan dalam keadaan campuran harus diperhatikan untuk menghindari kesalahan pemilihan metode pemisahan yang

akan menimbulkan kerusakan hasil atau melainkan tidak berhasil. Beberapa faktor yang perlu diperhatikan antara lain :

- a. kondisi zat yang diinginkan terhadap campuran, apakah zat ada di dalam sel makhluk hidup, apakah bahan terikat secara kimia, dan sebagainya.
- b. Kadar zat yang diinginkan terhadap campurannya, apakah kadarnya kecil atau besar.
- c. Sifat khusus dari zat yang diinginkan dan campurannya, misalnya zat tidak tahan panas, mudah menguap, kelarutan terhadap pelarut tertentu, titik didih, dan sebagainya.
- d. Standar kemurnian yang diinginkan. Kemurnian 100% memerlukan tahap yang berbeda dengan 96%.
- e. Zat pencemar dan campurannya yang mengotori beserta sifatnya.
- f. Nilai guna zat yang diinginkan, harga, dan biaya proses pemisahan.

## DASAR-DASAR METODE PEMISAHAN

Suatu zat dapat dipisahkan dari campurannya karena mempunyai perbedaan sifat. Hal ini dinamakan dasar pemisahan. Beberapa dasar pemisahan campuran antara lain sebagai berikut :

- a. Ukuran partikel
- b. Kelarutan
- c. Titik didih
- d. Adsorpsi
- e. Tekanan Uap



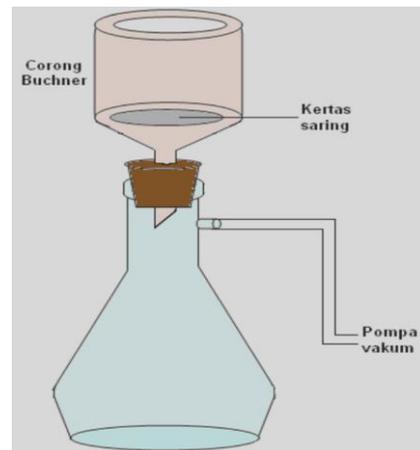
## A. Memisahkan zat berdasarkan ukuran partikel zat padat

Campuran larutan dengan zat padat dapat dipisahkan dengan penyaringan (filtrasi), dekantasi dan sentrifugasi (pemusingan).

### 1. Filtrasi

Filtrasi atau menyaring/penyaringan adalah metode pemisahan campuran heterogen yang mengandung cairan dan partikel-partikel padat dengan menggunakan media filter/alat berpori dimana hanya meloloskan cairan dan menahan partikel-partikel padat. partikel-partikel dipisahkan dari cairan dengan cara melewatkan cairan melalui bahan *permeable* (kertas saring, dan lain-lain).

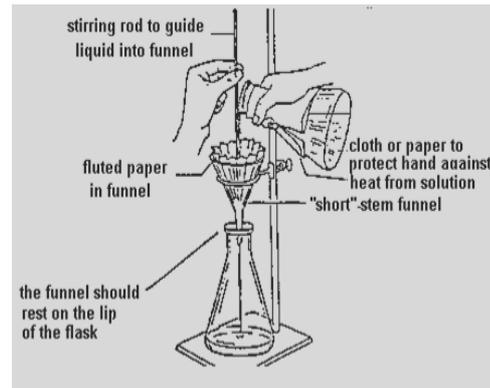
Proses pemisahan dengan tekanan, umumnya dengan cara di vakumkan (disedot dengan pompa vakum). Proses pemisahan dengan teknik ini sangat tepat dilakukan, jika jumlah partikel padatnya lebih besar dibandingkan dengan cairannya.



Endapan adalah suatu partikel yang tidak larut dalam pelarutnya. Filtrat adalah hasil dari penyaringan. Residu adalah endapan yang tertahan pada kertas saring.

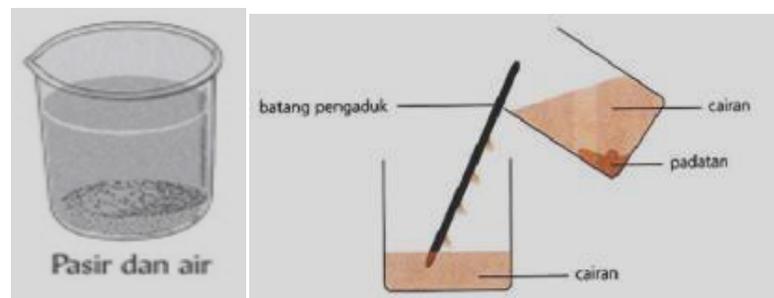
Faktor-faktor yang mempengaruhi kecepatan menyaring, antara lain:

- a. Luas permukaan kertas saring
- b. Tebal kertas saring
- c. Diameter pori-pori kertas saring
- d. Volume larutan yang akan disaring
- e. Kepekatan larutan yang akan disaring



## 2. Mendekantasi

Dekantasi merupakan, proses memisahkan endapan dengan cara menuangkan cairan perlahan-lahan sehingga endapan akan tertinggal di dalam wadah yang kita gunakan. Metode dekantasi ini dikatakan merupakan metode yang dengan cepat bahkan lebih cepat dibandingkan melakukan proses penyaringan, namun dari segi hasil kurang memuaskan jika ukuran zat itu terlalu kecil, namun jika metode ini digunakan untuk memisahkan zat yang besar akan sangat efektif. Sentrat adalah hasil dari mendekantasi.



Proses pemisahan *supernatant* dari presipitat/endapan melalui dekantasi:

- a. Letakkan pengaduk menempel pada wadah untuk menghindari cairan menetes pada bagian luar wadah.
- b. Perlahan-lahan tuang *supernatant* dalam wadah.
- c. Tuangkan pelarut yang cocok untuk mencuci dan mentransfer presipitat melalui *decantation*. Lakukan pengulangan proses ini beberapa kali untuk mencuci presipitat.

- d. Bila diperlukan supernatant maka gabungkan *supernatant* dari pelarut asli pencucian pertama

### 3. **Sentrifugasi**

Cara pemisahan ini berdasarkan gaya sentrifugal yang diberikan pada partikel-partikel yang melayang sehingga partikel-partikel tersebut dapat dipaksa untuk bergerak ke dasar bejana dan mengendap, sehingga terjadi pemisahan antara partikel padat dan pelarutnya. Selanjutnya pada campuran yang telah memisah tersebut dapat dipisahkan lebih lanjut dengan cara dekantasi atau memipet cairan yang berada di bagian atasnya dan dipindahkan ketempat lain. Cara ini sangat cocok untuk memisahkan campuran yang ukuran partikelnya sangat kecil dan massa jenis partikelnya juga kecil sehingga partikel padat tersebut melayang di dalam cairannya, misalnya Koloid. Gaya sentrifugal diperoleh dengan cara memutar campuran yang akan dipisahkan dengan suatu alat khusus yang disebut **Sentrifuge**.

Sentrifugasi dapat digunakan untuk memisahkan suspensi yang jumlahnya sedikit. Dalam hal ini yaitu suspensi tersebut dimasukkan ke dalam tabung reaksi kemudian disentrifugasi (dipusingkan/diputar). Pemisahan sentrifugal menggunakan prinsip dimana objek diputar secara horizontal pada jarak tertentu. Pemutaran sangat cepat dan menghasilkan gaya sentrifugal lebih besar dan gaya gravitasi sehingga partikel tersuspensi akan menggumpal di dasar tabung reaksi. Selanjutnya dapat didekantasi (dituang secara hati-hati) atau dipipet sehingga terpisah dan zat padat di bawahnya.

## **B. Memisahkan zat padat berdasarkan sifat kelarutan zat**

Apabila Larutan tidak dapat disaring, didekantasi atau disentrifugasi. Zat padat terlarut dapat dipisahkan berdasarkan dengan sifat kelarutannya dengan cara penguapan, kristalisasi atau ekstraksi.

### **1. Kristalisasi (pengkristalan) dan rekristalisasi**

**Kristalisasi** termasuk dalam metode pemisahan campuran yang menggunakan cara mengkristalkan atau pengendapan suatu zat yang terlarut di dalam larutan yang sebelumnya masih berbentuk cairan, dalam metode kristalisasi ini biasanya menggunakan suhu yang rendah agar cairannya bisa mengendap, sedangkan jika **rekristalisasi** itu merupakan suatu proses untuk membuat kristalisasi ulang sebagai contoh sederhananya ketika kita memiliki kristal namun ternyata kristal yang kita miliki tersebut masih belum murni, kita dapat melakukan kristal yang murni dengan cara rekristalisasi yaitu dengan cara melarutkan kristal yang ada ke dalam pelarut yang sesuai kemudian mengkristalkannya kembali agar didapatkan kristal murni

Pemisahan dengan pembentukan kristal melalui proses penguapan merupakan cara yang sederhana dan mudah kita jumpai, seperti pada proses pembuatan garam. Dasar metode ini adalah kelarutan bahan dalam suatu pelarut dan perbedaan titik beku. Kristalisasi ada dua cara yaitu kristalisasi penguapan dan kristalisasi pendinginan. Teknik ketiga selain pendinginan, adalah penambahan senyawa lain dan reaksi kimia pada prinsipnya adalah sama yaitu mengurangi kadar pelarut di dalam campuran homogen.

Tahapan yang perlu dilakukan dalam melakukan rekristalisasi adalah sebagai berikut:

- a. Zat padat yang akan dimurnikan dilarutkan dengan pelarut yang sesuai, sambil dikocok atau diaduk bila perlu sambil dipanaskan hingga mendekati titik didihnya, kemudian diuapkan sampai larutan mendekati jenuh
- b. Ketika larutan masih panas dilakukan penyaringan untuk memisahkan partikel-partikel yang tidak larut.
- c. Biarkan menjadi dingin secara perlahan-lahan dan zat yang larut akan mengkristal.
- d. Kristal yang terbentuk dapat dipisahkan dari larutannya dengan cara dekantasi, penyaringan atau sentrifugasi.

- e. Kristal yang didapat dicuci dengan sedikit pelarut yang masih baru untuk menghilangkan kotoran-kotoran yang menempel dipermukaannya, kemudian kristal tersebut dikeringkan

Metode kristalisasi ada beberapa cara, antara lain:

- a. Pendinginan

Untuk bahan-bahan yang kelarutannya berkurang dratis dengan menurunnya temperatur, kondisi lewat jenuh dapat dicapai dengan pendinginan larutan panas yang jenuh.

- b. Pemanasan

Untuk bahan-bahan yang kelarutannya berkurang sedikit dengan menurunnya suhu. Kondisi lewat jenuh dapat dicapai dengan penguapan sebagian pelarut.

- c. Pemanasan dan Pendinginan

Metode ini merupakan gabungan dari dua metode di atas. Larutan panas yang Jenuh dialirkan kedalam sebuah ruangan yang divakumkan. Sebagian pelarut menguap, panas penguapan diambil dari larutan itu sendiri, sehingga larutan menjadi dingin dan lewat jenuh. Metode ini disebut kristalisasi vakum.

- d. Penambahan bahan (zat) lain.

Untuk pemisahan bahan organik dari larutan seringkali ditambahkan suatu garam. Garam ini larut lebih baik daripada bahan padat yang dinginkan sehingga terjadi desakan dan membuat baha padat menjadi terkristalisasi.

Syarat pelarut yang baik untuk rekristalisasi adalah sebagai berikut:

- a. Memiliki daya pelarut yang tinggi pada suhu tinggi dan daya pelarut yang rendah pada suhu rendah.
- b. Menghasilkan kristal yang baik dari senyawa yang dimurnikan.
- c. Dapat melarutkan senyawa lain.
- d. Mempunyai titik didih relatif rendah (mudah terpisah dengan kristal murni).
- e. Pelarut tidak bereaksi dengan senyawa yang dimurnikan.

## 2. Penguapan

Pada penguapan, larutan dipanaskan sehingga larutannya menguap dan meninggalkan zat terlarut. Pemisahan terjadi karena zat terlarut memiliki titik didih yang lebih tinggi daripada pelarutnya. Contohnya adalah pembuatan garam dari air laut.

## 3. Ekstraksi

Ekstraksi adalah proses pemisahan satu atau lebih komponen dari suatu campurannya dengan menggunakan pelarut (solven) yang sesuai sebagai *separating agent*. Pemisahan berdasarkan prinsip beda kelarutan. Pelarut yang digunakan harus dapat mengekstrak zat/ bahan yang diinginkan tanpa melarutkan material lainnya.

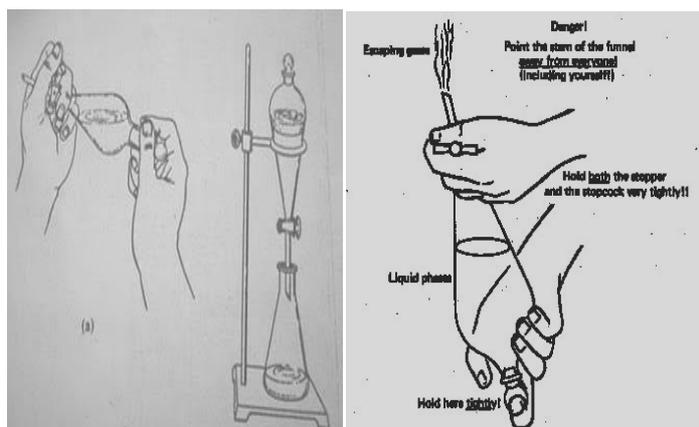
Ekstraksi secara umum dapat digolongkan menjadi dua yaitu ekstraksi cair-cair dan ekstraksi padat cair. **Ekstraksi cair-cair** (*liquid extraction, solvent extraction*): digunakan untuk memisahkan dua zat cair yang saling bercampur, dengan menggunakan pelarut yang dapat melarutkan salah satu zat. **Ekstraksi padat-cair**, digunakan untuk memisahkan zat dari campurannya yang berupa padatan.

Pemilihan solven menjadi sangat penting, dipilih solven yang memiliki sifat antara lain:

- a. Solut mempunyai kelarutan yang besar dalam solven, tetapi solven sedikit atau tidak melarutkan diluen,
- b. Tidak mudah menguap pada saat ekstraksi,
- c. Mudah dipisahkan dari solut, sehingga dapat dipergunakan kembali,
- d. Tersedia dalam jumlah besar dan tidak mahal.
- e. Tidak beracun, tidak terbakar, tidak eksplosif bila bercampur dengan udara,
- f. tidak korosif, tidak menyebabkan terbentuknya emulsi,
- g. memiliki viskositas yang rendah dan stabil secara termis

Faktor-faktor yang perlu diperhatikan dalam pemilihan pelarut pada umumnya dipengaruhi oleh berikut ini :

- a. Memiliki daya larut dan selektivitas terhadap solute yang tinggi. Pelarut harus dapat melarutkan komponen yang diinginkan sebanyak mungkin dan sesedikit mungkin melarutkan bahan pengotor.
- b. Bersifat inert terhadap bahan baku, sehingga tidak bereaksi dengan komponen yang akan diekstrak. Tidak menyebabkan terbentuknya emulsi.
- c. Kerapatan, terutama pada ekstraksi cair-cair, sedapat mungkin terdapat perbedaan kerapatan yang besar antara pelarut dan bahan ekstraksi.
- d. Reaktifitas, pada umumnya pelarut tidak boleh menyebabkan perubahan secara kimia pada komponen-komponen bahan ekstraksi.
- e. Titik didih, hal ini dikarenakan ekstrak dan pelarut biasanya harus dipisahkan dengan cara penguapan, destilasi atau rektifikasi, maka titik didih kedua bahan itu tidak boleh terlalu dekat.
- f. Tidak korosif.
- g. Tidak beracun.
- h. Tidak mudah terbakar.
- i. Stabil secara kimia dan termal.
- j. Tidak berbahaya bagi lingkungan.
- k. Memiliki viskositas yang rendah, sehingga mudah untuk dialirkan.
- l. Murah dan mudah didapat, serta tersedia dalam jumlah yang besar.
- m. Memiliki tegangan permukaan yang cukup rendah.

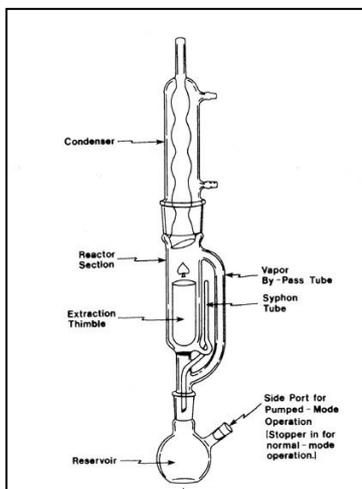


Faktor-faktor yang mempengaruhi laju ekstraksi adalah:

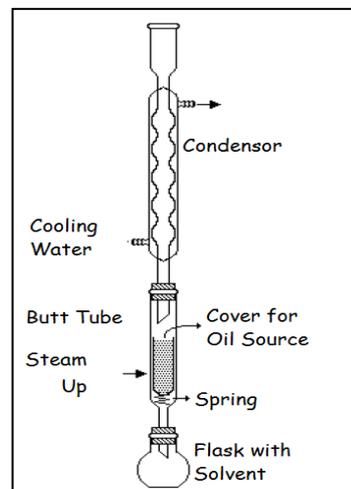
- a. Jenis Pelarut
- b. Suhu

- c. Kuantitas pelarut (rasio pelarut dan bahan baku)
- d. Ukuran partikel
- e. Pengadukan
- f. Lama Waktu Ekstraksi

Dalam proses ekstraksi terdapat teknik-teknik ekstraksi yaitu ekstraksi bertahap dan ekstraksi continue. Pada ekstraksi bertahap alat yang umumnya digunakan adalah corong pisah. Pada ekstraksi continue ada dua alat ekstraktor yang lazim digunakan pada skala laboratorium, yaitu **ekstraktor Soxhlet** dan **ekstraktor Butt**.



Gambar ekstraktor Soxhlet



Gambar ekstraktor butt

### C. Memisahkan zat cair/pemurnian pelarut berdasarkan perbedaan titik didihnya

Zat cair dapat dipisahkan dari campurannya melalui destilasi atau destilasi bertingkat. Campuran dua jenis cairan yang tidak saling melarutkan dapat dipisahkan dengan corong pisah.

#### 1. Destilasi (penyulingan)

Destilasi merupakan teknik pemisahan yang didasari atas perbedaan perbedaan titik didik atau titik cair dari masing-masing zat penyusun dari campuran homogen. Dalam proses destilasi terdapat dua tahap proses yaitu tahap penguapan dan dilanjutkan dengan tahap pengembangan kembali uap menjadi cair atau padatan. Atas dasar ini maka perangkat peralatan destilasi menggunakan alat pemanas dan alat pending.

Proses destilasi diawali dengan pemanasan, sehingga zat yang memiliki titik didih lebih rendah akan menguap. Uap tersebut bergerak menuju kondenser yaitu pendingin, proses pendinginan terjadi karena kita mengalirkan air ke dalam dinding (bagian luar condenser), sehingga uap yang dihasilkan akan kembali cair. Proses ini berjalan terus menerus dan akhirnya kita dapat memisahkan seluruh senyawa-senyawa yang ada dalam campuran homogen tersebut. Destilasi atau penyulingan adalah proses penguapan yang diikuti pengembunan. Destilasi dilakukan untuk memisahkan suatu cairan dari campurannya apabila komponen lain tidak ikut menguap (titik didih komponen lain jauh lebih tinggi), misalnya adalah pengolahan air tawar dari air laut

## **2. Destilasi bertingkat**

Destilasi bertingkat sebenarnya adalah suatu proses destilasi berulang-ulang. Distilasi ini juga dapat digunakan untuk campuran dengan perbedaan titik didih kurang dari  $20^{\circ}\text{C}$  dan bekerja pada tekanan atmosfer atau dengan tekanan rendah. Aplikasi dari distilasi jenis ini digunakan pada industri minyak mentah, untuk memisahkan komponen-komponen dalam minyak mentah.

Berbeda dengan destilasi sederhana, pada destilasi fraksionasi digunakan kolom fraksi. Kecepatan destilasi juga harus diatur sedemikian sehingga keseluruhan alat basah oleh cairan tetapi didalam sistem tidak sampai terlalu penuh dengan kondensat.

## **3. Destilasi Vakum**

Distilasi vakum biasanya digunakan jika senyawa yang ingin didistilasi tidak stabil, dengan pengertian dapat terdekomposisi sebelum atau mendekati titik didihnya atau campuran yang memiliki titik didih di atas  $200^{\circ}\text{C}$ . dengan alat destilasi vakum, maka senyawa tersebut dapat didistilasi pada suhu yang lebih rendah sehingga dapat mengurangi kemungkinan senyawa terdekomposisi karena suhu tinggi. Misalnya senyawa dengan titik didih  $120^{\circ}\text{C}$  pada tekanan 750mmHg akan turun menjadi  $90^{\circ}\text{C}$  pada tekanan 20 mmHg.

## **4. Destilasi Uap**

Merupakan metode untuk isolasi dan pemurnian senyawa. Metode ini dilakukan untuk cairan yang tidak bercampur atau hanya untuk yang sedikit bercampur dengan uap air. Destilasi uap dapat digunakan untuk mencari serbuk simplisia yang mengandung komponen yang memiliki titik didih tinggi pada tekanan udara normal. Pada pemanasan biasanya terjadi kerusakan zat aktif. Untuk mencegah hal tersebut dilakukan penyaringan dengan destilasi uap.

#### **D. Pemisahan berdasarkan perbedaan adsorbsinya**

Adsorpsi merupakan metode pemisahan untuk membersihkan suatu bahan dari pengotornya dengan cara penarikan bahan pengadsorpsi secara kuat sehingga menempel pada permukaan bahan pengadsorpsi. Kromatografi adalah proses pemisahan campuran berdasarkan pada perbedaan distribusi dari penyusun campuran antara dua fasa. Satu fasa yang tetap tinggal dalam sistem disebut fasa diam, sedangkan yang lain disebut fasa gerak karena selalu bergerak mengalir dalam sistem melalui celah-celah pada fasa diam. Aliran (gerakan) fasa gerak ini menyebabkan perbedaan migrasi penyusuncampuran, sehingga campuran dapat terpisahkan.

Berdasarkan faktor keterikatannya suatu komponen pada fase stasioner dan perbedaan kelarutannya pada fase mobil, komponen-komponen suatu campuran dapat dipisahkan. Komponen yang kurang larut dalam fase mobil atau yang lebih kuat terserap (teradsorpsi) pada fase stasioner akan tertinggal, sedangkan komponen yang lebih larut atau kurang terserap akan bergerak lebih cepat. Contoh kromatografi yang paling sederhana adalah kromatografi kertas yang dapat dibuat dari kertas saring biasa, bahkan dari kertas tisu. Kromatografi kertas dapat digunakan untuk memisahkan zat warna.

Kromatografi lapis tipis adalah teknik dimana fasa diam kromatografi dibuat dalam bentuk lapisan tipis. Lapisan tipis ini berupa bahan kolom (fasa diam) yang dilapiskan secara tipis dan merata pada permukaan lembaran gelas (kaca), kertas, plastik atau logam aluminium. Cara ini banyak digunakan karena adanya beberapa keuntungan diantaranya ialah:

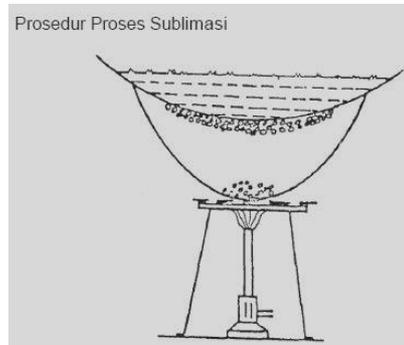
- a. Peralatan yang diperlukan sedikit.
- b. Pengerjaannya sederhana.
- c. Waktu analisis cepat.
- d. Pemisahannya cukup baik.

**E. Memisahkan berdasarkan perbedaan tekanan uapnya**

Proses sublimasi sangat mirip dengan proses destilasi. Istilah destilasi digunakan untuk perubahan dari cairan menjadi uap setelah mengalami pendinginan berubah menjadi cairan atau padatan. Sedangkan sublimasi adalah proses dari perubahan bentuk padatan langsung menjadi uap tanpa melalui bentuk cair dan setelah mengalami pendinginan langsung terkondensasi menjadi padatan kembali.

Sublimasi dapat dilakukan untuk memisahkan komponen yang dapat menyublim dari campurannya yang tidak dapat menyublim.

Misalnya pemisahan iodin dari campurannya dengan pasir. Ketika campuran dipanaskan, iodin akan menguap sedangkan komponen campuran yang lain tidak. Dengan demikian didapatkan iodin murni.



Adapun untuk tujuan sublimasi sendiri yakni:

- a. Untuk mendapatkan zat yang murni atau beberapa zat murni dari suatu campuran yang disebut sebagai pemurnian.
- b. Untuk mengetahui keberadaan zat dalam suatu sampel pada analisa di laboratorium.

Prinsip kerja sublimasi secara umum (dalam skala industri) ialah memisahkan zat yang mudah menyublim itu dengan suatu sublimator hingga menjadi gas/uap. Gas yang didapatkan ditampung, kemudian didinginkan/dikondensasi kembali.

## **5. Pelaksanaan Praktikum**

Ceramah dan diskusi

## **6. Evaluasi**

Pre test dan post test

## **7. Soal Latihan**

- a. Apa yang dimaksud dengan metode pemisahan
- b. Sebutkan klasifikasi metode pemisahan
- c. Apa beda pemisahan sederhana dengan pemisahan kompleks
- d. Apa saja yang memengaruhi kecepatan filtrasi senyawa

## **8. Daftar Pustaka**

- a. Anonim. 1979. Farmakope Indonesia Edisi III. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- b. Anonim. 1995. Farmakope Indonesia Edisi IV. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- c. Moffat, A. C., Ed. Clarke's Isolation And Identification Of Drugs in Pharmaceutical, body fluids and post-mortem materials, second edition, 1986, The Pharmaceutical Press, London.
- d. Reksohadiprodjo, M.S. 1975. Kuliah dan Praktika Kimia Farmasi Preparatif. Yogyakarta. Toko Buku Gunung Agung.
- e. Wonorahardjo, S. 2016. Metode-Metode Pemisahan Kimia : Sebuah Pengantar. Indeks. Jakarta

## PRAKTIKUM 3: IODOFORM

### 1. Kompetensi Dasar

- a. Mampu mensintesis iodoform dari proses halogenisasi senyawa keton
- b. Mampu melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar
- c. Mampu melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis
- d. Mampu menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### 2. Indikator Capaian

Mahasiswa mampu mensintesis iodoform dari proses halogenisasi senyawa keton, melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar, melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis, menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### 3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

- a. mensintesis iodoform dari proses halogenisasi senyawa keton
- b. melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar
- c. melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis
- d. menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### 4. Uraian Teori

Iodoform pertama kali disiapkan oleh Georges Serrulas tahun 1822 dan rumus molekul diidentifikasi oleh Jean-Baptiste Dumas pada 1834. Hal ini disintesis dalam reaksi oleh haloform reaksi yodium dan sodium hidroksida dengan salah satu dari empat jenis senyawa organik:

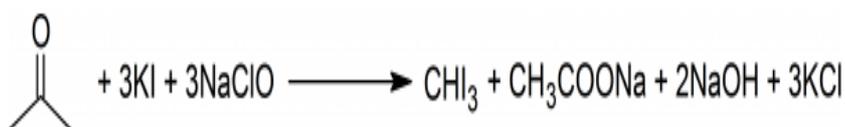
- a. metil keton:  $\text{CH}_3\text{COR}$ ,
- b. asetaldehida ( $\text{CH}_3\text{CHO}$ ),
- c. etanol ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ), dan
- d. alkohol sekunder tertentu ( $\text{CH}_3\text{CHROH}$ , di mana R adalah alkil atau aril grup).

Iodoform adalah senyawa yang dibentuk dari reaksi antara iodine dengan etanol/aseton dan asetaldehida dalam suasana basa. Iodoform merupakan salah satu dari haloform yang berbentuk kristal berwarna kuning dan sedikit larut dalam air. Secara umum, haloform dibuat dari senyawa dengan rumus  $\text{CH}_3\text{-CHO}$  atau  $\text{CH}_3\text{-CRO}$  atau dari senyawa yang bila teroksidasi mempunyai rumus tersebut. Iodoform disintesis melalui proses reaksi Iodisasi (halogenasi) aseton. Pada reaksi pembuatan Iodoform,  $\text{I}_2$  berfungsi sebagai oksidator lemah.

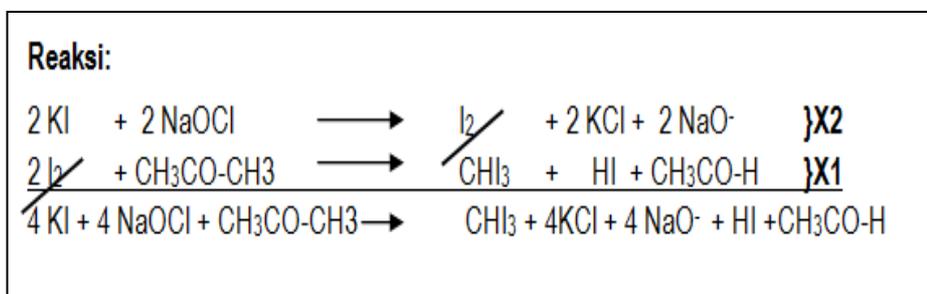
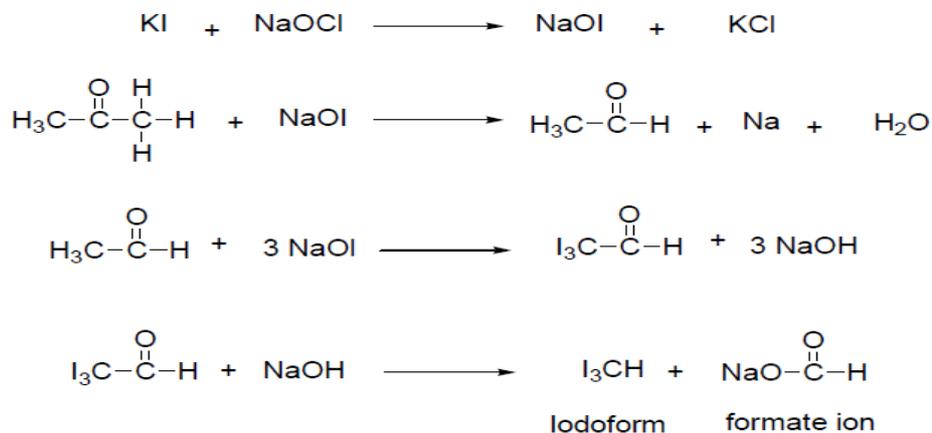
Brom dan klor juga bereaksi dengan metil keton, menghasilkan masing-masing bromoform ( $\text{CHBr}_3$ ) dan kloroform ( $\text{CHCl}_3$ ). Istilah umum untuk menyebut  $\text{CHX}_3$  ialah “haloform” maka reaksi ini sering disebut sebagai **reaksi haloform**. Karena bromoform dan kloroform merupakan cairan yang tidak mencolok, maka pembentukannya di laboratorium sulit dilakukan. Namun, reaksi antara suatu metil keton dengan setiap halogen tersebut memberikan suatu metode pengubahan metol keton ini menjadi asam karboksilat. Ikatan karbon-hidrogen biasanya stabil, nonpolar, dan pasti tidak bersifat asam. Tetapi dengan adanya suatu gugus karbonil terjadilah hidrogen alfa yang bersifat asam.

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

Iodoform dapat digunakan pada kedokteran gigi sebagai desinfektan dan antiseptik luar. Namun penggunaan Iodoform dapat terjadi gangguan pada Sistem Opthalmik, Pemakaian dalam jangka waktu yang lama, orang-orang yang hipersensitif terhadap Iodoform, pemakai yang berlebihan dapat menyebabkan gejala-gejala dermatitis, malaisi, anorexia, sakit kepala, tachycardia, tekanan darah rendah.



**Mekanisme reaksi secara umum:**



**5. Pelaksanaan Praktikum**

a. Alat dan Bahan

- Alat : Gelas beaker, Gelas Ukur, Labu bulat dengan pendingin, Penyaring, Pemanas, kertas saring
- Bahan: KI 3 g, Aseton 1 ml, NaOCl 5 % (terukur), Alkohol, Air

b. Prosedur Kerja

**A. Sintesis**

1. Dengan menggunakan gelas beaker, larutkan KI dalam 50 ml air, kemudian tambahkan aseton 1 ml.
2. Tambahkan NaOCl 5% perlahan sambil terus diaduk hingga terbentuk endapan Iodoform berwarna kuning. Ditandai dengan tidak terbentuk I<sub>2</sub> lagi. Catatan: NaOCl yang dipergunakan terukur volumenya, kira-kira ± 35 ml.
3. Diamkan campuran selama 15 menit (dalam tangas es).

## **B. Isolasi**

1. Kristal yang diperoleh kemudian saring.
2. Cuci kristal yang diperoleh 2-3 kali dengan air dingin/air es. Sehingga tidak bereaksi alkalis lagi.

## **C. Rekrystalisasi**

Rekrystalisasi Kristal iodoform dilakukan dengan cara sebagai berikut:

1. Dalam wadah lain panaskan etanol (akan digunakan sebagai pelarut).
2. Kristal Iodoform dimasukkan ke dalam erlemeyer tambahkan etanol panas sedikit demi sedikit hingga iodoform larut
3. Saring larutan dalam keadaan panas (dapat dibantu dengan penghisapan/pompa vakum).
4. Hasil saringan ditutup, kemudian dinginkan dalam tangas es sehingga diperoleh Kristal kembali.
5. Saring Kristal dengan kertas saring. (Untuk melihat reaksi telah berjalan sempurna ke dalam filtrat tambahkan air).
6. Keringkan Kristal yang diperoleh.
7. Timbang kristal dan Lakukan uji Kualitatif.

## **D. Uji Kualitatif:**

1. Organoleptik
2. Lakukan uji kelarutan terhadap air, metanol, etanol panas, etanol dingin, kloroform dan eter.
3. Uji titik leleh sekitar 119-120°C.
4. Bobot jenis

## **6. Evaluasi**

### **a. Hasil Percobaan**

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

**LEMBAR KERJA**

1. **Judul Percobaan** :
2. **Hari/ Tanggal** :
3. **Tujuan** :
4. **Reaksi dan Perhitungan Mol:**
  - a. **Reaksi**

**b. Perhitungan Mol Teoritis**

**c. Berat Hasil Sintesa**

- Kertas saring/kertas Timbang Kosong :
- Kertas ditambah hasil sintesa sebelum rekristalisasi :
- Kertas ditambah hasil sintesa sebelum rekristalisasi :
- Berat hasil sintesa :

**d. % perolehan kembali dan % Kesalahan**

**5. Hasil Pengamatan dan gambar hasil pengamatan:**

**a. Pengamatan**

**b. Gambar hasil pengamatan (bila ada)**

**6. Uji Kualitatif :**

**7. Kesimpulan :**

## **8. Saran**

## **9. Daftar Pustaka**

## 7. Soal Latihan

- a. bagaimana cara mensintesis iodoform dari proses halogenisasi senyawa keton
- b. Bagaimana cara pemisahan dan pemurnian iodoform yang benar
- c. Bagaiman cara mengkarakterisasi senyawa hasil sintesis

## 8. Daftar Pustaka

- a. Anonim. 1979. **Farmakope Indonesia Edisi III**. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- b. Anonim. 1995. **Farmakope Indonesia Edisi IV**. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- c. Moffat, A. C., Ed. **Clarke's Isolation And Identification Of Drugs in Pharmaceutical, body fluids and post-mortem materials**, second edition, 1986, The Pharmaceutical Press, London.
- d. Reksohadiprodjo, M.S. 1975. **Kuliah dan Praktika Kimia Farmasi Preparatif**. Yogyakarta. Toko Buku Gunung Agung.
- e. Li, Jie Jack. 2004. **Contemporary Drug Synthesis**. A John wiley & sons, inc., publication
- f. Fessenden & Fessenden, 1982, **Kimia Organik Jilid 2 Edisi III**, Erlangga, Jakarta.
- g. Hart, Hold., 2003, **Kimia Organik**, Erlangga, Jakarta.
- h. Vogel Al,1968, **A Text Book Of Practical Oragic Chemistry Third edition**, English Language Book Society and Longmans Green & Co. Ltd, London.

## PRAKTIKUM 4: JINGGA II

### 1. Kompetensi Dasar

- a. Mampu mensintesis Jingga II melalui reaksi Coupling diazonium
- b. Mampu melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar
- c. Mampu melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis
- d. Mampu menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### 2. Indikator Capaian

Mahasiswa mampu mensintesis Jingga II melalui reaksi Coupling diazonium, melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar, melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis, menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### 3. Tujuan Praktikum

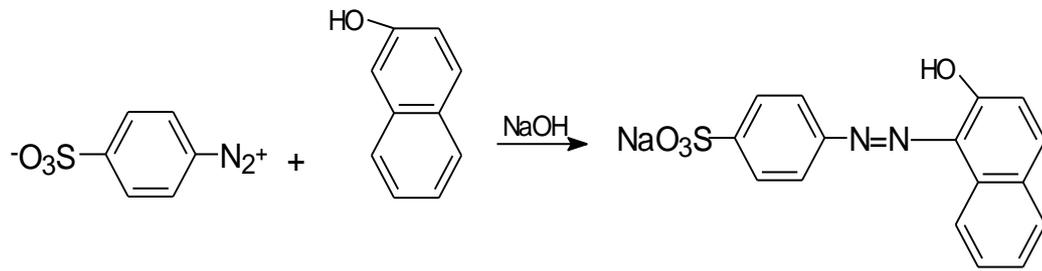
Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

- a. Mampu mensintesis Jingga II melalui reaksi Coupling diazonium
- b. Mampu melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar
- c. Mampu melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis
- d. Mampu menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### 4. Uraian Teori

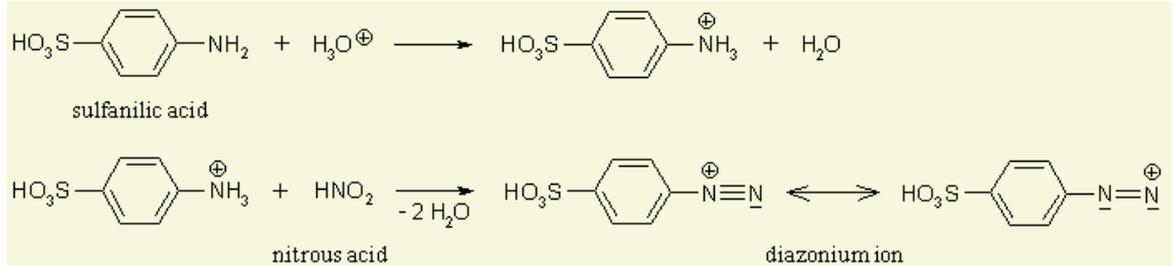
Zat warna jingga II (4-[(2-hydroxy-1-naphthyl)azo]benzenesulfonic acid) dibuat dengan cara kondensasi dari asam sulfanilat yang telah diazotasikan dengan Natrium Hidroksida. Senyawa ini umumnya digunakan sebagai indikator pH.

## Reaksi Umum:

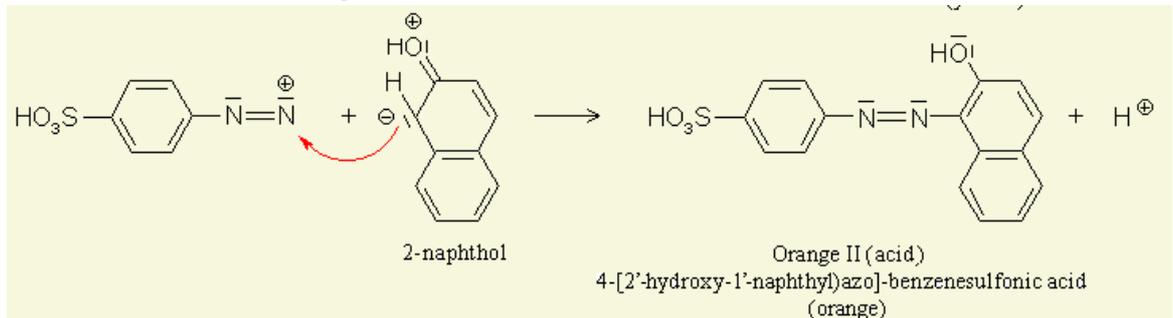


## Reaksi Sintesis:

### 1. Proses Diazotasi



### 2. Proses Sintesa Orange II



## 5. Pelaksanaan Praktikum

### a. Alat dan Bahan

- Alat : Gelas beaker, Gelas Ukur, Labu bulat dengan pendingin, Penyaring, Pemanas, kertas saring, thermometer, corong, tangas es,
- Bahan:
  - asam sulfanilat dihidrat 2,4 g
  - larutan 2,5%  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dalam air 25 ml
  - $\text{NaNO}_2$  0,5 g
  - $\beta$ -naftol 1,8 g
  - $\text{HCl}$  pekat 2,5ml
  - $\text{NaCl}$  5 g

- Alkohol
- Larutan NaCl jenuh 10 ml
- Lart.10 % NaOH (r.p) 10 ml
- Es batu
- aquadest

b. Prosedur Kerja

**1. Prosedur Diazotasi Asam Sulfanilat:**

a. Dalam beaker gelas 100 ml masukkan asam sulfanilat, tambahkan 25 ml larutan 2,5%  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dalam air. Bila perlu Panaskan perlahan hingga asam sulfanilat larut. Dinginkan larutan asam sulfanilat dengan perlahan, dibawah air mengalir. Setelah itu tempatkan beaker pada tangas es hingga suhu  $15^\circ\text{C}$ , kemudian tambahkan  $\text{NaNO}_2$  aduk perlahan hingga  $\text{NaNO}_2$  larut.

b. **Kerjakan di Lemari Asam!!!!**

Siapkan ke dalam beaker gelas 250 ml, masukkan 13 g es tambahkan 2,5 ml HCl pekat. Tuangkan larutan asam sulfanilat (1a) perlahan-lahan disertai pengadukan ke dalam larutan HCl hingga terbentuk endapan berwarna putih (kristal yang terbentuk jangan disaring). Bila tidak terbentuk endapan tambahkan beberapa tetes HCl pekat. Larutan yang terbentuk adalah **Suspensi Diazonium**.

**2. Prosedur Sintesa Orange II:**

- a. Dalam beaker gelas, dinginkan 10 ml larutan 10% NaOH, dinginkan hingga  $\pm 10-15^\circ\text{C}$ . Tambahkan  $\beta$ -naftol ke dalamnya, aduk perlahan.
- b. Tuangkan larutan **Suspensi Diazonium** (1b) sambil diaduk ke dalam larutan  $\beta$ -naftol. Aduk lebih kurang 5-10 menit. Reaksi penggabungan segera berlangsung dan zat warna yang terbentuk memisah sebagai pasta kristal.
- c. Kemudian panaskan campuran sampai semua massa padatan larut. Tambahkan 5 g NaCl kemudian panaskan hingga larut.

- d. Biarkan larutan dingin perlahan, dalam suhu ruang. Setelah itu dinginkan dalam tangas es selama 1 jam, hingga pembentukan kristal sempurna.
- e. Saring kristal dengan kertas saring 2 lapis, cuci kristal dengan larutan NaCl jenuh, dan keringkan pada suhu ruang lebih kurang seminggu.
- f. Produk masih mengandung sekitar 20% NaCl, untuk memurnikannya, larutkan kristal dalam air mendidih dengan volume sesedikit mungkin pada suhu  $\pm 80^{\circ}\text{C}$ , tambahkan alkohol lebih kurang 50-60 ml.
- g. Biarkan proses rekristalisasi berlangsung spontan, setelah dingin saring kembali dengan kertas saring 2 lapis, cuci dengan alkohol dan keringkan di udara.
- h. Hasil zat berwarna jingga. Uji Sifat Fisiknya.

### **3. Uji Kualitatif:**

- a. Organoleptik
- b. Lakukan uji kelarutan terhadap air, metanol, etanol panas, etanol dingin, kloroform dan eter.
- c. Uji warna dengan penambahan Asam dan Basa Encer
- d. Uji titik leleh.
- e. Bobot jenis.

### **4. Petunjuk Keselamatan**

- a. Bekerjalah menggunakan Sarung tangan!! Bila terpapar bersihkan dengan beberapa ml HCl 6M kemudian cuci dengan air mengalir
- b. Pembuangan sisa penyaringan ke wasbak terlebih dahulu dinetralisasi dengan menambahkan Natrium Bicarbonat
- c. Asam Sulfanilat dapat menyebabkan iritasi pada kulit, membran mukosa dan mata.
- d. NaOH bersifat korosif pada jaringan tubuh.
- e. 2-Naftol sangat beracun.
- f. Alkohol merupakan pelarut organik yang mudah terbakar.

- g. Orange II (BM 350.32), tidak berbahaya namun menyebabkan kulit berwarna jingga.

## **6. Evaluasi**

- a. Hasil Percobaan

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

**LEMBAR KERJA**

- 1. Judul Percobaan** :
  
- 2. Hari/ Tanggal** :
  
- 3. Tujuan** :
  
- 4. Reaksi dan Perhitungan Mol:**
  - a. Reaksi**

**b. Perhitungan Mol Teoritis**

**c. Berat Hasil Sintesa**

- Kertas saring/kertas Timbang Kosong :
- Kertas ditambah hasil sintesa sebelum rekristalisasi :
- Kertas ditambah hasil sintesa sebelum rekristalisasi :
- Berat hasil sintesa :

**d. % perolehan kembali dan % Kesalahan**

**5. Hasil Pengamatan dan gambar hasil pengamatan:**

**a. Pengamatan**

**b. gambar hasil pengamatan (bila ada)**

**6. Uji Kualitatif :**

**7. Kesimpulan :**

**8. Saran**

## **9. Daftar Pustaka**

## 7. Soal Latihan

- a. Bagaimana cara mensintesis Jingga II melalui reaksi Coupling diazonium
- b. Bagaimana syarat kondisi yang harus dipenuhi pada pembentukan senyawa diazonium, Jelaskan alasannya

## 8. Daftar Pustaka

- a. Anonim. 1979. Farmakope Indonesia Edisi III. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- b. Anonim. 1995. Farmakope Indonesia Edisi IV. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- c. Moffat, A. C., Ed. Clarke's Isolation And Identification Of Drugs in Pharmaceutical, body fluids and post-mortem materials, second edition, 1986, The Pharmaceutical Press, London.
- d. Reksohadiprodjo, M.S. 1975. Kuliah dan Praktika Kimia Farmasi Preparatif. Yogyakarta. Toko Buku Gunung Agung.
- e. Kar, Ashutosh. 2007. Medicinal Chemistry. 4<sup>th</sup> edition. New Age International.
- f. Li, Jie Jack. 2004. Contemporary Drug Synthesis. A John wiley & sons, inc., publication
- g. Fessenden & Fessenden, 1982, Kimia Organik Jilid 2 Edisi III, Erlangga, Jakarta.

## **PRAKTIKUM 5: ASPIRIN**

### **1. Kompetensi Dasar**

- a. Mampu mensintesis Aspirin melalui esterifikasi
- b. Mampu melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar
- c. Mampu melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis
- d. Mampu menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### **2. Indikator Capaian**

Mahasiswa mampu mensintesis Aspirin melalui esterifikasi, melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar, melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis, menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### **3. Tujuan Praktikum**

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

- a. mensintesis Aspirin melalui esterifikasi
- b. melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar
- c. melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis
- d. menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

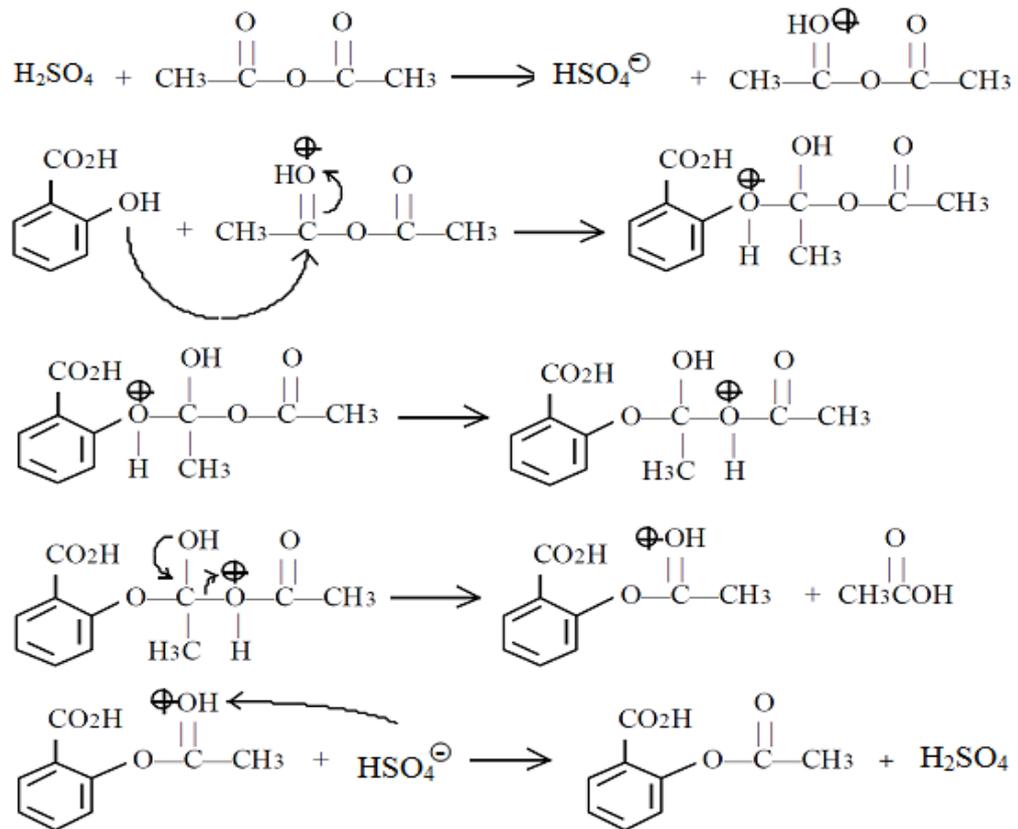
### **4. Uraian Teori**

Aspirin (acetylsalicylic acid) merupakan senyawa yang umum digunakan sebagai obat. Aspirin digunakan sebagai analgetik dan antipiretik serta anti inflamasi. Aspirin diproduksi melalui proses esterifikasi dari asam salisilat. Ester adalah suatu gugus fungsional organik.

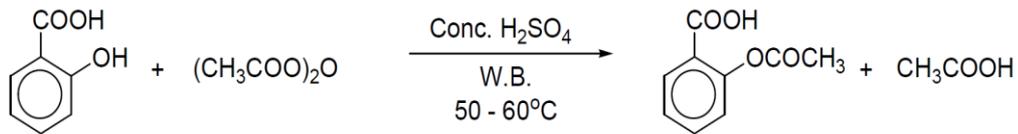
Tidak seperti anilin, dalam air fenol tidak dapat didestilasi secara memuaskan. Asetilasi berlangsung baik dengan anhidrida asetat dengan adanya asam sulfat pekat sebagai katalis. Asetilasi dari asam salisilat (asam o-hidroksi benzoat) menghasilkan asam asetil salisilat atau aspirin. Aspirin bila dipanaskan akan terurai dan tidak mempunyai titik leleh tertentu. Temperatur penguraian

berkisar antara 128-135°C. Penguraian dapat juga terjadi jika senyawa direkrystalisasi dari pelarut yang mempunyai titik didih tinggi, atau jika selama direkrystalisasi pendidihan dilakukan dalam waktu yang terlalu panjang.

#### Mekanisme Reaksi Sintesa



### Reaksi Sintesa aspirin



## 5. Pelaksanaan Praktikum

### a. Alat dan Bahan

- Alat: Tangas air, Termometer, Penyaring hisap, Corong, *Heater/* pemanas, Gelas ukur, beaker, erlenmeyer, Spektrofotometer UV
- Bahan
  - Asam salisilat kering 10 g
  - Asam asetat anhidrida 15 ml
  - Asam sulfat pekat 20 tetes
  - Alkohol ± 40 ml
  - Aquadest

### b. Prosedur Kerja

#### 1). Sintesis

- a) Masukkan asam salisilat kering dan asam asetat anhidrat pada asam salisilat dalam erlenmeyer 250 ml tambahkan asam sulfat pekat tetes demi tetes, kocok perlahan hingga larutan homogen. Kerjakan di lemari asam.
- b) Panaskan larutan di atas tangas air pada suhu ± 50-60°C, sambil diaduk selama ± 20 menit. Keluarkan erlenmeyer dari tangas air.

#### 2). Isolasi dan Pemurnian

- a) Dinginkan erlenmeyer sambil tetap diaduk dan tambahkan 50 ml air suling dingin (dapat menggunakan campuran air dan es), untuk mencegah terbentuknya kembali asam asetat anhidrat.
- b) Letakkan erlenmeyer dalam tangas es, hingga terbentuk kristal aspirin dengan sesekali diaduk dengan batang pengaduk untuk mencegah terbentuknya kembali asam asetat anhidrat.

- c) Apabila terbentuk lapisan 'Minyak' di atas bagian padat, panaskan kembali erlemeyer di tangas air sampai lapisan 'Minyak' hilang kemudian dinginkan kembali di tangas es.
- d) Saring kristal dengan penyaring isap. Kertas saring dibasahi terlebih dahulu dengan air suling.
- e) **Untuk rekristalisasi**, letakkan aspirin dalam beker tambahkan 30 ml campuran pelarut panas (alkohol 96% dan aquadest; 2:5)  
Caranya:
  - Tambahkan sedikit demi-sedikit campuran alkohol-air yang panas kepada kristal asam asetil salisilat hingga tepat larut, kemudian saring segera menggunakan corong Buchner panas (dengan bantuan penghisapan / pompa vakum) dan dinginkan filtratnya hingga diperoleh kristal berbentuk jarum.
  - Saring kristal menggunakan corong Buchner dengan bantuan penghisapan (pompa vakum). Ambil sedikit kristal dan lakukan test dengan pereaksi besi (III) klorida.
  - Keringkan kristal asam asetil salisilat yang diperoleh, timbang, dan lakukan uji fisik.

#### **4) Uji Kualitatif:** Organoleptik

- a) Sampel ditambah  $\text{FeCl}_3$
- b) Lakukan uji kelarutan terhadap air, metanol, etanol panas, etanol dingin, kloroform dan eter.
- c) Uji titik leleh
- d) lakukan identifikasi dengan Spektrofotometer UV-Vis. Bandingkan dengan bahan baku Pembanding dan bahan awal.
- e) Bobot jenis.

## **6. Evaluasi**

### **a. Hasil Percobaan**

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

**LEMBAR KERJA**

**1. Judul Percobaan** :

**2. Hari/ Tanggal** :

**3. Tujuan** :

**4. Reaksi dan Perhitungan Mol:**

**a. Reaksi**

**b. Perhitungan Mol Teoritis**

**c. Berat Hasil Sintesa**

- Kertas saring/kertas Timbang Kosong :
- Kertas ditambah hasil sintesa sebelum rekristalisasi :
- Kertas ditambah hasil sintesa sebelum rekristalisasi :
- Berat hasil sintesa :

**d. % perolehan kembali dan % Kesalahan**

**5. Hasil Pengamatan dan gambar hasil pengamatan:**

**a. Pengamatan**

**b. Gambar hasil pengamatan (bila ada)**

**6. Uji Kualitatif :**  
**a. Organoleptik**

**b. Spektrofotometer UV-Vis**

**7. Kesimpulan :**

**8. Saran**

**9. Daftar Pustaka**

## 7. Soal Latihan

- a. Apa yang dimaksud dengan asetilasi dan esterifikasi
- b. Asam apa saja yang bias digunakan sebagai katalis pada sintesis aspirin
- c. Selain asam asetat adakah asam karboksilat lain yang dapat digunakan pada sintesis aspirin

## 8. Daftar Pustaka

- a. Anonim. 1979. Farmakope Indonesia Edisi III. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- b. Anonim. 1995. Farmakope Indonesia Edisi IV. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- c. Moffat, A. C., Ed. Clarke's Isolation And Identification Of Drugs in Pharmaceutical, body fluids and post-mortem materials, second edition, 1986, The Pharmaceutical Press, London.
- d. Reksohadiprodjo, M.S. 1975. Kuliah dan Praktika Kimia Farmasi Preparatif. Yogyakarta. Toko Buku Gunung Agung.
- e. Kar, Ashutosh. 2007. Medicinal Chemistry. 4<sup>th</sup> edition. New Age International.
- f. Li, Jie Jack. 2004. Contemporary Drug Synthesis. A John wiley & sons, inc., publication
- g. Fessenden & Fessenden, 1982, Kimia Organik Jilid 2 Edisi III, Erlangga, Jakarta.
- h. Hart, Hold., 2003, Kimia Organik, Erlangga, Jakarta.
- i. Vogel AI, 1968, A Text Book Of Practical Organic Chemistry Third edition, English Language Book Society and Longmans Green & Co. Ltd, London.

## **PRAKTIKUM 6: METIL SALISILAT**

### **1. Kompetensi Dasar**

- a. Mampu mensintesis Aspirin melalui esterifikasi
- b. Mampu melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar
- c. Mampu melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis
- d. Mampu menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### **2. Indikator Capaian**

Mahasiswa mampu mensintesis Aspirin melalui esterifikasi, melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar, melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis, menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### **3. Tujuan Praktikum**

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

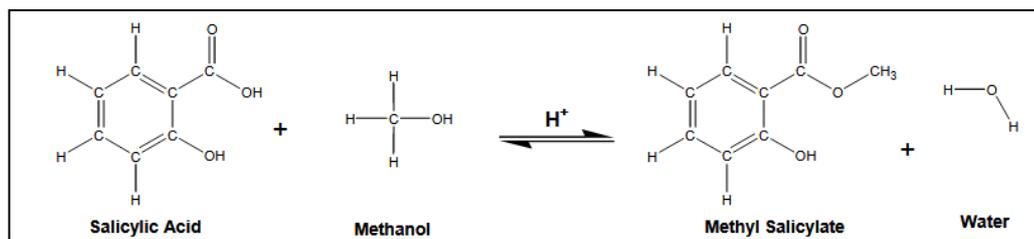
- a. mensintesis Aspirin melalui esterifikasi
- b. melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar
- c. melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis
- d. menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### **4. Uraian Teori**

Ester-ester alifatis dan aromatis dapat dibuat dengan mereaksikan asam karboksilat dengan alkohol. Reaksi esterifikasi adalah reaksi pembentukan senyawa ester dari asam karboksilat dan alkohol dengan katalis asam. Senyawa ester yang dihasilkan akan memiliki aroma tertentu dan bersifat khas. Dalam ilmu kimia dan bidang farmasi reaksi esterifikasi ini cukup penting mengingat reaksi tersebut merupakan dasar sintesis banyak senyawa kimia yang dapat berkhasiat sebagai obat. Salah satu penggunaannya adalah sintesis metil salisilat dari asam salisilat dengan metanol absolut.

Sintesa ester bila dilakukan tanpa asam mineral/asam kuat sebagai katalis, kesetimbangan reaksi dapat terjadi berhari-hari. Dengan adanya asam kuat, sintesa terjadi bisa lebih cepat. Urutan kereaktifan esterifikasi dari asam salisilat dengan ketiga isomer metil salisilat adalah: Primer >> Sekunder >> Tersier. Metil salisilat juga dapat diperoleh dari bagian tumbuh-tumbuhan. Tanaman/tumbuh-tumbuhan yang menghasilkan metil salisilat dinamakan “wintergreen”. Senyawa ini disebut juga minyak gandapura yang berfungsi sebagai anti iritasi, karminatif, pada penderita rematik dan pengawet. Juga digunakan sebagai campuran pada obat gosok untuk mengurangi nyeri otot.

Metil salisilat merupakan senyawa organik berwujud cair, tidak berwarna, berbau spesifik, dengan titik didih 222°C, indeks bias 1,182. BJ sintetik 1,18-1,85 g/mol. Sedangkan BJ alami 1,176-1,8 g/mol. Metil salisilat dibuat melalui reaksi esterifikasi asam o-hidroksi benzoat dengan metanol pada suasana asam dan dipanaskan.



## 5. Pelaksanaan Praktikum

### a. Alat dan Bahan

- Alat: reflux, heating mantle, chiller, corong pisah, Penyaring hisap, Corong, Heater/ pemanas, Gelas ukur, beaker, erlenmeyer, refraktometer, piknometer, tissue lensa
- Bahan
  - Asam Salisilat 28 g
  - Metanol Absolut 120 ml
  - Asam Sulfat Pekat 30 ml
  - Magnesium Sulfat anhidrat 8 g
  - Natrium Bikarbonat 5% 50 ml
  - Alkohol ± 40 ml
  - Aquadest

b. Prosedur Kerja

- 1) Masukkan asam salisilat dalam labu bulat, tambahkan metanol, masukkan asam sulfat pekat perlahan (hati-hati!!!), aduk hingga sempurna, beri batu didih.
- 2) Pasang labu dengan pendingin balik (refluks), panaskan di selama 2 jam.
- 3) Dinginkan labu bulat tersebut di bawah air mengalir dengan perlahan.
- 4) Masukkan 100 ml air dingin/air es dalam corong pisah, tuangkan isi labu ke dalam corong pisah, aduk perlahan.
- 5) Kocok kuat-kuat, biarkan sampai terbentuk 2 lapisan. Pisahkan lapisan, ambil lapisan bawah (ester).
- 6) Cuci lapisan ester dengan 25 ml larutan Na. Bikarbonat 5%, di dalam Corong pisah.
- 7) Kocok kuat-kuat, biarkan sampai terbentuk 2 lapisan. Pisahkan lapisan, ambil lapisan ester.
- 8) Cuci lapisan ester dengan 25 ml air hingga bebas asam, cek dengan pH Universal hingga netral. Pisahkan dari lapisan air dan ester.
- 9) Masukkan ester dalam erlemeyer. Sisa air diserap dengan menambahkan  $MgSO_4$  anhidrat/ $CaCl_2$  anhidrat, diamkan selama 30 menit. (Atau dapat dipanaskan perlahan sambil diaduk hingga warna larutan menjadi bening).
- 10) Pisahkan ester dengan penyaringan/didekantasi. Lakukan pengulangan bila masih terdapat lapisan air.
- 11) Lakukan uji kualitatif

**Uji Kualitatif:**

- 1) Organoleptik
- 2) Lakukan uji kelarutan terhadap air, metanol, etanol panas, etanol dingin, kloroform dan eter.
- 3) Sampel +  $FeCl_3$
- 4) Indeks Bias
- 5) Bobot jenis

## **6. Evaluasi**

### **a. Hasil Percobaan**

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

**LEMBAR KERJA**

1. Judul Percobaan :
2. Hari/ Tanggal :
3. Tujuan :
4. Reaksi dan Perhitungan Mol:
  - a. Reaksi

b. Perhitungan Mol Teoritis

**c. Berat Hasil Sintesa**

- Volume sebelum ditambah  $\text{MgSO}_4$  anhidrat :
- Volume setelah ditambah  $\text{MgSO}_4$  anhidrat :

**d. % perolehan kembali dan % Kesalahan**

**5. Hasil Pengamatan dan gambar hasil pengamatan:**

**a. Pengamatan**

**b. Gambar hasil pengamatan (bila ada)**

**6. Uji Kualitatif :**  
**a. Organoleptik**

**b. Uji indeks Bias**

**c. Uji Berat Jenis**

- Berat Piknometer kosong :
- Berat Piknometer + ester :
- Berat ester :

**7. Kesimpulan :**

**8. Saran**

**9. Daftar Pustaka**

## 7. Soal Latihan

- a. Apa kegunaan metal salisilat dalam dunia farmasi
- b. Selain sintesis metal salisilat dapat diperoleh dari alam, dari tanaman apa saja dan bagaimana caranya
- c. Apa yang dimaksud dengan bobot jenis dan indeks bias

## 8. Daftar Pustaka

- a. Anonim. 1979. Farmakope Indonesia Edisi III. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- b. Anonim. 1995. Farmakope Indonesia Edisi IV. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- c. Moffat, A. C., Ed. Clarke's Isolation And Identification Of Drugs in Pharmaceutical, body fluids and post-mortem materials, second edition, 1986, The Pharmaceutical Press, London.
- d. Reksohadiprodjo, M.S. 1975. Kuliah dan Praktika Kimia Farmasi Preparatif. Yogyakarta. Toko Buku Gunung Agung.
- e. Kar, Ashutosh. 2007. Medicinal Chemistry. 4<sup>th</sup> edition. New Age International.
- f. Li, Jie Jack. 2004. Contemporary Drug Synthesis. A John wiley & sons, inc., publication
- g. Fessenden & Fessenden, 1982, Kimia Organik Jilid 2 Edisi III, Erlangga, Jakarta.
- h. Hart, Hold., 2003, Kimia Organik, Erlangga, Jakarta.
- i. Vogel AI, 1968, A Text Book Of Practical Organic Chemistry Third edition, English Language Book Society and Longmans Green & Co. Ltd, London.

## PRAKTIKUM 7: PARASETAMOL

### 1. Kompetensi Dasar

- a. Mampu mensintesis Parasetamol melalui reaksi asetilasi
- b. Mampu melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar
- c. Mampu melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis
- d. Mampu menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### 2. Indikator Capaian

Mahasiswa mampu mensintesis Parasetamol melalui reaksi asetilasi, melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar, melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis, menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### 3. Tujuan Praktikum

Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

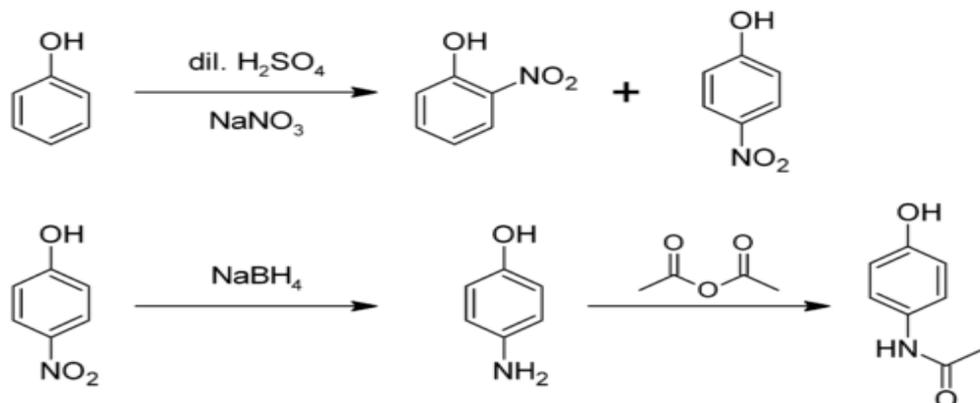
- a. mensintesis Parasetamol melalui reaksi asetilasi
- b. melakukan pemisahan dan pemurnian yang baik dan benar
- c. melakukan karakterisasi senyawa hasil sintesis
- d. menghitung rendemen hasil sintesis dan membandingkan dengan hasil perhitungan teori

### 4. Uraian Teori

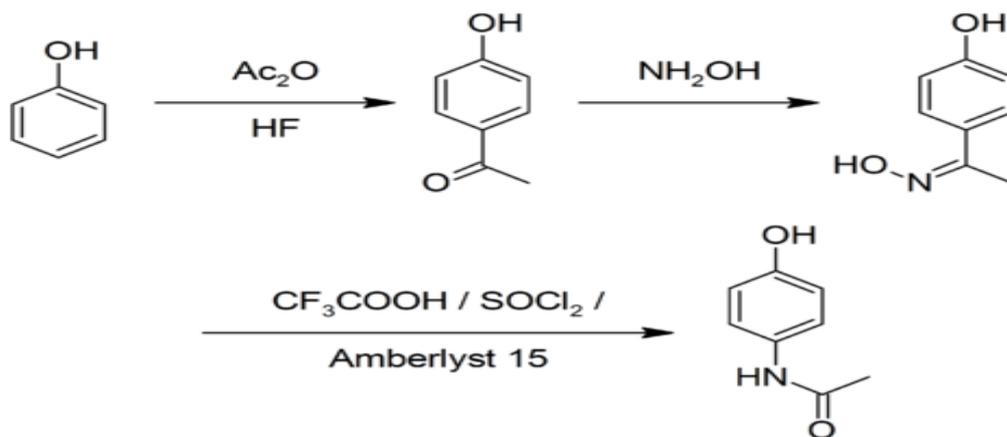
Parasetamol adalah zat yang bersifat analgetik dan antipiretik dan banyak digunakan oleh masyarakat. Tidak seperti aspirin, parasetamol tidak mempunyai efek anti inflamasi. Nama lain dari parasetamol adalah: Acetaminophen; para-acetylamino-phenol. Acetaminophen pertama kali ditemukan pada tahun 1852 oleh ahli kimia Perancis, **Charles Frederic Gerhardt** (penemu aspirin). Hasil penelitiannya diabaikan, sampai ahli kimia dari Jerman, **Harmon Northrop Morse** (1848–1920) mensintesis senyawa ini pada tahun 1873. Parasetamol disintesis oleh Morse dengan mereduksikan p-nitrophenol dalam wadah dengan asam asetat glasial, pada reaksi ini dihasilkan p-aminophenol melalui proses asetilasi oleh asam asetat.

Kemudian **Vignolo** menyederhanakan sintesis parasetamol melalui reaksi asetilasi p-aminophenol sebagai material dengan asam asetat glasial menggunakan katalis timah putih (Sn). Karena karakteristik sintesis tersebut yang lambat dan juga perolehannya (yield) yang rendah, maka **Friedlander** memodifikasi reaksi asetilasi p-aminophenol (dari p-nitrophenol) dengan mengganti asam asetat glasial menjadi asam asetat anhidrida menggunakan katalis Asam Lewis (AlCl<sub>3</sub>).

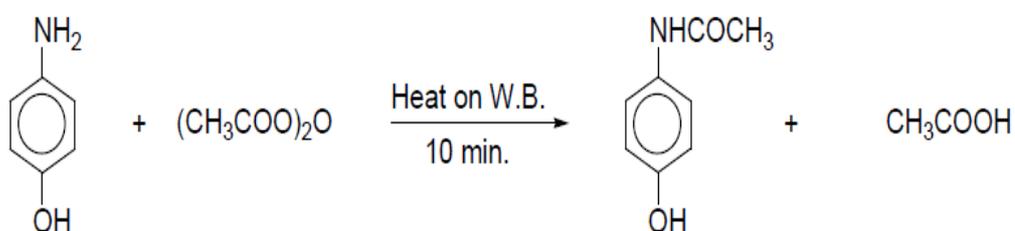
Di laboratorium, parasetamol mudah disiapkan oleh nitrating fenol dengan natrium nitrat, memisahkan yang diinginkan para-nitrofenol dari orto-produk sampingan, dan mengurangi kelompok nitro dengan natrium borohidrida. Resultan 4-aminofenol kemudian asetat dengan anhidrida asetat. Dalam reaksi ini, fenol sangat mengaktifkan, sehingga reaksi hanya membutuhkan kondisi ringan (pelajari reaksi nitrasi benzena). Proses industri adalah analog, tapi hidrogenasi digunakan sebagai pengganti pengurangan sodium borohidrida.



Sebuah sintesis sederhana dengan Hoechst Celanese-melibatkan asilasi langsung fenol dengan anhidrida asetat dikatalisis oleh HF, konversi keton ke ketoxime dengan hidrosilamin, diikuti oleh asam-katalis penataan ulang Beckmann untuk memberikan amida.



Pada sintesa kali ini kita membuat Parasetamol dengan mereaksikan Para Amino Fenol dan Asam Asetat Anhidrat.



## 5. Pelaksanaan Praktikum

### a. Alat dan Bahan

- Alat: corong pisah, Penyaring hisap, Corong, *Heater*/ pemanas, Gelas ukur, beaker, erlenmeyer, spektrofotometer UV
- Bahan
  - Para Amino Fenol                    3 g
  - Asam Asetat Anhidrat                4 ml
  - Asam Posfat pekat                    2 ml
  - Air suling                                10 ml

b. Prosedur Kerja

**1). Sintesa (Lakukan dalam lemari Asam)**

- a) Masukkan Para Amino Fenol dalam erlemeyer, tambahkan air suling, aduk.
- b) Dalam lemari asam.**
- c) Tambahkan Asam Asetat Anhidrat ke dalam larutan para amino fenol dengan hati-hati dan sambil diaduk perlahan. Tambahkan Asam Posfat pekat tetes demi tetes sambil diaduk hingga Para Amino Fenol larut bila Para Amino Fenol belum larut tambahkan beberapa tetes lagi Asam Posfat pekat.
- d) Panaskan di atas penangas air pada suhu rendah (60-70°C), selama 20 menit (tangas air jangan sampai mendidih).
- e) Keluarkan erlemeyer dari tangas air, tempatkan di tangas es.
- f) Kocok perlahan larutan hingga terbentuk kristal parasetamol. Sese kali gores dinding erlemeyer dengan batang pengaduk untuk melihat kristal telah terbentuk.
- g) Bila kristal belum terbentuk, biarkan larutan dalam tangas es selama 30 menit.
- h) Saring kristal dengan penyaring hisap, cuci kristal dengan air dingin.
- i) Keringkan, setelah kering timbang jumlah kristal kasar.

**2). Rekristalisasi**

- a) Kristal kasar diletakkan dalam beker, tambahkan 40 ml air, panaskan di atas *heater* hingga kristal larut. Bila kristal belum larut tambahkan 10 ml air suling lagi dan panaskan.
- b) Angkat beker, dinginkan larutan.
- c) Ketika kristal mulai terbentuk tempatkan beker di tangas es selama 20 menit. Bila belum terbentuk, sambil sesekali diaduk.
- d) Saring, tempatkan kertas saring di atas gelas arloji. Keringkan (bila memungkinkan keringkan di oven pada suhu 105°C), setelah itu lakukan uji kualitatif.

### 3). Identifikasi

#### a). Para Amino Phenol

- Titik leleh 189-190° C
- Kelarutan 1,5 g dalam 100 ml air pada 25° C

#### b). Acetaminophen

- Titik leleh 169 – 172 ° C
- Kelarutan 0,1-0,5 g dalam 100 ml air pada 25° C
- Tambahkan p-DAB HCl, terbentuk endapan kuning.
- Tambahkan Diazo A dan B, terbentuk larutan warna jingga.
- Tambahkan FeCl<sub>3</sub>, terbentuk larutan warna ungu-violet.
- lakukan identifikasi dengan Spektrofotometer UV-Vis. bandingkan dengan bahan baku Pembanding dan bahan Awal
- Bobot jenis

### 6. Evaluasi

- a. Hasil Percobaan

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

**LEMBAR KERJA**

1. Judul Percobaan :
2. Hari/ Tanggal :
3. Tujuan :
4. Reaksi dan Perhitungan Mol:
  - a. Reaksi

**b. Perhitungan Mol Teoritis**

**c. Berat Hasil Sintesa**

- Kertas saring/kertas Timbang Kosong :
- Kertas ditambah hasil sintesa sebelum rekristalisasi :
- Kertas ditambah hasil sintesa sebelum rekristalisasi :
- Berat hasil sintesa :

**d. % perolehan kembali dan % Kesalahan**

**5. Hasil Pengamatan dan gambar hasil pengamatan:**

**a. Pengamatan**

**b. gambar hasil pengamatan (bila ada)**

**6. Uji Kualitatif :**  
**a. Organoleptik**

**b. Spektrofotometer UV-Vis**

**7. Kesimpulan :**

**8. Saran**

**9. Daftar Pustaka**

## 7. Soal Latihan

- a. Bagaimana prinsip reaksi sintesis Parasetamol
- b. Selain menggunakan para amino fenol sebagai bahan dasar, adakah metode sintesa parasetamol dengan bahan dasar yang lain, bagaimana caranya
- c. Serbutkan contoh katalis yang digunakan untuk sintesis parasetamol

## 8. Daftar Pustaka

- a. Anonim. 1979. Farmakope Indonesia Edisi III. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- b. Anonim. 1995. Farmakope Indonesia Edisi IV. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- c. Moffat, A. C., Ed. Clarke's Isolation And Identification Of Drugs in Pharmaceutical, body fluids and post-mortem materials, second edition, 1986, The Pharmaceutical Press, London.
- d. Reksohadiprodjo, M.S. 1975. Kuliah dan Praktika Kimia Farmasi Preparatif. Yogyakarta. Toko Buku Gunung Agung.
- e. Kar, Ashutosh. 2007. Medicinal Chemistry. 4<sup>th</sup> edition. New Age International.
- f. Li, Jie Jack. 2004. Contemporary Drug Synthesis. A John wiley & sons, inc., publication
- g. Fessenden & Fessenden, 1982, Kimia Organik Jilid 2 Edisi III, Erlangga, Jakarta.
- h. Hart, Hold., 2003, Kimia Organik, Erlangga, Jakarta.
- i. Vogel AI, 1968, A Text Book Of Practical Organic Chemistry Third edition, English Language Book Society and Longmans Green & Co. Ltd, London.

## **PRAKTIKUM 8: ISOLASI COFEIN DARI TEH**

### **1. Kompetensi Dasar**

- a. Mampu mengisolasi kofein dari daun teh
- b. Mampu melakukan pemisahan dan pemurnian
- c. Mampu melakukan karakterisasi senyawa hasil isolasi

### **2. Indikator Capaian**

Mahasiswa mampu mengisolasi kofein dari daun teh, melakukan pemisahan dan pemurnian, melakukan karakterisasi senyawa hasil isolasi

### **3. Tujuan Praktikum**

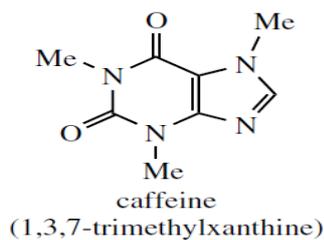
Setelah mengikuti praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu:

- a. mengisolasi kofein dari daun teh
- b. melakukan pemisahan dan pemurnian
- c. melakukan karakterisasi senyawa hasil isolasi

### **4. Uraian Teori**

Komponen utama daun teh adalah selulosa, sebagai materi pendukung utama semua sel tumbuhan. Selulosa adalah suatu polimer dari glukosa. Karena selulosa tidak larut dalam air, maka selulosa ini tidak menjadi masalah dalam prosedur isolasi kofein. Disisi lain kofein larut dalam air dan merupakan komponen utam dalam larutan ekstraknya yang disebut teh.

Kafein adalah suatu basa dan akan dapat bereaksi dengan asam membentuk garam. Dengan asam salisilat derivat garam kafein, yaitu kafein salisilat akan terbentuk dan dapat digunakan untuk mengkonfirmasi kofein yang diisolasi dari daun teh. Sifat kafein antara lain: larut dalam air panas dan dalam kloroform. Memiliki titikleleh 238°C. Sifat asam galat antara lain: bereaksi dengan basa membentuk garam yang larut dalam air serta bereaksi dengan ion logam berat dan membentuk endapan.



Kadar kafein dalam teh berkisar antara 2-5%. Kandungan teh hitam adalah kafein 2,5%, teobromium 0,17%, teofilum 0,013%, adenin 0,014% dan sangat sedikit guanin dan xantin. Teh juga mengandung tanin yang dapat terhidrolisis dan yang tidak dapat terhidrolisis. Bila tanin terisolasi ke dalam air panas akan terhidrolisis dan menghasilkan asam galat.

## 5. Pelaksanaan Praktikum

### a. Alat dan Bahan

- Alat: reflux, heating mantle, chiller, corong pisah, Penyaring hisap, Corong, *Heater*/ pemanas, Gelas ukur, beaker, erlenmeyer, spektrofotometer UV, UV Lamp Cabinet , KLT, Chamber. Pipa kapiler
- Bahan
  - Serbuk Daun teh        50 g
  - Etanol                    125 ml
  - MgO                        12,5 g
  - Kloroform                15 ml
  - Air
  - H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10%
  - NaOH 1%
  - metanol

### b. Prosedur Kerja

1. Timbang 50g serbuk simplisia, sari dengan 125 ml etanol menggunakan refluks selama 30 menit. Ekstrak yang diperoleh dipindahkan dalam cawan uap yang telah berisi 12,5g serbuk MgO dan 50 ml air.
2. Campuran diuapkan sampai kering di atas *waterbath*, sambil sesekali diaduk.

3. Residu yang didapat dididihkan dengan 125 ml air, saring panas-panas dengan corong buchner. Residu sekali lagi dididihkan dengan 63 ml air dan kembali saring panas-panas dengan corong buchner.
4. Filtrat ditambahkan 12.5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10%, kemudian dipekatkan hingga menjadi 1/3 volume asam. Saring kembali dalam keadaan panas dengan corong buchner, kemudian didinginkan.
5. Filtrat difraksinasi dengan 5 ml kloroform, diambil lapisan kloroform yang berwarna kuning (lakukan sebanyak 3 kali).
6. Warna kuning pada kloroform dihilangkan dengan menambahkan larutan NaOH 1% dan air dengan volume yang sama hingga warna kuning hilang.
7. Larutan kloroform yang sudah tidak berwarna diuapkan hingga terbentuk kristal kasar. Rekrystalisasi dilakukan dengan sublimasi

#### **Uji Kualitatif**

1. Organoleptik
2. Lakukan uji kelarutan terhadap air, metanol, etanol panas, etanol dingin, kloroform dan eter.
3. Lakukan Uji titik leleh, Bobot jenis
4. Identifikasi dengan pereaksi Mayer, Murexide, Dragendrof,
5. KLT, dengan solven kloroform : methanol (9:1), bandingkan dengan standar
6. lakukan identifikasi dengan Spektrofotometer UV-Vis. Bandingkan dengan bahan baku Pembanding.

## **6. Evaluasi**

### **a. Hasil Percobaan**

b. Pembahasan

c. Laporan (lihat Pedoman Laporan Hasil Praktikum)

**LEMBAR KERJA**

1. Judul Percobaan :
2. Hari/ Tanggal :
3. Tujuan :
4. Reaksi dan Perhitungan Mol:
  - a. Reaksi

**b. Perhitungan Mol Teoritis**

**c. Berat Hasil Sintesa**

- Kertas saring/kertas Timbang Kosong :
- Kertas ditambah hasil isolasi sebelum rekristalisasi :
- Kertas ditambah hasil isolasi sebelum rekristalisasi :
- Berat hasil isolasi :

**d. % perolehan kembali dan % Kesalahan**

**5. Hasil Pengamatan dan gambar hasil pengamatan:**

**a. Pengamatan**

**b. Gambar hasil pengamatan (bila ada)**

**6. Uji Kualitatif :**  
**a. Organoleptik**

**b. KLT**

- ukuran pelat KLT :
- jarak rambat solven :
- komposisi solven pengelusi :

Tempelkan pelat KLT (hasil uji), serta gambar sebelum dan sesudah dipendar sinar UV

**c. Spektrofotometer UV-Vis**

**7. Kesimpulan :**

**8. Saran**

**9. Daftar Pustaka**

## 7. Soal Latihan

- a. kafein merupakan golongan senyawa apa
- b. selain dari teh, kafein terdapat di bahan alam lain, sebutkan tanaman apa saja
- c. apa kegunaan kafein dalam bidang farmasi

## 8. Daftar Pustaka

- a. Anonim. 1979. Farmakope Indonesia Edisi III. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- b. Anonim. 1995. Farmakope Indonesia Edisi IV. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- c. Moffat, A. C., Ed. Clarke's Isolation And Identification Of Drugs in Pharmaceutical, body fluids and post-mortem materials, second edition, 1986, The Pharmaceutical Press, London.
- d. Reksohadiprodjo, M.S. 1975. Kuliah dan Praktika Kimia Farmasi Preparatif. Yogyakarta. Toko Buku Gunung Agung.
- e. Kar, Ashutosh. 2007. Medicinal Chemistry. 4<sup>th</sup> edition. New Age International.
- f. Li, Jie Jack. 2004. Contemporary Drug Synthesis. A John Wiley & Sons, Inc., publication
- g. Fessenden & Fessenden, 1982, Kimia Organik Jilid 2 Edisi III, Erlangga, Jakarta.
- h. Hart, Hold., 2003, Kimia Organik, Erlangga, Jakarta.
- i. Vogel AI, 1968, A Text Book Of Practical Organic Chemistry Third edition, English Language Book Society and Longmans Green & Co. Ltd, London.