



**BUKU PENUNTUN PRAKTIKUM
METODE PEMISAHAN**

Oleh :

Dr. I Dewa Ketut Sastrawidana, M.Si

**Program Studi Pendidikan Kimia
Jurusan Kimia-FMIPA
Universitas Pendidikan Ganesha
2018**

BUKU PENUNTUN PRAKTIKUM METODE PEMISAHAN

Oleh

Dr. I Dewa Ketut Sastrawidana, S.Si., M.Si



**LABORATORIUM KIMIA ANALITIK
PROGRAM STUDI PENDIDIKAN KIMIA-JURUSAN
KIMIA-FMIPA
UNIVERSITAS PENDIDIKAN GANESHA
SINGARAJA 2018**

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadapan Tuhan yang Maha Esa, atas segala limpahan rahmat dan karuniaNya sehingga penyusunan buku penuntun praktikum Metode Pemisahan dapat diselesaikan dengan baik. Buku Penuntun praktikum ini diharapkan dapat membantu mahasiswa/i dalam mempersiapkan pelaksanaan praktikum dengan lebih baik, terarah, dan terencana. Buku penuntun praktikum ini disusun untuk menunjang pelaksanaan praktikum mata kuliah metode pemisahan yang terintegrasi antara teori dengan praktikum.

Penyusunan buku penuntun praktikum metode pemisahan ini didanai dari Dana DIPA FMIPA-Undiksha tahun 2018. Untuk itu, terima kasih yang sebesar-besarnya kepada FMIPA Undiksha atas bantuan dana yang diberikan serta ucapan terimakasih pula kepada Jurusan Kimia, Universitas Pendidikan Ganesha atas kesempatan dan segala fasilitas pendukung yang diberikan demi kelancaran penyusunan buku ini. Buku ini juga diharapkan mampu membantu kelancaran mahasiswa dalam melaksanakan praktikum di laboratorium sesuai dengan hakikat pembelajaran kimia yang menysasar aspek kognitif dan psikomotor secara berimbang. Namun, dalam penyusunan buku ini masih banyak ada kekurangan-kekurangan sehingga sangat diperlukan masukan yang konstruktif untuk penyempurnaannya. Akhir kata, dengan kehadiran buku ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Buleleng, Nopember 2018

Penyusun

TATA TERTIB PENGGUNA LABORATORIUM

Demi menjaga kelancaran jalannya praktikum dan meminimalkan terjadinya kecelakaan kerja dilaboratorium, praktikan diwajibkan mentaati tata tertib seperti yang tertera di bawah ini :

1. Di dalam laboratorium, praktikan diwajibkan :
 - a. Menggunakan jas lab lengan panjang dalam melakukan praktikum.
 - b. Rambut panjang harus di ikat rapi dan bagi siswi yang memiliki poni harus memakai bando.
 - c. Jangan menggosok-gosok mata atau anggota badan lain dengan tangan yang mungkin sudah terkontaminasi bahan kimia.
 - d. Memperhatikan petunjuk bahaya dan pertolongan pertama pada kecelakaan laboratorium.
 - e. Tidak bersenda gurau, maka, minum, dan merokok dalam ruang lanatorium.
 - f. Selalu cuci tangan dan lengan sebelum meninggalkan laboratorium
2. Mintalah petunjuk kepada dosen/PLP mengenai alat dan bahan serta cara kerjanya sebelum pratikum dimulai.
3. Cek semua peralatan sebelum digunakan. Apabila terdapat kerusakan, segera laporkan kepada PLP untuk segera diganti/diperbaiki
4. Kerjakan pratikum sesuai prosedur percobaan yang ada di penuntun pratikum
5. Jangan meninggalkan suatu percobaan tanpa pengawasan, terutama percobaan yang menggunakan bahan-bahan yang mudah meledak atau mudah terbakar
6. Setelah selesai pratikum, kembalikan alat/bahan yang digunakan dalam keadaan rapi dan bersih

KESEHATAN DAN KESELAMATAN KERJA LABORATORIUM

SIMBUL, ARTI DAN TINDAKAN PENCEGAHAN BAHAN KIMIA DI LABORATORIUM

| <i>SIMBOL</i> | <i>CONTOH BAHAN</i> | <i>ARTI DAN PENCEGAHANNYA</i> |
|---|---|---|
| <p>BERACUN/TOKSIK</p>  <p>LAMBANG : T</p> | Merkuri, Sianida Metanol, Benzena | <p><i>Arti</i>: Beracun artinya dapat menyebabkan kecelakaan, penderitaan ataupun kematian apabila tertelan, terhirup atau terserap melalui kulit.</p> <p><i>Pencegahan</i> : Hindari kontak langsung dengan kulit.</p> |
| <p>KOROSIF</p>  <p>LAMBANG : C</p> | Asam dan basa kuat (HCl, H ₂ SO ₄ , NaOH) | <p><i>Arti</i> : Bahan yang bersifat korosif, dapat merusak jaringan hidup, dapat menyebabkan iritasi pada kulit, gatal-gatal dan dapat membuat kulit mengelupas.</p> <p><i>Pencegahan</i> : Hindari kontak langsung dengan kulit dan benda-benda bersifat logam.</p> |
| <p>FLAMEABLE</p>  <p>LAMBANG : F</p> | Minyak terpentin, Aseton, logam natrium, dietil eter, propana | <p><i>Arti</i> : Bahan kimia yang mempunyai titik nyala rendah, mudah terbakar dengan api bunsen, permukaan metal panas atau loncatan bunga api.</p> <p><i>Pencegahan</i> : Jauhkan dari benda-benda yang berpotensi mengeluarkan api.</p> |
| <p>EKSPLOSIF</p>  <p>LAMBANG : E</p> | KClO ₃ , NH ₄ NO ₃ , Trinitro Toluena (TNT). | <p><i>Arti</i> : Bahan kimia yang mudah meledak dengan adanya panas atau percikan bunga api, gesekan atau benturan.</p> <p><i>Pencegahan</i> : Hindari benturan, gesekan, pemanasan, api dan sumber nyala lain bahkan tanpa oksigen atmosferik.</p> |
| <p>IRITASI/BERBAHAYA</p>  <p>LAMBANG : I</p> | NaOH, C ₆ H ₅ OH, Cl ₂ | <p><i>Arti</i> : Bahan yang dapat menyebabkan iritasi, gatal-gatal dan dapat menyebabkan luka bakar pada kulit.</p> <p><i>Pencegahan</i> : Hindari kontak langsung dengan kulit.</p> |

Cover

FORMAT LAPORAN PRAKTIKUM

Judul Praktikum



Oleh:
Kelompok :
Anggota

1.....
2.....
3.....

PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA-FMIPA
UNIVERSITAS PENDIDIKAN GANESHA
TAHUN.....

FORMAT ISI LAPORAN

A. JUDUL PRAKTIKUM:

B. TUJUAN PRAKTIKUM

C. DASAR TEORI

D. ALAT DAN BAHAN

E. PROSEDUR KERJA (Narasikan dalam kalimat pasif)

F. DATA HASIL PENGAMATAN

G. PEMBAHASAN (memuat : bagaimana hasilnya, kenapa hasilnya seperti itu dan hubungkan hasil yang diperoleh dengan teori atau temuan lain)

H. KESIMPULAN

DAFTAR PUSTAKA

DAFTAR ISI

| | |
|---|----|
| Percobaan I: Pemisahan dan pemurnian air menggunakan destilasi sederhana..... | 1 |
| Percobaan 2: Pemisahan minyak atsiri pada cengkeh dengan destilasi uap..... | 4 |
| Percobaan 3: Pemisahan fraksi minyak dengan destilasi fraksinasi..... | 6 |
| Percobaan 4: Isolasi minyak atsiri dari rimpang kencur menggunakan ekstraksi padat-cair teknik soxhletasi..... | 8 |
| Percobaan 5: Ekstraksi padat-cair: Pembuatan minyak VCO melalui teknik fermentasi..... | 11 |
| Percobaan 6: Isolasi minyak atsiri dari rimpang kencur menggunakan ekstraksi padat-cair teknik maserasi..... | 13 |
| Percobaan 7: Ekstraksi iodium dari pelarut air menggunakan pelarut organik..... | 16 |
| Percobaan 8: Pemisahan warna menggunakan kromatografi kertas... | 21 |
| Percobaan 9: Pemisahan ion logam menggunakan kromatografi kertas..... | 24 |
| Percobaan 10: Pemisahan zat warna alami pada wortel menggunakan kromatografi kolom..... | 27 |
| Percobaan 11: Pemisahan dan penentuan komponen dalam campuran menggunakan kromatografi gas..... | 30 |
| Percobaan 12: Pemisahan dan penentuan komponen dalam campuran menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi..... | 32 |
| Daftar Pustaka | |

PERCOBAAN I DESTILASI

PEMISAHAN DAN PEMURNIAN AIR DENGAN CARA DESTILASI SEDERHANA

A. TUJUAN PERCOBAAN:

- Pemisahan dan pemurnian air dari pengotornya melalui teknik destilasi sederhana.

B. DASAR TEORI

Destilasi atau penyulingan adalah suatu metode pemisahan komponen dalam campuran berdasarkan perbedaan kecepatan atau kemudahan menguap. Pada proses destilasi diawali dengan pemanasan campuran, dimana zat cair yang memiliki titik didih lebih rendah akan menguap terlebih dulu. Uap tersebut bergerak menuju kondenser 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. Titik didih suatu cairan adalah suhu dimana tekanan uapnya sama dengan tekanan atmosfer. Tujuan destilasi adalah untuk pemurnian zat cair pada titik didihnya, dan memisahkan cairan tersebut dari zat padat yang terlarut atau dari zat cair lainnya yang mempunyai perbedaan titik didih cairan murni.

Pada destilasi sederhana, dasar pemisahannya adalah perbedaan titik didih yang jauh atau dengan salah satu komponen bersifat volatil. Jika campuran dipanaskan maka komponen yang titik didihnya lebih rendah akan menguap lebih dulu. Selain perbedaan titik didih, juga perbedaan kevolatilan, yaitu kecenderungan sebuah substansi untuk menjadi gas. Destilasi ini dilakukan pada tekanan atmosfer. Aplikasi destilasi sederhana digunakan untuk memurnikan air yang kotor atau membuat air tawar dari air laut. Pada percobaan ini, akan dicoba mengaplikasikan destilasi sederhana untuk memisahkan dan memurnikan air dari pengotor-pengotornya. Sampel yang digunakan adalah air laut dan air yang terkontaminasi oleh pewarna.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat-Alat :

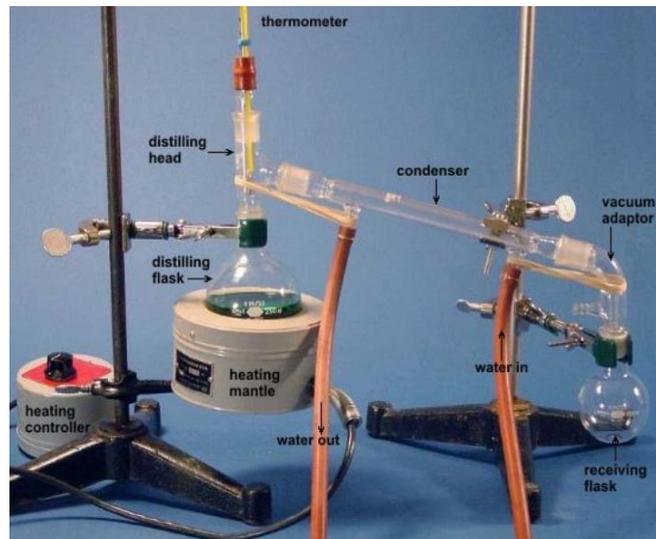
- Seperangkat alat destilasi.
- Termometer
- Heating mantel
- Batu didih atau padatan berpori

Bahan-Bahan

- Air kotor
- Air laut

D. PROSEDUR KERJA

1. Susunlah peralatan sesuai dengan gambar di bawah



Gambar 1. Rangkaian alat destilasi sederhana

2. Masukkan sampel yang mau dimurnikan di labu alas bulat, kemudian hidupkan matel pemanas untuk memanaskan sampel.
3. Catat suhu, disaat destilat mulai menetes di labu penampung
4. Bandingkan warna sampel (sebelum didestilasi) dengan destilat yang tertampung pada labu penampung.

E. DATA PENGAMATAN

Data pengamatan pemisahan dan pemurnian dengan destilasi sederhana

| Sampel | Suhu mulai menetes | Warna air sebelum destilasi | Warna destilat | Rasa air destilat |
|---------------|--------------------|-----------------------------|----------------|-------------------|
| Air Laut | | | | |
| Sampel | Suhu mulai menetes | Warna sebelum destilasi | Warna destilat | |
| Air + pewarna | | | | |

PEMISAHAN MINYAK ATSIRI DARI CENGKEH DENGAN DESTILASI UAP

A. TUJUAN PERCOBAAN

- Merancang percobaan menggunakan destilasi uap
- Mengisolasi minyak atsiri dengan cara penyulingan dan ekstraksi dari cengkeh

B. DASAR TEORI

Destilasi uap adalah istilah yang secara umum digunakan untuk destilasi campuran air dengan senyawa yang tidak larut dalam air. Prosesnya adalah mengalirkan uap air ke dalam sampel sehingga bagian yang dapat menguap berubah menjadi uap pada temperatur yang lebih rendah dari air. Destilasi uap ini umum digunakan untuk mengekstraksi minyak atsiri karena minyak atsiri bersifat volatil (mudah menguap) dan tidak larut di dalam air, sehingga mudah dipisahkan. Hasil distilasi ini berupa campuran air dan minyak. Salah satu aplikasi destilasi uap adalah isolasi minyak cengkeh, dimana minyak cengkeh merupakan minyak atsiri yang berasal dari tanaman cengkeh (*Syzygium aromaticum*). Minyak cengkeh telah banyak dimanfaatkan sebagai agen perasa dan pemberi aroma pada berbagai makanan dan campuran dalam rokok kretek karena aroma dan rasanya yang kuat dan pedas, selain itu minyak cengkeh memiliki aktivitas biologis karena mengandung eugenol dengan kadar tinggi, yaitu sebagai antiseptik dan analgesik pada 270 pengobatan gigi dan mulut, antifungal, antibakteri, antioksidan, antikarsinogen dan anti radikal bebas. Pada praktikum ini, akan mengisolasi minyak cengkeh pada buah cengkeh menggunakan destilasi uap.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat-Alat

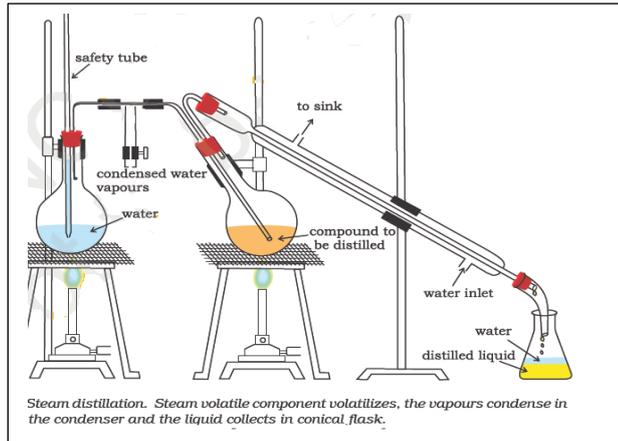
- Seperangkat alat destilasi uap
- Erlenmeyer
- Pemanas
- Selang
- Statif dan klem
- Pendingin

Bahan:

- Cengkeh 100g
- Air suling

D. PROSEDUR KERJA

1. Rangkailah alat destilasi uap sesuai dengan gambar di bawah.



Gambar 2. Rangkaian alat destilasi uap

2. Timbang serbuk cengkeh kering kira-kira 100 gram selanjutnya masukkan ke dalam labu tempat sampel.
3. Panaskan labu tempat air sampai mendidih selanjutnya uap perlahan mengalir sampai ke dalam tempat berisi zat cengkeh.
4. Hentikan distilasi ketika semua sampel zat telah dipisahkan dan disimpan dalam labu Erlenmeyer sebagai reservoir distilasi

E. DATA HASIL PENGAMATAN

Sifat organoleptis dari minyak cengkeh hasil isolasi

| | |
|----------|--|
| Bau | |
| Warna | |
| Rendemen | |

PEMISAHAN FRAKSI MINYAK DENGAN DESTILASI FRAKSINASI

A. TUJUAN PERCOBAAN

1. Memisahkan fraksi-fraksi minyak melalui destilasi fraksinasi

B. DASAR TEORI

Destilasi bertingkat merupakan proses pemurnian zat/senyawa cair dimana zat pencampurnya berupa senyawa cair yang perbedaan titik didih senyawa satu dengan yang lainnya tidak terpaut jauh. Dengan perkataan lain, destilasi ini bertujuan untuk memisahkan senyawa-senyawa dari suatu campuran yang komponen-komponennya memiliki perbedaan titik didih relatif kecil. Pada proses destilasi bertingkat digunakan kolom fraksinasi yang dipasang pada labu destilasi. Tujuan dari penggunaan kolom ini adalah untuk memisahkan uap campuran senyawa cair yang titik didihnya hampir sama/tidak begitu berbeda. Sebab dengan adanya penghalang dalam kolom fraksinasi menyebabkan uap yang titik didihnya sama akan sama-sama menguap atau senyawa yang titik didihnya rendah akan naik terus hingga akhirnya mengembun dan turun sebagai destilat, sedangkan senyawa yang titik didihnya lebih tinggi, jika belum mencapai harga titik didihnya maka senyawa tersebut akan menetes kembali ke dalam labu destilasi, yang akhirnya jika pemanasan dilanjutkan terus akan mencapai harga titik didihnya. Senyawa tersebut akan menguap, mengembun dan turun/menetes sebagai destilat. Destilasi terfraksi ini berbeda dengan destilasi biasa, karena terdapat suatu kolom fraksionasi dimana terjadi suatu proses refluks. Proses refluks pada destilasi ini dilakukan agar pemisahan campuran dapat terjadi dengan baik. Kolom fraksionasi berfungsi agar kontak antara cairan dengan uap terjadi lebih lama. Sehingga komponen yang lebih ringan dengan titik didih yang lebih rendah akan terus menguap dan masuk kondensor. Sedangkan komponen yang lebih besar akan kembali ke dalam labu destilasi. Perbedaan distilasi fraksionasi dan distilasi sederhana adalah adanya kolom fraksionasi. Di kolom ini terjadi pemanasan secara bertahap dengan suhu yang berbeda-beda pada setiap platnya.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat-Alat:

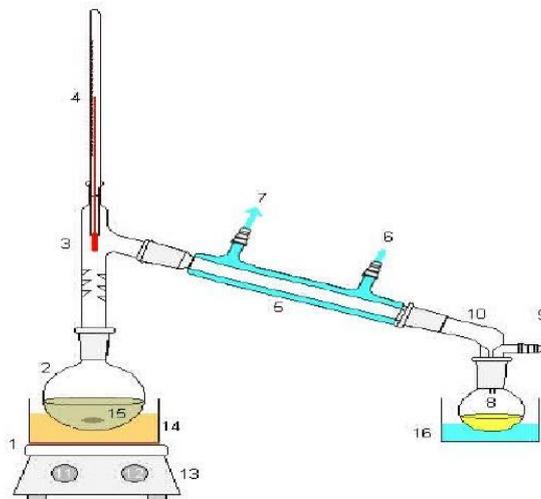
- Kolom fraksinasi
- Pendingin lurus
- Labu dasar bulat
- Gelas beker.

Bahan-bahan

- Bensin
- Pertamax
- Peralite

D. PROSEDUR KERJA

1. Susun rangkaian alat destilasi fraksinasi seperti Gambar di bawah ini.



Sampel cairan (15) dimasukkan kedalam labu (2) yang dipanaskan melalui penangas (14) dengan heater (13). Suhu pemanasan dapat dimonitor melalui thermometer (4). Pada pemanasan, sedikit demi sedikit campuran akan menguap. Uap kemudian, naik melalui pipa(3) dan mengalir menuju kondensor (5). Pendinginan uap adalah dengan cara mengalirkan air melalui dinding pendingin. Setelah melalui pendingin, uap akan mengembun membentuk cairan dan melaju ke adaptor (10) dan menetes ke labu destilat.

2. Campurkan 200 mL sampel yang terdiri dari benzin, pertamax dan pertalite, kemudian masukkan ke dalam labu dasar bulat.
3. Panaskan labu dasar bulat menggunakan mantel pemanas (heating mantel), selanjutnya tampung destilat yang keluar pada berbagai suhu secara terpisah.

E. DATA HASIL PENGAMATAN

| No. | Fraksi | Suhu (°C) | Volume destilat (mL) | Efisiensi(%) |
|-----|--------|---------------|----------------------|--------------|
| | | - | | |
| | |-..... | | |
| | |-..... | | |

ISOLASI MINYAK ATSIRI DARI RIMPANG KENCUR MENGUNAKAN EKSTRAKSI PADAT-CAIR TEKNIK SOXHLETASI

A. TUJUAN PERCOBAAN

Mengisolasi minyak atsiri pada rimpang kencur menggunakan metode ekstraksi padat cair jenis soxhletasi.

B. DASAR TEORI

Minyak atsiri lazim juga dikenal dengan nama minyak mudah menguap atau minyak terbang. Minyak atsiri merupakan senyawa, yang pada umumnya berwujud cairan, yang diperoleh dari bagian tanaman, akar, kulit, batang, daun, buah, biji maupun dari bunga.

Kencur (*Kaempferiagalanga L.*) merupakan salah satu tanaman Suku *Zingiberaceae* yang diketahui mengandung minyak atsiri. Secara empirik rimpang kencur sering digunakan sebagai obat tradisional, salah satunya untuk mengobati radang (inflamasi). Salah satu komponen minyak atsiri dari rimpang kencur adalah etil sinamat dan etil p-metoksisinamat. Etil p-metoksisinamat sering dikenal sebagai senyawa tabir surya yang mampu melindungi kulit dari sinar radiasi ultraviolet dari matahari. Pada praktikum ini akan mengekstraksi minyak atsiri dari kencur menggunakan ekstraksi padat-cair yaitu soxhletasi. Prinsip kerja dari ekstraktor soxhlet adalah salah satu model ekstraksi (pemisahan/pengambilan) yang menggunakan pelarut selalu baru dalam mengekstraknya sehingga terjadi ekstraksi yang kontinyu dengan adanya jumlah pelarut konstan yang juga dibantu dengan pendingin balik (kondensor). Mekanisme kerjanya adalah sebagai berikut: Sampel dibungkus dengan kertas saring, kemudian dimasukkan kedalam timbal, dan timbalnya dimasukkan kedalam lubang ekstraktor. Setelah itu dimasukkan batu didih (untuk meratakan pemanasan agar tidak terjadi peledakan) ke dalam labu alas bulat. Setelah itu pelarut dituangkan kedalam timbal dan disana akan langsung menuju ke labu alas bulat. Kemudian dilakukan pemanasan pada pelarut dan uapnya akan menguap melalui pipa F dan akan menabrak dinding-dinding kondensor hingga akan terjadi proses kondensasi. Kemudian pelarut akan bercampur dengan sampel dan mengekstrak senyawa yang kita inginkan dari suatu sampel. Setelah itu maka pelarutnya akan memenuhi sifon, dan ketika sifon

penuh kemudian akan disalurkan kembali kepada labu alas bulat. Proses ini dinamakan 1 siklus, semakin banyak jumlah siklus maka bisa di asumsikan bahwa senyawa yang larut dalam pelarut juga akan semakin maksimal

C. ALAT DAN BAHAN

Alat-Alat:

- 1 set alat sokhletasi
- Selang
- Statif dan klem
- Pemanas/heating mantel

Bahan-Bahan:

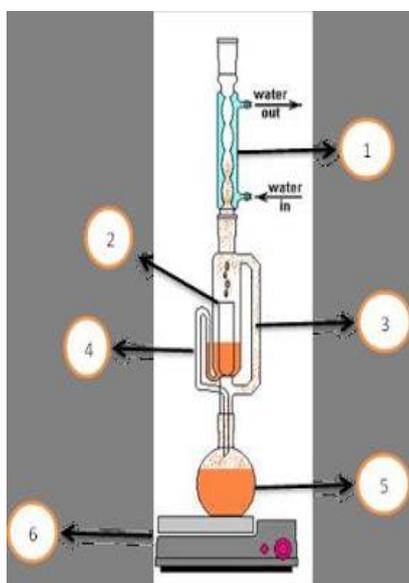
- Rimpang kencur
- Etanol teknis 96%

D. PROSEDUR KERJA

1. Penyiapan Rimpang Kencur

Rimpang kencur segar dicuci untuk menghilangkan kotoran-kotoran yang menempel, kemudian diiris-iris tipis dengan ukuran 2 mm dan dikeringkan dengan cara diangin-anginkan di tempat yang bersih dan terbuka tanpa terkena sinar matahari secara langsung. Setelah kering, dihaluskan dengan menggunakan blender.

2. Susunlah alat sokhlet seperti pada gambar



1. **Kondensor** : berfungsi sebagai pendingin, dan juga untuk mempercepat proses penguapan.
2. **Timbal** : berfungsi sebagai wadah untuk sampel yang ingin diambil zatnya.
3. **Pipa F** : berfungsi sebagai jalannya uap, bagi pelarut yang menguap dari proses penguapan.
4. **Sifon** : berfungsi sebagai perhitungan siklus, bila pada sifon larutannya penuh kemudian jatuh ke labu alas bulat maka hal ini dinamakan 1 siklus.
5. **Labu alas bulat** : berfungsi sebagai wadah bagi sampel dan pelarutnya
6. **Hot plate** : berfungsi sebagai pemanas larutan

Gambar..Rangkaian alat sokhletasi

3. Bubuk rimpang kencur ditimbang sehingga diperoleh berat 30 gram kemudian dimasukkan ke dalam soxhlet untuk diekstraksi dengan pelarut etanol 96%. Suhu ekstraksi diatur pada suhu 70°C. Ekstraksi dihentikan jika kondensat pelarut yang tertampung dan bercampur dengan sampel di dalam timbal soxhlet sudah berwarna jernih pada waktu tertentu. Kemudian hasil ekstraksi dipisahkan dari pelarutnya dengan cara menguapkannya.

4. Timbang rendemen minyak atsiri

F. DATA HASIL PENGAMATAN

| | |
|---|--|
| Berat sampel (g) | |
| Volume etanol (mL) | |
| Berat cawan kosong (g) (A) | |
| Berat cawan + minyak (g) (B) | |
| Berat minyak atsiri (g) | |
| Persentase minyak (%) $\text{Minyak}(\%) = \frac{B - A}{\text{berat sampel}} \times 100\%$ | |

EKSTRAKSI PADAT-CAIR : PEMBUATAN VCO (VIRGIN COCONUT OIL) MELALUI TEKNIK FERMENTASI

A. TUJUAN PERCOBAAN

- a. Mengetahui persentase VCO yang dihasilkan dari buah kelapa melalui teknik fermentasi
- b. Meningkatkan kemampuan mahasiswa dalam mengaplikasikan konsep dasar pemisahan ekstraksi padat cair dalam kehidupan sehari-hari

B. DASAR TEORI

Virgin Coconut Oil atau VCO adalah minyak yang dihasilkan dari buah kelapa segar. Berbeda dengan minyak kelapa biasa, VCO dihasilkan tidak melalui penambahan bahan kimia ataupun proses yang melibatkan panas yang tinggi. Saat ini VCO menjadi populer karena manfaatnya untuk kesehatan tubuh. Hal ini disebabkan karena komponen utama VCO adalah asam lemak jenuh sekitar 90% dan asam lemak tak jenuh sekitar 10%. Asam lemak jenuh VCO didominasi oleh asam laurat yang memiliki rantai C12. VCO mengandung \pm 53% asam laurat dan sekitar 7% asam kapriat. Keduanya merupakan asam lemak jenuh rantai sedang yang biasa disebut *Medium Chain Fatty Acid* atau MCFA. Asam lemak jenuh rantai sedang ini apabila dikonsumsi manusia tidak bersifat merugikan, bila terserap tubuh asam laurat akan diubah menjadi monolaurin dan asam kapriat diubah menjadi monokaprin. Monolaurin merupakan senyawa monogliserida yang bersifat antivirus, antibakteri dan antiprotozoa sehingga dapat menanggulangi serangan virus seperti influenza, HIV, maupun herpes simplex virus-1 (HSV-1), berbagai macam bakteri patogen seperti *Listeria monocytogenes* dan *Helicobacter pyloryd* serta protozoa seperti *Glambia lamblia* (Andi, 2005).

C. ALAT DAN BAHAN

ALAT-ALAT

- Ember ukuran sedang
- Selang
- Saringan/kain halus

BAHAN-BAHAN

- Santan kelapa
- Air kelapa

D. PROSEDUR KERJA

1. Daging kelapa yang sudah cukup tua (warna kulit coklat) dikupas kulitnya, selanjutnya diparut.
2. Parutan kelapa tersebut ditambahkan sekitar 1 liter air kelapa kemudian diperas hingga memperoleh santan.
3. Parutan kelapa ditambahkan kembali air panas-panas kuku (1 kg parutan kelapa: 2 liter air) dan diperas kembali hingga diperoleh santanya.
4. Santan bilasan pertama dengan bilasan kedua digabungkan selanjutnya didiamkan sekitar 2-3 jam sambil ditutup.
5. Setelah 2-3 jam terbentuk dua lapisan yaitu bagian atas yang disebut krim yang mengandung minyak dan bagian bawah yang disebut skim yang banyak mengandung air. Bagian bawah atau skimnya di buang dengan cara menyedotnya dengan menggunakan selang.
6. Bagian atas atau krimnya selanjutnya ditambahkan air kelapa dengan perbandingan 1:1 selanjutnya didiamkan selama 8 -10 jam.
7. Pisahkan minyak yang terbentuk dengan menyaring

Perhitungan

Persentase VCO = (Volume VCO/massa parutan kelapa) x 100%

ISOLASI MINYAK ATSIRI DARI RIMPANG KENCUR MENGUNAKAN EKSTRAKSI PADAT-CAIR TEKNIK MASERASI

A. TUJUAN PERCOBAAN

1. Memisahkan minyak kecur dari rimpang kecur menggunakan ekstraksi padat-cair teknik maserasi
2. Mengamati pengaruh lama waktu maserasi terhadap rendemen minyak kecur yang dihasilkan.

B. DASAR TEORI

Maserasi istilah aslinya adalah macerare (bahasa Latin, artinya merendam) : adalah proses ekstraksi analit dengan cara merendam sampel menggunakan pelarut bukan air (pelarut nonpolar) atau setengah air, misalnya etanol encer, selama periode waktu tertentu. Maserasi adalah salah satu jenis metoda ekstraksi dilakukan tanpa pemanasan atau dikenal dengan istilah ekstraksi dingin, jadi pada metoda ini pelarut dan sampel tidak mengalami pemanasan sama sekali. Sehingga maserasi merupakan teknik ekstraksi yang dapat digunakan untuk senyawa yang tidak tahan panas ataupun tahan panas (Hamdani, 2014). Prinsip maserasi adalah pengikatan/pelarutan zat aktif berdasarkan sifat kelarutannya dalam suatu pelarut (like dissolved like), penyarian zat aktif yang dilakukan dengan cara merendam serbuk sampel dalam pelarut yang sesuai selama waktu tertentu pada temperatur kamar, terlindung dari cahaya, cairan penyari akan masuk ke dalam sel melewati dinding sel. Isi sel akan larut karena adanya perbedaan konsentrasi antara larutan di dalam sel dengan di luar sel. Larutan yang konsentrasinya tinggi akan terdesak keluar dan diganti oleh cairan penyari dengan konsentrasi rendah (proses difusi). Peristiwa tersebut berulang sampai terjadi keseimbangan konsentrasi antara larutan di luar sel dan di dalam sel. Pelarut yang digunakan selanjutnya dipisahkan menggunakan vacuum sehingga diperoleh filtrate yang pekat.

Kencur (*Kaempferia galanga* L.) memiliki prospek pasar cukup baik karena merupakan bahan baku berbagai industri seperti obat tradisional, kosmetik, obat herbal terstandar, saus, rokok, bumbu, bahan makanan,

serta untuk minuman penyegar (Sankarto B.S dkk, 1997). Salah satu senyawa yang terdapat dalam kencur adalah etil para metoksisinamat (EPMS) yang diperoleh dari rimpang kencur. EPMS adalah salah satu senyawa hasil isolasi rimpang kencur (*Kaempferia Galanga L*) yang merupakan bahan dasar senyawa tabir surya yaitu pelindung kulit dari sengatan sinar matahari (Asyhar, 2009). Tabir surya adalah suatu senyawa yang digunakan untuk menyerap sinar matahari secara efektif terutama daerah emisi gelombang UV sehingga dapat mencegah gangguan pada kulit akibat pancaran secara langsung sinar UV. Pada percobaan ini melakukan ekstraksi minyak kencur menggunakan teknik maserasi.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat-Alat:

- Beaker gelas
- Batang pengaduk
- Blender
- Kertas saring

Bahan-Bahan:

- Etanol 96%
- Serbuk kencur

D. PROSEDUR KERJA

Preparasi Kencur

1. Kencur dibersihkan dan dikupas sampai kulit dasarnya, kemudian diiris kecil-kecil.
2. Jemur irisan kencur hingga menjadi warna kecoklatan
3. Blender kencur sehingga menjadi tepung

Isolasi Minyak Kencur dengan Teknik Maserasi

1. Timbang serbuk kencur kering sebanyak 80 gram dan tempatkan dalam beaker gelas.
2. Tambahkan 240 mL etanol 95% ke dalam beaker gelas yang berisi serbuk kencur.
3. Lakukan waktu maserasi dalam waktu yang berbeda yaitu 1, 2, dan 3

hari.

4. Pisahkan serbuk dengan cairannya dengan cara menyaring, selanjutnya pekatkan filtrate menggunakan vacum evaporasi.
5. Hitung rendemen minyak yang dihasilkan

E. DATA HASIL PENGAMATAN

Tabel pengamatan lama waktu maserasi dengan jumlah rendemen

| Lama waktu maserasi | Jumlah rendemen |
|---------------------|-----------------|
| 1 hari | |
| 2 hari | |
| 3 hari | |

EKSTRAKSI IODIUM DARI PELARUT AIR MENGGUNAKAN PELARUT ORGANIK

A. TUJUAN PERCOBAAN

1. Menentukan koefisien distribusi iodium dalam pelarut thiner/air
2. Menentukan persentase ekstraksi iodium menggunakan pelarut thiner

B. DASAR TEORI

Ekstraksi cair cair disebut juga ekstraksi pelarut, yaitu merupakan metode pemisahan suatu analit didasarkan perbedaan distribusi analit diantara dua pelarut yang tidak saling melarutkan. Proses pemisahan menggunakan ekstraksi pelarut dilakukan menggunakan corong pemisah, dengan jalan pengocokan beberapa kali sehingga analit terdistribusi ke dalam dua pelarut yang digunakan. Terjadi partisi zat terlarut antara dua pelarut yang tidak dapat saling melarutkan sehingga keduanya dapat dipisahkan. Lapisan yang ada di bagian bawah dikeluarkan dari corong dengan jalan membuka kran corong pisah.

Iodine, I₂ sedikit larut dalam air tetapi sangat mudah larut di dalam pelarut organik seperti kloroform (CHCl₃), atau karbon tetra klorida (CCl₄). Apabila ke dalam larutan Iod dalam air ditambahkan salah satu pelarut organik (yang tidak saling bercampur dengan air) tersebut, kemudian campuran larutan dikocok dengan kuat, akan terjadi distribusi Iod antara kedua pelarut tersebut. Sebagian besar Iod larut dalam pelarut organik dan sisa Iod yang pindah dalam pelarut organik. Proses yang terjadi dalam ekstraksi adalah



Perbandingan konsentrasi I₂ dalam pelarut organik dan air setelah proses ekstraksi digunakan untuk menghitung harga koefisien distribusi Iod dalam sistem organik/air. Perhitungan konsentrasi I₂ dilakukan dengan metode titrasi redoks yaitu mereaksikannya dengan larutan natrium tiosulfat yang sudah diketahui konsentrasinya. Reaksi yang terjadi adalah



C. Bahan dan Alat

Alat-Alat :

- Corong pisah 250 ml (1 buah)
- Buret 50 ml (1 buah)
- Erlenmeyer 250 ml (2 buah)
- Beaker glass 250 ml (2 buah)
- Pipet volume 10 ml (1 buah)
- Pipet volume 25 ml (1 buah)
- Gelas ukur 10 ml (1 buah)
- Pipet tetes (3 buah)
- Labu takar 100 ml (1 buah)
- Bola hisap

Bahan-Bahan:

- Larutan iodine 0,01 M
- Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,01M
- Larutan indikator amilum 0,2 %
- Thiner

D. PROSEDUR KERJA

Pembuatan Larutan Iodium 0,1 N

1. Timbang Iodine sebanyak 12.69 gram + KI 18 gram, masukkan dalam gelas beker 250 ml.
2. Tambah aquadest 150 ml. Aduk hingga larut sempurna. Jika masih susah larut bisa ditambahkan KI lagi.
3. Setelah larut sempurna, masukkan larutan iodine ke dalam labu takar 1000 ml, tambahkan aquadest sampai tanda batas. Gojog hingga homogen.
4. Segera pindahkan ke dalam botol reagen gelap dan beri label.

Catatan: Botol yang digunakan sebagai tempat penyimpanan larutan iodine (iodium) harus tertutup dengan baik karena jika tidak tertutup dengan baik maka iodine/iodium akan menguap.

Pembuatan Larutan Natrium Thiosulfat 0,1 N (0,05 M)

1. Timbang 24,82 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (BM= 248,2)
2. Larutkan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang telah ditimbang menggunakan gelas beaker kemudian pindahkan kedalam labu ukur ukuran 1000 mL.
3. Bilas beaker gelas tersebut dengan air suling dan air bilasannya ditambahkan ke labu ukur sehingga sampai tanda batas.

Ekstraksi Iodium dari Fase Air menggunakan Thiner

1. Pipet 5 mL larutan iodium dimasukkan kemudian tempatkan ke dalam corong pisah yang kering dan bersih, kemudian tambahkan 25 mL air suling diamkan sebentar kemudian tambahkan dengan 25 mL thiner.
2. Kocok campuran selama 3 menit, kemudian diamkan hingga lapisan organik dan air terpisah dengan baik. Lalu, lapisan air dikeluarkan dari corong pisah dan ditampung dalam labu gelas kimia yang ada penutupnya.
3. Iodium dalam fase organik (thiner) dikeluarkan dan ditampung dalam gelas kimia yang ada penutupnya.

Menentukan Konsentrasi Iodium dalam Fase Organik

1. Rangkai Peralatan titrasi seperti pada Gambar 1 diatas.
2. Isi buret ukuran 25 mL dengan larutan natrium tiosulfat.
3. Ambil 10 mL fraksi iodium yang ada dalam fase organik ditempatkan ke dalam Erlenmeyer ukuran 100 mL.
4. Titrasi larutan pada fraksi organik dengan natrium thiosulfate sampai warna pink menjadi pudar, kemudian catat volume larutan thiosulfate yang digunakan.
5. Ulangi titrasi diatas sebanyak tiga kali.

Menentukan Konsentrasi Iodium dalam Fase Air

1. Isi buret ukuran 25 mL dengan larutan natrium tiosulfat.
2. Ambil 10 mL fraksi iodium yang ada dalam fase air kemudian tempatkan ke dalam Erlenmeyer ukuran 100 mL.
3. Titrasi larutan titrasi iodium pada fase air sampai warna agak kuning, selanjutnya tambahnkan 3 tetes amilum hingga

warnanya menjadi biru.

4. Lanjutkan titrasi sampai warna biru hilang, kemudian catat volume larutan thiosulfate yang digunakan.
5. Ulangi titrasi diatas sebanyak tiga kali.

Pengaruh Pengulangan Ekstraksi Terhadap Persentase Ekstraksi Iodium Menggunakan Thiner

1. Timbang dengan teliti 0,01 gram Iodium dan larutkan dalam 75 mL air.
2. Setelah semua Iodium larut, masukkan larutan Iodium tersebut ke dalam 3 buah labu pisah (masing-masing berisi 25 mL larutan Iodium).
3. Iodium pada labu ukur I (pertama) diekstrak sekali menggunakan 25 mL thiner, sedangkan Iodium pada labu ukur II diekstrak 3 kali masing-masing menggunakan 8,3 mL dan Iodium pada labu ukur III diekstrak 5 kali masing-masing menggunakan 5 mL thiner. Semua campuran dikocok sampai kedua pelarut bercampur merata. Selanjutnya, didiamkan sampai terbentuk dua lapisan
4. Lapisan bagian bawah di keluarkan dan ditentukan kandungan Iodiumnya dengan cara mentitrasinya menggunakan prinsip titrasi iodometri
5. Lapisan bagian atas dikeluarkan dan ditentukan juga kandungan Iodiumnya menggunakan titrasi iodometri dengan menambahkan amilum sebagai indikator.
6. Tentukan persentase ekstraksi dan bandingan bagaimana pengaruh pengulangan ekstraksi terhadap persentase ekstraksi

E. Data Pengamatan

Titrasi Iodium pada Fase Organik menggunakan larutan thiosulfat

| Vol. Sampel (mL) | Tosulfat yang dihabiskan (mL) | Konsentrasi Iodium di fase organik |
|----------------------------------|-------------------------------|------------------------------------|
| 10 mL | | |
| 10 mL | | |
| 10 mL | | |
| Rata-rata konsentrasi Iodium (M) | | |

Titration of iodine in the aqueous phase using thiosulfate solution

| Vol. Sampel (mL) | Tosulfat yang dihabiskan (mL) | Konsentrasi iodium di fase air |
|----------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|
| 10 mL | | |
| 10 mL | | |
| 10 mL | | |
| Rata-rata konsentrasi iodium (M) | | |

Based on the iodine concentration obtained in the organic phase and the aqueous phase, calculate the distribution coefficient (KD) of iodine in the ether/air.

Influence of extraction on the percentage of extraction

| Pengulangan ekstraksi | Konsentrasi Iodium di fase air | Konsentrasi iodium di fase organik | Efisiensi (%E) |
|-----------------------|--------------------------------|------------------------------------|----------------|
| 1 | | | |
| 3 | | | |
| 5 | | | |

PEMISAHAN WARNA DENGAN KROMATOGRAFI KERTAS

A. TUJUAN PERCOBAAN

1. Mengidentifikasi jumlah komponen penyusun warna dari spidol menggunakan metode kromatografi kertas.
2. Menentukan harga R_f dari masing-masing warna hasil pemisahan dengan kromatografi kertas

B. DASAR TEORI

Kromatografi kertas merupakan salah satu bagian dari tehnik pemisahan kromatografi yang paling sederhana, dan merupakan cara klasik. Dalam pemisahan menggunakan tehnik pemisahan kromatografi kertas pada dasarnya didasarkan pada prinsip adsorpsi fase diam terhadap fase gerak, dimana yang menjadi fase diamnya adalah kertas yang mengandung serat selulosa, sedangkan yang menjadi fase geraknya (mobile) adalah eluen yang digunakan untuk setiap spesifikasi campuran yang akan dipisahkan. Semua kromatografi memiliki fase diam (dapat berupa padatan, atau kombinasi cairan-padatan) dan fase gerak (berupa cairan atau gas). Fase gerak mengalir melalui fase diam dan membawa komponen-komponen yang terdapat dalam campuran. Komponen-komponen yang berbeda bergerak pada laju yang berbeda.

Penentuan secara kualitatif hasil pemisahan menggunakan kromatografi kertas dapat diobservasi dari jumlah bercak yang menunjukkan jumlah komponen yang berhasil diidentifikasi dan harga *retardation factor* (R_f) atau faktor penahanan yaitu mengukur kecepatan relatif Bergeraknya komponen terhadap fase gerak. Kromatogram yang dihasilkan diuraikan dan zona-zona dicirikan oleh nilai-nilai R_f . Harga R_f dihitung

menggunakan rumus:
$$R_f_A = \frac{\text{Jarak yang ditempuh A}}{\text{Jarak yang ditempuh fase gerak}}$$

C. ALAT DAN BAHAN

Alat-alat:

- Chamber kromatografi
- Kertas kromatografi
- Pensil
- Penggaris
- Gunting

Bahan-bahan:

- Tinta spidol warna
- Akuades
- Alkohol

- Pewarna pangan
- Larutan NaCl

D. PROSEDUR KERJA

Pemisahan warna spidol

1. Siapkan kertas kromatografi ukuran 14 cm x 5 cm dan diberi batas bagian bawah(garis start) dan bagian atas (garis finish) menggunakan pensil kira-kira 2 cm dari tepi bawah dan atas kertas
2. Disiapkan chamber kromatografi dan isi dengan alcohol 70% kira-kira setinggi 3 cm dari bawah chamber.
3. Totolkan warna spidol pada garis start, kemudian masukkan pada chamber kromatografi.
4. Tutup chamber kromatografi untuk menstabilkan ruangnya.
5. Amati pergerakan pemisahan warna dalam kertas, dan proses pemisahan dihentikan jika fase gerak sudah mencapai garis finish.
6. Angkat kertas dan keringkan dengan cara diangin-anginkan
7. Tandai masing-masing bercak warna dengan pensil, selanjutnya hitung Rf masing-masing warna.
8. Ulangi percobaan di atas dengan menggunakan air

Pemisahan Warna pangan komersial

1. Kedalam chamber kromatografi diisi 25 mL 0,10% larutan NaCl. Tutup campuran menggunakan plastik atau aluminium foil.
2. Siapkan plat kromatografi (silika gel) dan buatlah garis dengan pensil kira-kira 2 cm ujung bawah dan 1 cm dari tepi atas.
3. Totolkan campuran zat warna dan standar pada plat selanjutnya tempatkan pada chamber kromatografi dan ditutup rapat.
4. Diamkan campuran hingga fase gerak sampai pada garis atas plat.
5. Keringkan dan ukur harga Rf dari masing-masing warna
6. Bandingkan harga Rf masing-masing spot terhadap spot warna standar dan identifikasi zat warna dalam campuran.

E. DATA HASIL PENGAMATAN

Tabel pengamatan pemisahan warna spidol

| No. | Sampel | Fase gerak | Jml. Bercak | Jarak Bercak | Jarak fase gerak | Nilai Rf |
|-----|----------|-------------|-------------|--------------|------------------|----------|
| 1 | Spidol 1 | Alkohol 70% | | | | |
| | | Air | | | | |
| 2 | Spidol 2 | Alkohol 70% | | | | |
| | | Air | | | | |

Tabel pengamatan pemisahan warna dari pewarna pangan

| No. | Sampel | Fase gerak | Jml. Bercak | Jarak Bercak | Jarak fase gerak | Nilai Rf |
|-----|------------------|------------|-------------|--------------|------------------|----------|
| 1 | Pewarna pangan 1 | NaCl 0,1% | | | | |
| 2 | Pewarna pangan 2 | NaCl 0,5% | | | | |

PEMISAHAN ION LOGAM MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI KERTAS

A. TUJUAN PERCOBAAN

1. Memisahkan ion logam dari campuran menggunakan kromatografi kertas
2. Mengidentifikasi ion-ion logam hasil pemisahan dalam kromatografi kertas
3. Menghitung nilai R_f dari masing-masing ion logam hasil pemisahan

B. DASAR TEORI

Kromatograf adalah suatu cara pemisahan dimana komponen-komponen yang akan dipisahkan didistribusikan antara 2 fase, yaitu fase gerak dan fase diam. Kromatografi kertas adalah kromatografi yang pelaksanaan pemisahannya menggunakan lembaran kertas saring yang berlaku sebagai medium pemisahan dan juga sebagai penyangga. Teknik kromatografi kertas diperkenalkan oleh Consden, Gordon dan Martin (1944) yang menggunakan kertas saring sebagai penunjang fase diam. Kertas merupakan selulosa murni yang mempunyai afinitas besar terhadap air atau pelarut polar lainnya. Cairan fase gerak yang biasanya berupa campuran dari pelarut organik dan air akan mengalir membawa noda cuplikan yang didepositkan pada kertas dengan kecepatan berbeda.

Prinsip kromatografi kertas adalah adsorbs dan kepolaran, dimana adsorbs didasarkan pada panjang komponen dalam campuran yang diadsorbsi pada permukaan fase diam dan kepolaran komponen berpengaruh karena komponen akan larut dan terbawa oleh pelarut jika memiliki kepolaran yang sama serta kecepatan migrasi pada fase diam dan fase gerak. Pada percobaan ini dilakukan kromatografi kertas untuk memisahkan ion-ion logam.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat-Alat:

- Kertas saring whatman,
- Chamber,
- Silinder kaca,

- Cawan petri,
- Pipet volume 25 mL, Pipet tetes,
- Pentotol,
- Filler,
- Mistar,
- Pensil,

Bahan-Bahan

- Ion Mn^{2+} , Pb^{2+} dan Hg^{2+} .
- Fase gerak (eluen) campuran aseton–HCl (9:1).
- Penampak noda K_2CrO_4 1 M

D. PROSEDUR KERJA

1. Siapkan chamber kromatografi dan isi dengan fase bergerak sampai ketinggian 2 cm dari dasar wadah.
2. Siapkan kertas saring whatman/kertas kromatografi dengan ukuran 15 x 7,5 cm dua lembar.
3. Buat garis start dan garis finish dengan pensil sekitar 2 cm dari tepi bawah dan tepi atas kertas.
- 4 Siapkan pipa kapiler yang bersih untuk penotolan sampel dan standar.
6. Lakukan penotolan sampel dan standar pada kertas yang telah dibatas pada masing-masing bagian.
7. Setelah penotolan, masukkan kertas kedalam chamber untuk proses elusi. (Kertas tercelup eluen dibawah garis batas bawah kertas).
8. Hentikan proses elusi, jika fase gerak (eluen) sudah mencapai garis batas atas. Kertas dikeringkan di udara bebas.
9. Lakukan penyemprotan dengan larutan K_2CrO_4 1 M untuk menghasilkan warna bercak.
10. Hitung harga R_f dari masing-masing komponen yang terpisah, dan bandingkan dengan R_f standar.

E. DATA HASIL PENGAMATAN

Tabel Pengamatan

| No. | Perlakuan | Hasil pengamatan |
|-----|--|------------------|
| 1 | Standar | |
| | Mn ²⁺ | Nilai Rf: |
| | Pb ²⁺ | Nilai Rf: |
| | Hg ²⁺ | Nilai Rf: |
| 2 | Sampel(campuran Mn ²⁺ , Pb ²⁺ dan Hg ²⁺) | Jumlah bercak |
| | | 1. Rf:..... |
| | | 2. Rf:..... |
| | | 3. Rf :..... |

PEMISAHAN ZAT PEWARNA ALAMI BUAH WORTEL MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI KOLOM

A. TUJUAN PERCOBAAN

1. Mengetahui teknik pemisahan kimia dengan cara kromatografi kolom.
2. Mengidentifikasi zat pewarna alami dalam tumbuh-tumbuhan dengan hasil pemisahan kromatografi kolom.

B. DASAR TEORI

Kromatografi terdiri dari dua fase, fase gerak dan fase diam. Fase diam berfungsi untuk menahan analit sedangkan fase gerak berfungsi membawa analit bergerak keluar kolom. Komponen yang dipisahkan harus larut dalam fasa gerak dan harus mempunyai kemampuan untuk berinteraksi dengan fasa diam dengan cara melarut di dalamnya atau teradsorpsi. Pemisahan terjadi berdasarkan perbedaan migrasi masing-masing analit yang menyusun suatu sampel. Hasil pemisahannya dapat digunakan untuk keperluan analisis kualitatif, analisis kuantitatif dan pemurnian suatu senyawa.

Pemisahan kromatografi kolom adsorpsi didasarkan pada adsorpsi komponen-komponen campuran dengan afinitas berbeda-beda terhadap permukaan fase diam. Kromatografi kolom teradsorpsi termasuk pada cara pemisahan cair padat, substrat padat bertindak sebagai fasa diam yang sifatnya tidak larut dalam fasa cair, fasa Bergeraknya adalah cairan atau pelarut yang mengalir membawa komponen campuran sepanjang kolom. Pemisahan bergantung pada kesetimbangan yang terbentuk pada bidang antar muka diantara butiran-butiran adsorben dan fase bergerak serta kelarutan relatif komponen pada fasa Bergeraknya. Antara molekul-molekul komponen dan pelarut terjadi kompetisi untuk teradsorpsi pada permukaan adsorben sehingga menimbulkan proses dinamis. Keduanya secara bergantian tertahan beberapa saat di permukaan adsorben dan masuk kembali pada fasa bergerak

C. ALAT DAN BAHAN

Alat-Alat:

- Gelas ukur
- Kolom kromatografi
- Erlenmeyer
- Kapas/glass wool
- Batang pengaduk
- Kertas saring

Bahan-bahan

- Silika gel untuk kolom kromatografi
- n-Hexane

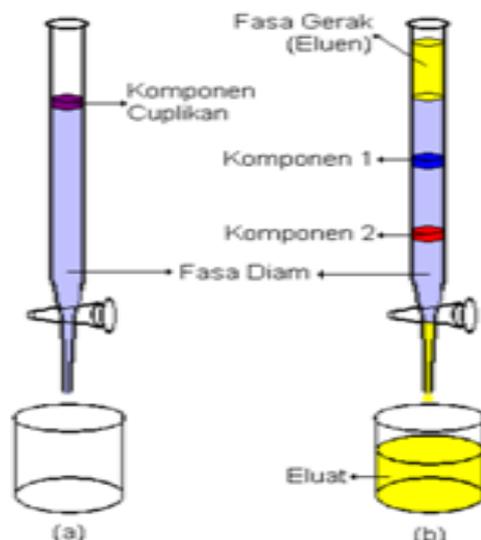
D. PROSEDUR KERJA

Preparasi sampel

1. Parut wortel kemudian tambahkan pelarut organik (ethanol/kloroform).
2. Saring filtrate dengan kapas, kemudian diuapkan hingga memperoleh filtrate yang pekat.

Penyiapan Kolom Kromatografi

1. Susunlah rangkaian alat kromatografi seperti gambar di bawah ini.



Gambar : Rangkaian alat kromatografi kolom konvensional

2. Masukkan kapas pada bagian ujung bawah kolom untuk penyangga fase diam

3. Masukkan silika gel atau bubuk CaCO_3 yang telah dibasahi ke dalam kolom dan atur tinggi silika gel kira-kira 10 cm dari bagian bawah.
4. Masukkan sampel ekstrak wortel kedalam kolom penyerap dengan menggunakan pipet, selanjutnya alirkan fase gerak n-heksana ke dalam kolom.
5. Amati pita-pita berwarna hasil pemisahan dalam kolom.

E. DATA HASIL PENGAMATAN

| |
|--------------|
| Warna 1..... |
| Warna 2..... |
| Warna 3..... |
| dst..... |

PEMISAHAN DAN PENENTUAN KOMPONEN DALAM CAMPURAN MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS

A. TUJUAN

1. Mengidentifikasi kadar komponen-komponen organik dengan teknik kromatografi gas
2. Menentukan kadar komponen-komponen organik dengan teknik kromatografi gas

B. DASAR TEORI

Kromatografi gas (KGC) dapat dipakai untuk memisahkan sekaligus juga untuk mengidentifikasi dan menentukan komponen-komponen organik yang mudah menguap dan stabil pada temperatur yang relatif tinggi. Agar dapat melalui kolom maka komponen-komponen harus berada dalam bentuk uap atau fasa gas. Untuk keperluan tersebut maka kolom kromatografi gas biasanya dioperasikan pada suhu 100 hingga 400°C. Teknik ini sering dipakai dalam menganalisis sampel-sampel migas, petrokimia, minyak atsiri, plavour dan kandungan pestisida atau herbisida di dalam lingkungan. Pemisahan di dalam kolom terjadi setelah sampel disuntikan ke dalam kolom, mula-mula komponen-komponen di dalam campuran diuapkan dan kemudian dielusi oleh gas pembawa untuk melewati kolom. Perbedaan laju migrasi masing-masing komponen dalam melalui kolom disebabkan oleh perbedaan titik didih dan interaksi masing-masing komponen dengan fasa stasioner, sehingga waktu yang diperlukan untuk keluar dari kolom untuk masing-masing komponen berbeda-beda. Komponen-komponen yang terelusi dikenali (analisa kualitatif) dari waktu retensi, TR. TR analit dibandingkan terhadap TR standar pada kondisi operasi alat yang sama. Sedangkan penentuan kadar atau jumlah analit (analisa kuantitatif) dilakukan dengan membandingkan luas puncak analit dengan luas puncak standar.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat-Alat:

- Kromatografi gas
- Pipet volume

- Piller
- Labu takar
- Neraca analitik

Bahan-bahan:

- Standar (metanol:etanol: propanol:butanol= 1:1:1:1)
- Sampel (metanol:etanol: propanol:butanol = 2:1:2:2)

D. PROSEDUR KERJA

1. Siapkan campuran senyawa standar (metanol, etanol, propanol, dan butanol) dengan perbandingan 1:1:1:1
2. Siapkan sampel campuran yang terdiri dari methanol, etanol, propanol, dan butanol dengan rasio yang sembarang, missal 2:1:2;2
3. Sebelum menggunakan alat kromatografi gas, kondisi kerja alat diatur, terutama temperatur kolom, laju alir gas pembawa, detektor, besar arus yang melalui detektor, attenuator, kecepatan kertas recorder, dan posisi pen pada recorder.
4. Injeksikan campuran standar yang telah dibuat ke dalam kolom kromatografi gas menggunakan syring.
5. Kemudian ditunggu hasil pengidentifikasian keluar dari mesin recorder.
6. Lakukan injeksi yang sama untuk sampel

E. DATA HASIL PENGAMATAN

Komponen teramati pada standar

| Metanol | Rt | Luas area | Persen Area |
|----------|----|-----------|-------------|
| Etanol | | | |
| Propanol | | | |
| Butanol | | | |

Komponen yang teramati pada sampel

| Metanol | Rt | Luas area | Persen Area |
|----------|----|-----------|-------------|
| Etanol | | | |
| Propanol | | | |
| Butanol | | | |

PEMISAHAN DAN PENENTUAN KOMPONEN DALAM CAMPURAN MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI

A. TUJUAN PERCOBAAN

1. Mengidentifikasi kadar komponen-komponen dalam sampel dengan teknik kromatografi cair kinerja tinggi
2. Menentukan kadar komponen-komponen dalam sampel dengan teknik kromatografi cair kinerja tinggi

B. DASAR TEORI

HPLC atau KCKT merupakan teknik pemisahan komponen dalam campuran berdasarkan perbedaan migrasi setiap analit diantara fase gerak dan fase diam. HPLC saat ini diterima secara luas untuk analisis dan pemurnian senyawa tertentu dalam suatu sampel pada sejumlah bidang, antara lain : farmasi; lingkungan; bioteknologi; polimer; dan industri-industri makanan. HPLC sering digunakan antara lain untuk menetapkan kadar senyawa aktif pada obat, produk hasil samping proses sintesis, atau produk-produk degradasi dalam sediaan farmasi. Keterbatasan metode HPLC ini adalah untuk identifikasi senyawa, kecuali jika HPLC dihubungkan dengan spektrometer massa (MS). Keterbatasan lainnya adalah sampel sangat kompleks maka resolusi yang baik sulit diperoleh (Cupritabu, 2010). Parasetamol adalah senyawa yang memiliki sifat polar dan gugus kromofor yang dimilikinya menyebabkan senyawa ini dapat menyerap sinar UV. Karakteristik senyawa ini memungkinkan analisis dengan teknik HPLC menggunakan kolom nonpolar seperti C-18 dan fasa gerak polar seperti methanol/ air. Parasetamol diabsorpsi cepat dan sempurna melalui saluran cerna. Konsentrasi tertinggi plasma dicapai dalam waktu 1/2 jam dan masa paruh plasma antara 1-3 jam. Obat ini tersebar ke seluruh tubuh. Dalam plasma, 25% parasetamol terikat protein plasma. Parasetamol digunakan sebagai analgesic dan antipiretik (Cupritabu, 2010).

C. ALAT DAN BAHAN

Alat-Alat:

- HPLC
- Labu ukur
- Statif
- Coron
- Gelas ukur

- Gelas kimia

Bahan-Bahan:

- Metanol
- Air
- Paracetamol

D. PROSEDUR KERJA

Pembuatan Larutan Standar Paracetamol

1. Masukkan 25mg serbuk parasetamol ke dalam labu ukur 50ml encerkan sampai tanda batas.
2. Pipet 1,0ml larutan ke dalam labu ukur 10ml, encerkan dengan fase gerak sampai tanda batas
4. Saring larutan dengan membrane filter ukuran 0.45 mikrometer
5. Larutan siap diinjeksikan ke dalam alat Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Penyiapan larutan Uji

1. Timbang dan serbukkan 4 tablet parasetamol
2. Tmbang sebanyak 50 mg, masukan ke dalam labu ukur 100ml. tambahkan 50ml fase gerak, kocok mengguakan shaker 10 menit.
3. Encerkan dengan fase gerak sampai tanda batas
4. Pipet sebanyak 2,0ml masukan ke dalam labu ukur 25ml encerkan dengan fase gerak sampai tanda batas.
5. Sarng dengan membrane filter 0.45 mikrometer
6. Larutan sap diinjeksikan kedalam HPLC

Pengukuran Paracetamol Standar dengan HPLC

1. Masukkan 25mg serbuk parasetamol ke dalam labu ukur 50 ml. encerkan dengan fase gerak sampai tanda batas
2. Pipet masing-masing 0.2; 0.; 0.6; 0.8; 1.0; dan 1.2 ml kedalam labu ukur 10 ml. encerkan dengan fase gerak sampai tanda batas
3. Saring larutan dengan membrane filter 0.45 mikro meter
4. Injeksikan larutan ke dalam HPLC

Analisis Sampel Paracetamol

1. Timbang dan serbukan 4 tablet parasetamol
2. Timbang sebanyak 50ml, masukan ke dalam labu ukur 100ml
3. Tambahkan 50 ml fase gerak, kocok dengan shaker selama 10 menit.
4. Encerkan dengan fase gerak sampai tanda batas
5. Pipet 2.0 ml ke dalam labu ukur 25ml, encerkan dengan fase gerak sampai tanda batas
6. Saring dengan membrane filter 0.45 mikrometer
7. Injeksikan sampel ke HPLC

E. DATA PENGAMATAN

Data hasil pengamatan paracetamol standar

| Rt | Area |
|----|------|
| | |
| | |
| | |
| | |

Data hasil pengamatan sampel paracetamol

| Rt | Area |
|----|------|
| | |
| | |
| | |
| | |

Analisis Kuantitatif

Larutan paracetamol standar

| Konsentrasi | Rt | Area |
|-------------|----|------|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Analisis kuantitatif sampel parasetamol

| Sampel | Rt | Area |
|--------|----|------|
| 1 | | |
| 2 | | |
| 3 | | |
| 4 | | |

DAFTAR PUSTAKA

Anna Pratima Nikalje., Dileep Bhosale. 2017. A Handbook of Chromatography. Scholars Press.

Fedor Macasek., James D. Navratil. 1992. Separation Chemistry. Departement of Chemistry. University of Warwick.

Harvey, D., 2000, Modern Analytical Chemistry, McGraw-Hill, New York

Maulana Azad. 2012. Textbook of Separation Processes. National Institute of Technology, Bhopal, India & CUNY, New York, USA.