

PENUNTUN PRAKTIKUM

**KIMIA ORGANIK II
(KIM 4171)**



Oleh
Sitti Hadijah Sabarwati, S.Si., M.Si.

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HALU OLEO
KENDARI
2020**

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur atas kehadiran Allah SWT karena segala rahmat dan hidayah-Nya sehingga pembuatan penuntun praktikum Kimia Organik II telah selesai.

Pembuatan penuntun praktikum organik II bertujuan untuk membantu mahasiswa dalam mempelajari dan memahami ilmu kimia organik yang di dalamnya membahas tentang bagaimana melakukan sintesis senyawa-senyawa kimia dan bagaimana teknik isolasi dan pemurnian senyawa bahan alam tumbuhan sehingga nantinya diharapkan mahasiswa tidak hanya memiliki bekal pengetahuan yang lebih tentang kimia organik tapi juga terampil dan mampu melakukan sintesis dan isolasi bahan alam. Untuk mencapai tujuan tersebut maka penuntun ini berisi percobaan-percobaan tentang *Penapisan Fitokimia; Isolasi Etil p-Metoksi Sinamat, Isolasi Kurkumin dari Kunyit. Isolasi Piperin dari Lada Hitam,; serta Kondensasi Benzoin.*

Dalam pembuatan Penuntun Praktikum Kimia Organik II tentunya masih terdapat beberapa kekurangan, oleh karena itu segala bimbingan, saran maupun kritikan sangat diharapkan dalam memperbaiki dan menyempurnakan penuntun ini.

Penyusun

PERCOBAAN I PENAPISAN FITOKIMIA

A. Tujuan Percobaan

Pada percobaan ini mahasiswa diharapkan :

- Mampu melakukan penapisan fitokimia terhadap tumbuhan tinggi
- Mampu melakukan teknik-teknik penapisan fitokimia dengan sebaik-baiknya

B. Teori

Pada tahun-tahun terakhir ini fitokimia atau kimia tumbuhan telah berkembang menjadi satu disiplin ilmu tersendiri, berada diantara kimia organik bahan alam dan biokimia tumbuhan.

Tumbuhan merupakan salah satu kekayaan hayati yang menarik untuk dipelajari kandungan kimianya secara kimia. Tumbuhan menghasilkan metabolit primer yang berupa polisakarida, protein, dan lemak yang biasanya digunakan untuk memenuhi kebutuhan sandang, pangan, dan papan bagi kelangsungan hidup manusia. Disamping itu tumbuhan juga mengandung metabolit sekunder yang memiliki struktur yang beragam. Dari banyak penelitian yang dilakukan, telah menunjukkan adanya ribuan senyawa kimia yang memiliki aktivitas biologi dan sifat-sifat lainnya.

Metabolit sekunder dihasilkan melalui tahap-tahap reaksi dalam jaringan tumbuhan yang disebut biosintes. Alkaloid, terpenoid, steroid, dan flavonoid merupakan beberapa contoh kelompok senyawa yang dihasilkan dari biosintesis tersebut. Penelitian kandungan kimia untuk satu tanaman (daun, batang, kulit batang, akar dll.) atau melakukan penapisan kandungan kimia terhadap berbagai spesies tanaman dalam satu famili pada bagian tertentu akan memberikan informasi tentang tingkat evolusi, pengelompokan dalam taksokimia serta pengetahuan tentang interaksi tumbuhan dengan lingkungannya. Langkah awal yang dilakukan adalah skrining (penapisan) komposisi kimia dari sampel. Kegiatannya meliputi ekstraksi soxhlet atau maserasi dan test khusus bagi metabolit-metabolit sekunder seperti alkalod, flavonoid, saponin, tannin, kuinon, terpenoid, dan steroid

C. Alat dan Bahan

1. Alat :

- Set ekstraksi soxhlet
- Blender
- Corong pisah
- Plat tetes
- Pipet
- Gelas Kimia
- Moirtal
- Tabung Reaksi

2. Bahan :

- Metanol
- Larutan amonia
- Kloroform
- HCl
- Pereaksi dragendorf
- AlCl_3
- Etanol
- 6 gram Mg
- amil alkohol
- NaOH
- Eter
- Lieberman Buchardt
- Gelatin
- FeCl_3

D. Prosedur percobaan

1. Persiapan Sampel

Sampel (bagian tumbuhan yaitu, kulit batang / batang / daun / akar),dipotong kecil- dijemur kemudian dihaluskan menggunakan blender.

2. Ekstraksi

Sampel sebanyak 250 gram dimaserasi dua kali dengan metanol teknis (@ 250 mL). Tiap maserasi dilakukan selama 2 jam. Setelah 2 jam ekstrak disaring,

bagian filtratnya dipekatkan, sehingga siap untuk dilakukan uji kandungan kimia dengan berbagai reagen.

3. Tes Identifikasi

a. Alkaloid

- ◆ Sebanyak 5 mL sampel dibasakan dengan larutan amonia 10 % (tes dengan kertas pH) kemudian dipartisi dengan kloroform (2 x 5 mL). Fraksi kloroform digabungkan lalu diasamkan dengan larutan HCl 1 M. Larutan asam dipisahkan dan diuji dengan pereaksi Dragendorf atau pereaksi meyer. Endapan kuning jingga atau putih menunjukkan adanya alkaloid.
- ◆ Plat KLT disemprot dengan campuran 5 mL reagen Dragendorf dan 10 gram asam tartrat dalam 50 mL air.

b. Flavonoid

- ◆ Sampel digerus dengan air panas dalam mortal, dididihkan selama 5 menit, saring, filtratnya diambil kemudian ditambahkan serbuk magnesium, 1 mL HCl pekat, dan amil alkohol ($\pm$ 1 mL). Warna merah pada lapisan alkohol menunjukkan adanya flavonoid.
- ◆ Ekstrak dalam plat KLT disemprot dengan 1 % $AlCl_3$ dalam etanol. Pengamatan dalam lampu UV bila terlihat flluoresensi warna kuning menunjukkan adanya flavonoid

c. Kuinon

- ◆ Dalam tabung reaksi dimasukkan 5 mL ekstrak, dididihkan dalam penangas air selama 5 menit, setelah dingin, saring filtratnya diambil dan ditambahkan larutan NaOH 5 %. Warna merah menunjukkan adanya kuinon.
- ◆ Ekstrak pada plat KLT disemprot dengan larutan 0,25 g Zn dalam 1 mL asam asetat dan 0,02 % metilen biru dalam aseton.

d. Saponin

Dalam tabung reaksi dimasukkan ekstrak dan ditambah dengan air lalu dikocok kuat selama 1-2 menit. Bila terjadi busa dengan ketinggian ± 1 cm selama 5 menit, menunjukkan adanya saponin

e. Steroid / Triterpenoid

- ◆ Ekstrak / sampel digerus / diekstraksi dengan eter. Ekstrak eter diambil, lalu eternya diuapkan setelah itu ekstrak eter ditempatkan dalam plat tetes (dua lubang) kemudian ditetesi pereaksi Lieberman-Buchardt. Amat. Bila terbentuk warna ungu menunjukkan adanya senyawa golongan triterpenoid, dan bila terbentuk warna ungu hingga biru menunjukkan steroid.
- ◆ Ekstrak pada plat KLT disemprot dengan pereaksi Lieberman-Buchardt, panaskan selama 10 menit pada suhu 100 °C. Spot diamati pada UV – Vis.

f. Tanin / Polifenol

- ◆ Sampel dididihkan dalam air selama 5 menit. Setelah dingin larutan disaring, filtrat diambil dan dibagi 2 masing-masing dimasukkan dalam tabung reaksi. Filtrat pada tabung pertama ditambahkan larutan gelatin 1 % bila terdapat endapan putih menunjukkan adanya tanin. Filtrat pada tabung kedua ditambah FeCl_3 1 %, warna biru kehitaman menunjukkan adanya polifenol.

E. Tugas

1. Sebelum Praktikum

- Apa yang dimaksud dengan maserasi.
- Mengapa dalam mengekstrak senyawa dari suatu sampel ada yang dipanaskan dan tidak dipanaskan, jelaskan.
- Berikan salah satu contoh senyawa yang termasuk golongan Alkaloid, Flavonoid, Kuinon, Saponin, Sterol (steroid), triterpenoid, dan tanin serta dan gambarkan strukturnya.

2. Sesudah Praktikum

- Sebutkan jenis-jenis ekstraksi selain maserasi (minimal 3), jelaskan !
- Apa, manfaat (aktivitas) dari masing-masing contoh senyawa Alkaloid, Flavonoid, Kuinon, Saponin, Sterol (steroid), triterpenoid, dan tanin.
- Jelaskan jalur biogenetik / biosintesis terbentuknya golongan senyawa terpenoid, steroid dan flavonoid.

PUSTAKA

Anonim, *Guide to TLC Visualization Reagents*, J.T., Baker Chemical co., Phillipsburg.

Achmad S.A., Hakim E.H., Juliawati L.D., Kasuma S., Makmur L., Syah, Y. M. **1995**, "Need for Technology evelopment of Tropical Bioresources Utilization", makalah pada *The Second International Forum on Concervation and Sustainable Use Tropical Bioresources* di Jakarta, 17-19 Januari 1995, editor Irawadi Jamaran, BPPT, Jakarta.

Harborne J.B., **1973**, "Flavonoid as Systematic Marker in Angiosperm", makalah pada Nobel Symposium 25 : *Chemistry Botanical Classification*, 20-25 Agustus 1973, Academic Press, New York and London.

Harborne J.B., a.b., Padmawinata K., dan Soediro I, **1996**, *Metoda Fitokimia*, Penerbit ITB, Bandung.

PERCOBAAN II

ISOLASI ETIL *p*-METOKSI SINAMAT

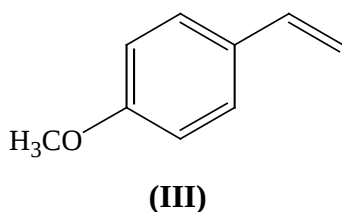
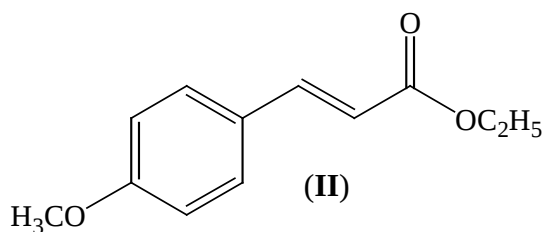
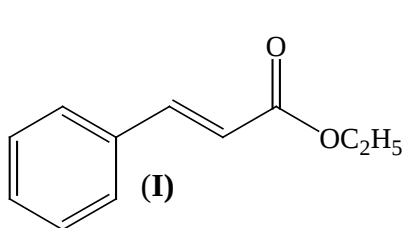
A. Tujuan Percobaan

Setelah melakukan percobaan ini mahasiswa harus dapat :

1. Menjelaskan prinsip dasar dan teknik isolasi dengan cara perkolasi.
2. Melakukan pemisahan dan pemurnian hasil isolasi dari bahan tumbuhan.

B. Teori

Kencur (*Kaemferia galangal* L.) merupakan tanaman tropis yang banyak tumbuh di kebun dan pekarangan, digunakan sebagai bumbu dapur dan termasuk salah satu tanaman obat tradisional Indonesia. Senyawa kimia yang terkandung di dalamnya antara lain **etil *p*-metoksi sinamat (II)** sebagai **komponen utama**, etil sinamat (I), *p*-metoksistiren (III) dll. Kadar etil *p*-metoksi sinamat dalam kencur cukup tinggi (tergantung spesiesnya) biasa sampai 10 %, karena itu dengan mudah bisa diisolasi dari bagian umbinya menggunakan pelarut petroleum eter atau etanol



C. Alat dan Bahan

1. Alat :

- Erlenmeyer 250 mL
- Corong buchner

- Chamber

2. Bahan :

- Kencur ~ 50 g
- n-heksan
- Kertas saring
- Kloroform
- Plat TLC

D. Prosedur Kerja

Dalam Erlenmeyer 250 mL masukkan serbuk kencur sebanyak ~ 50 g, kemudian direndam dengan 100 mL n-heksan hingga selapis n-heksan terdapat di atasnya. Hangatkan beberapa menit dalam penangas air sambil digoyang-goyang, biarkan selama setengah jam dalam temperatur kamar kemudian saring. Pisahkan residu kencur dan ulangi perkolasi sekali lagi menggunakan pelarut dengan jumlah yang sama, filtrat yang diperoleh digabung kemudian dipekatkan dibawah tekanan rendah (evaporator) sampai volum larutan kira-kira setengahnya. Larutan pekat didinginkan dalam air es, padatan yang terbentuk disaring dengan corong Buchner, filtrat dipekatkan sekali lagi dan padatan yang kedua setelah disaring digabung kemudian ditimbang. Hitung rendamennya.

Rekristalisasi dilakukan dengan n-heksana, kemudian diukur titik lelehnya dan bandingkan dengan literature. (Lit. 48-50 °C)

Sampel kristal hasil isolasi dilarutkan dalam petroleum eter, menggunakan kapiler, totolkan pada pelat KLT ukuran 2 x 7 cm, pada jarak 1 cm dari bawah, gunakan etil *p*-metoksi sinamat standar sebagai pembanding. Masukkan dalam chamber yang telah dijenuhkan dengan eluen kloroform, pengamatan bercak dilakukan dengan melihatnya di bawah lampu UV atau dimasukkan ke dalam chamber iodium. Hitung R_f dan bandingkan dengan standar

E. Tugas

1. Sebelum Praktikum

- Carilah taksonomi tanaman Kencur, tuliskan kandungan kimia dari spesies lain yang satu famili dengan tanaman kencur, apakah ada yang sama atau berbeda, mengapa ? Jelaskan !
- Carilah informasi tentang kandungan kimia lain beserta manfaatnya dari tanaman kencur

2. Sesudah Praktikum

- Tuliskan cara-cara transformasi senyawa-senyawa yang dapat diturunkan dari minimal 3 senyawa hasil isolasi kencur.
- Bagaimana mengetahui bahwa senyawa hasil isolasi sesuai yang diinginkan, jelaskan (minimal 3).

PUSTAKA

Skripsi, Tesis, Disertasi mengenai isolasi senyawa-senyawa dari tumbuhan *Kaemferia galanga* L

PERCOBAAN III

ISOLASI KURKUMIN DARI KUNYIT

A. Tujuan Percobaan

Pada akhir percobaan ini mahasiswa diharapkan dapat menjelaskan proses dan teknik pemisahan kurkumin dari kunyit secara kromatografi serta sifat-sifat kurkumin.

B. Teori

Kunyit merupakan salah satu tumbuhan yang sudah sangat akrab dengan masyarakat Indonesia. Rimpang (rizoma) dari tumbuhan ini biasa digunakan sebagai bahan dasar warna kuning dalam industri tekstil tradisional serta digunakan sebagai bumbu masakan, disamping kegunaannya sebagai obat tradisional. Nama latin dari kunyit adalah *Curcuma longa* yang termasuk dalam family Zingiberaceae (temua-temuan).

pp

Komponen aktif dari rimpang kunyit adalah kurkumin (E,E)-1,7-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)-(1,6-heptadien-3,5-di on) yang biasanya terdapat 1,5 – 2% dari berat rimpang kunyit kering. Struktur senyawa ini ditentukan tahun 1910 oleh V.Lampe dan merupakan diarilhepatanoid yang pertama ditemukan. Kurkumin juga dapat disintesis di laboratorium. Kurkumin dilaporkan memiliki sifat anti kanker dan anti tumor. Analog kurkumin telah dilaporkan pula mampu menghambat enzim HIV 1-integrase.

C. Alat dan Bahan

1. Alat

- Satu set alat refluks
- Penyaring vakum (corong Buchner)
- Alat destilasi
- Penangas air
- Kolom kromatografi
- Penotol (pipa kapiler)
- Chamber KLT

- Lampu UV
- Spatula
- Gelas kimia
- Evaporator

2. Bahan

- Rimpang kunyit kering
- Diklorometan (CH_2Cl_2)
- Heksan
- Methanol
- Silica gel
- Pelat KLT
- Pelat KLT preparatif
- Kertas

D. Prosedur Kerja

20 g rimpang kunyit kering dalam 50 ml diklorometan direfluks selama 1 jam. Campuran kemudian segera disaring dengan saringan vakum hingga diperoleh larutan kuning. Larutan kemudian dipekatkan melalui destilasi pada penangas air 50 °C. Residu kuning kemerahan yang diperoleh kemudian dicampurkan dengan 20 ml heksan dan diaduk secara merata. Campuran kemudian disaring lagi dengan penyaring vakum. Padatan yang dihasilkan selanjutnya dianalisis dengan kromatografi lapis tipis (KLT) menggunakan eluen CH_2Cl_2 : MeOH = 97 : 3 yang akan menunjukkan tiga komponen utama.

Kromatografi menggunakan kolom kromatografi dibuat menggunakan 15 g silica gel dan eluen CH_2Cl_2 : MeOH = 99 : 1 dengan tinggi kolom berkisar antara 15-20 cm. 0,3 g dari ekstrak kasar yang diperoleh dilarutkan dengan sesedikit mungkin pelarut CH_2Cl_2 : MeOH = 99 : 1 dan kemudian teteskan secara perlahan pada bagian atas kolom (jangan merusak permukaan kolom). Lakukan elusi hingga komponen pertama habis. Monitoring dilakukan dengan menggunakan KLT. Gabungan fraksi yang mengandung komponen pertama ini kemudian dikeringkan.

Proses pemisahan dilakukan pula dengan menggunakan KLT preparatif. Ekstrak kasar (0,1 g) dilarutkan dengan sesedikit mungkin pelarut CH_2Cl_2 :

MeOH = 99 : 1, kemudian ditotolkan pada batas awal plat KLT preparatif dengan menggunakan pipa kapiler yang diameternya lebih besar dari pada pipa kapiler untuk titik leleh. Setelah noda kering, lakukan elusi dengan eluen CH_2Cl_2 : MeOH = 97 : 3. Hasil elusi dilihat di bawah lampu UV, kemudian pita komponen utamanya diberi tanda dengan spatula. Bagian pita yang dipilih dipisahkan dari komponen lainnya dengan cara mengeruk lapisan silica dan ditampung pada kertas. Pindahkan silica tersebut ke dalam gelas kimia, larutkan dengan CH_2Cl_2 , kemudian saring dan cuci dengan pelarut yang sama. Filtrat diuapkan dengan evaporator. Lakukan uji kemurnian fraksi yang diperoleh dengan KLT (eluen CH_2Cl_2 : MeOH = 97 : 3). Bandingkan kemurniannya dengan fraksi hasil pemisahan secara kromatografi kolom.

E. Tugas

1. Sebelum Praktikum

- Apakah senyawa diarilheptanoid itu dan lingkarilah unit-unit molekul pembangun struktur tersebut (kerangka). Perhatikan sruktur kurkumin, berikan penomoran terhadap struktur tersebut sehingga sesuai dengan nama sistematisnya, jelaskan !
- Struktur kurkumin yang tercantum dalam bagian teori ini adalah bentuk enol dari β -diketo. Tuliskan reaksi kesetimbangan keto-enol tersebut dan beri penjelasan mengapa kesetimbangan ini $\sim 100\%$ pada bentuk enolnya?

2. Sesudah Praktikum

- Mengapa analisis komponen-komponen senyawa yang menggunakan KLT atau kromatografi kolom perbandingan campuran pelarutnya divariasikan, jelaskan secara singkat dan jelas
- Bagaimana tingkat kemurnian kurkumin hasil pemisahan secara kromatografi kolom? Jelaskan!

PUSTAKA

Anderson, A.M., Mithcell, M.S., and Mohan, R.S., "Isolation of Curcumin from Turmeric", *J.Chem. Ed.*, **77(3)**, 2000, p.359-360.

Skripsi, Tesis, Disertasi mengenai isolasi senyawa dari *Curcuma longa* atau genus *Curcuma* lainnya.

PERCOBAAN IV ISOLASI PIPERIN DARI LADA HITAM

A. Tujuan Percobaan

Pada percobaan ini mahasiswa diharapkan :

1. Mengisolasi alkaloid dalam tanaman lada hitam dengan soxhlet.
2. Mengetahui jenis alkaloid apa yang terkandung dalam tanaman lada hitam

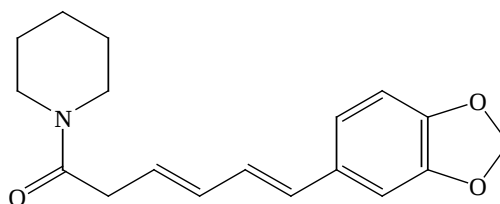
B. Teori

Alkaloid adalah salah satu senyawa organik bahan alam yang banyak jumlahnya dengan variasi struktur yang banyak pula. Walaupun demikian, senyawa-senyawa alkaloid diklasifikasikan berdasarkan pada :

1. Jenis cincin heterosiklik nitrogen yaitu piroolidin, piperidin, isokuinolin, kuinolin, dan indol.
2. Jenis tumbuhan dari mana alkaloid ditemukan, misalnya alkaloid tembakau, alkaloid amaryllidaceae, alkaloid erythrina, dsb
3. Asal-usul biogenetik, yakni dari asam-asam amino alifatik dan asam-asam amino aromatik. Cara ini sangat berguna untuk menjelaskan hubungan antara berbagai alkaloid yang diklasifikasikan berdasarkan jenis cincin heterosiklik, dengan kata lain cara ini merupakan perluasan dari klasifikasi yang didasarkan pada jenis cincin heterosiklik, dan sekaligus mengkaitkannya dengan konsep biogenesis.

Kegunaan senyawa alkaloid bagi tumbuhan adalah sebagai plindung dari serangan hama, penguat tumbuhan dan pengatur kerja hormon.

Piperin (1-piperilpiperidin) merupakan senyawa alkaloid dengan inti piperidin, berbentuk kristal kuning dengan titik leleh berkisar 127 – 129,5 °C, merupakan basa yang tidak optis aktif, dapat larut dalam alkohol, benzen, eter dan sedikit larut dalam air. Piperin terdapat dalam tanaman lada (*Piper nigrum* L). Kandungan piperinnya berkisar antara 5-92 %. Struktur piperin adalah :



C. Alat dan Bahan

1. Alat :

1. Satu set alat soxhlet
2. Corong
3. Evaporator

2. Bahan :

- Etanol absolut
- 10 % KOH-Etanol
- Kertas Saring

D. Prosedur Kerja

Lada hitam dibersihkan dari kotoran dan dikeringkan kemudian digiling menjadi serbuk halus. Serbuk lada sebesar 90 g dibungkus dengan kertas saring dan dimasukkan ke dalam soxhlet. Ekstraksi dilakukan selama 5 jam dengan menggunakan pelarut etanol absolut. Ekstrak disaring dan dilakukan evaporasi untuk memisahkan pelarut etanol. Masukkan 30 mL larutan 10 % KOH – Etanol ke dalam ekstrak dan lakukan penyaringan. Larutan basa etanol didiamkan semalam. Kristal yang terbentuk dipisahkan dari larutan, akan diperoleh kristal berwarna kuning. Lakukan rekristalisasi dengan pelarut etanol 95 %. Kristal yang terbentuk diuji titik lelehnya.

E. Tugas

1. Sebelum Praktikum

- a. Apakah isolasi alkaloid dapat dilakukan secara langsung menggunakan metoda ekstraksi dengan pelarut organik. Jelaskan jawaban saudara.
- b. Gambarkan struktur alkaloid jenis cincin heterosiklik nitrogen yaitu pirolidin, piperidin, isokuinolin, kuinolin, dan indol.
- c. Jelaskan mengapa piperin merupakan basa yang tidak optik aktif, kaitkan dengan struktur dari piperin.

2. Sesudah praktikum

- a. Jelaskan mengapa kristal yang terbentuk dilakukan rekristalisasi dan uji titik leleh.
- b. Tuliskan salah satu jenis reaksi yang bisa dilakukan terhadap piperin
- c. Jelaskan mengenai ekstraksi suatu senyawa yang menggunakan teknik soxhlet.

PUSTAKA

Achmad S.A., *Buku Materi Pokok Kimia Organik Bahan Alam*, **1986**, Penerbit karunia Jakarta, Jakarta, Universitas Terbuka, hal. 47-61

Anwar C., dkk, *PENGANTAR Praktikum KIMIA ORGANIK*, **1994**, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, hal. 370-385

PERCOBAAN V

KONDENSASI BENZOIN

A. Tujuan Percobaan

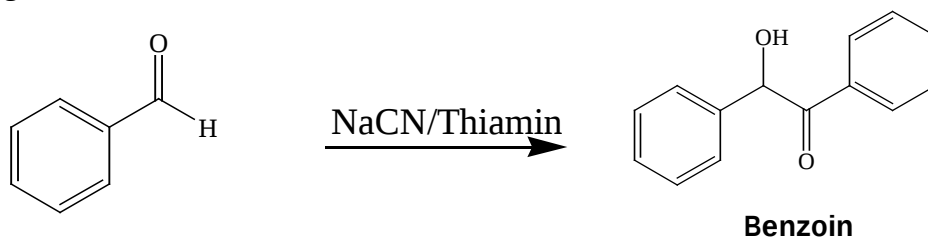
Setelah melakukan praktikum ini mahasiswa diharapkan mampu :

Menjelaskan dan memahami tentang kondensasi benzoin

B. Teori

Dua molekul suatu aldehid aromatik, apabila dipanaskan dengan sejumlah katalitik natrium atau kalium sianida dalam larutan etanol, akan bereaksi membentuk ikatan karbon-karbon baru antara karbon karbonil. Produknya merupakan suatu α -hidroksi keton (suatu kelompok senyawa dengan nama generik benzoin). Kondensasi ini pertama kali ditemukan secara tak sengaja oleh Wohler dan Leibig pada tahun 1882 pada saat mereka berusaha mengekstrak benzaldehid sianohidrin dengan basa untuk menghilangkan pengotor asam. Katalis lain yang biasa digunakan selain NaCN/KCN adala basa konjugasi dari garam thiazolium, yang ditemukan oleh Breslow pada tahun 1958. Katalis ini efektif untuk menstabilkan anion- α dengan resonansi. Salah satu senyawa yang mengandung gugus thiazole ini adalah Thiamin (vitamin B₁)

Apabila reagen seperti sianida atau thiamin ini tidak ada, benzaldehid akan beraksi dengan ion hidroksida untuk membentuk suatu tetrahedral intermediat yang menghasilkan suatu sumber hidrida yang dapat mereduksi molekul benzaldehid lainnya menjadi turunan alkoholnya. Oleh karena itu control pH merupakan hal yang menentukan dalam kondensasi benzoin benzaldehid



C. Alat dan Bahan

1. Alat :

- Labu bundar 100 mL atau Erlenmeyer kecil
- Penangas air

- Gelas Kimia
- Termometer
- Corong buchner
- Alat Tituik Leleh

2. Bahan :

- Thiamin hidroklorida (Vitamin B1)
- H₂O
- Etanol 95 %
- Es
- NaOH 3 M
- Benzaldehid
- Kertas pH

D. Prosedur Kerja

Larutkan 3,5 g (10 mmol) thiamin hidroklorida (vitamin B1) dalam 7,5 mL air di dalam labu bundar 100 mL atau Erlenmeyer kecil. Tambahkan 35 mL etanol 95 % dan dinginkan dalam wadah berisi air es. Goyangkan perlahan larutan Thiamin dan perlahan tambahkan 7,5 mL larutan NaOH 3 M dingin selama periode 7 - 10 menit. Tambahkan 21,2 g (~ 20 mL, 200 mmol) benzaldehid ke dalam campuran reaksi, goyangkan dan periksa pH-nya. Jika pH lebih rendah daripada 8, teteskan lagi larutan NaOH 3 M sampai pH kira-kira antara 8 - 9. Panaskan air dalam gelas kimia sampai suhu ~ 60 - 70 °C, kemudian panaskan campuran reaksi dalam penangas air selama 1 jam dan suhu reaksi dijaga pada 60 - 63 °C. Dinginkan campuran reaksi pada suhu kamar dan dinginkan lebih lanjut dalam wadah air es pada suhu sekitar 10 °C. Endapan putih produk akan terbentuk. Kumpulkan produk dengan penyaring Buchner dan cuci dengan 5 mL air es. Rekristalisasi produk dalam etanol 95 % etanol - air, menggunakan pelarut panas dalam jumlah minimum untuk melarutkan produk. Timbang kristal murni dan tentukan persen rendamen dan titik leleh benzoin (~ 137 °C).

E. Tugas

1. Sebelum Praktikum

- Jelaskan mengenai kondensasi benzoin,
- Gambarkan struktur Vitamin B₁
- Mengapa dalam kondensasi benzoin perlu memperhatikan pengaruh pH ?

2. Sesudah Praktikum

- Sebutkan dan jelaskan jenis kondensasi lain selain dalam penuntun praktikum ini (minimal 3), apa perbedaannya.
- Tuliskan mekanisme reaksi pembuatan benzoin

PUSTAKA

Pasto, D.J., Johnson, C.R., Miller, M.J., *Experimental Organic Chemistry*, Prentice Hall, Engelwood Cliffs, New Jersey, **1992**, p. 501

Wilcox, C.F. dan Wilcox, M.F., *Experimental Organic Chemistry. A Small Scale Approach*. Prentice-Hall, Engelwood Cliffs, New Jersey, **1998**, p. 401 dan 477

PERCOBAAN VI
KONDENSASI SENYAWA KARBONIL :
PEMBUATAN DIBENZALASETON

A. Tujuan Percobaan

Pada percobaan ini praktikan diharapkan dapat:

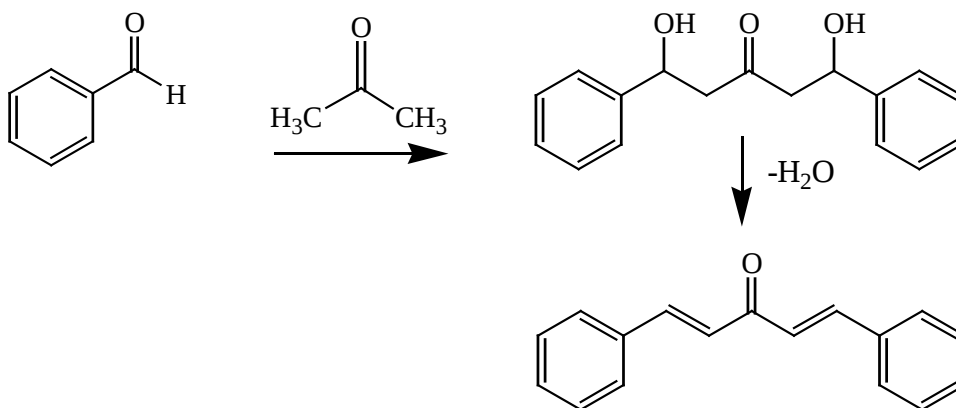
1. Menjelaskan reaksi kondensasi aldol adari senyawa karbonil
2. Melakukan teknik kristalisasi sebagai cara pemurnian senyawa organik

B. Teori

Reaksi yang melibatkan antara suatu senyawa karbonil dengan senyawa lain yang mengandung gugus metilen yang hidrogennya reaktif banyak di jumpai. Reaksi jenis ini seringkali merupakan pilihan dalam menciptakan ikatan karbon baru. Dalam sintesis kimia organik, pembentukan ikatan karbon-karbon baru artinya adalah perpanjangan atau pembentukan kerangka molekul baru sesuai dengan target sintesa.

Dalam kondensasi aldol, kondensasi dilanjutkan dengan dehidrasi sehingga dihasilkan adalah suatu ikatan baru karbon – karbon ikatan karbon dua. Dibenzalaseton dapat dibuat melalui kondensasi aseton dengan benzaldehid dalam suasana basa. Reaksi merupakan contoh kondensasi aldol yang diikuti dehidrasi. Dehidrasi hasil reaksi aldol sangat sulit dihindari sebagai hasilnya merupakan iktan rangkap yang kemudian berkonyugasi dengan cincin aromatik. Reaksi lain yang mungkin terjadi, meskipun kemungkinannya kecil, adalah reaksi Cannizzaro.

Dengan menggunakan konsep yang sama kita juga dapat merancang suatu sintesis dengan menggunakan reaksi kondensasi aldol dengan reagen yang berbeda, seperti vanillin dengan penta-3- on, atau anisaldehyd dengan sikloheksanon.



C. Alat dan Bahan

1. Alat :

- Erlenmeyer 50 mL
- Corong buchner

2. Bahan :

- Benzaldehyde
- Aseton
- Etanol
- NaOH

D. Prosedur Kerja

Campurkan 1 mL benzaldehid, 0,37 mL aseton dan 1 mL etanol. Lalu tambahkan setengah dari campuran ini pada larutan dari 1gr NaOH dalam 10 mL air dan 8 mL etanol dalam labu Erlenmeyer 50 mL. Aduk campuran selama 16 menit dan tambahkan sedikit demi sedikit campuran yang tersisa. Tambahkan etanol jika masih ada senyawa karbonil yang belum melarut. Aduk campuran reaksi hingga di peroleh padatan yang mengendap. Kemudian padatan yang terbentuk disaring dengan corong buchner dan cuci dengan air untuk menghilangkan basa yang mungkin tersisa. Rekristalisasi senyawa dibenzalaseton dilakukan dengan etanol.

E. Tugas

1. Sebelum Praktikum:

- Senyawa apa yang terbentuk dari hasil kondensasi aldol : (a). benzaldehid dan propionaldehid; (b). benzaldehid dan aseton (berlebih) ?

2. Sesudah Praktikum:

- Apa yang terjadi jika dibenzalaseton dinitrasi dengan HNO_3 pekat dalam suasana asam kuat.
- Susun rancangan reaksi yang memiliki konsep sama dengan pembuatan dibenzalaseton ! jelaskan reagen-reagen dan kondisi reaksi yang paling sesuai agar reaksi anda tersebut kemungkinan besar akan berlangsung di laboratorium

PUSTAKA

Hull, L.A., "The Dibenzalacetone Reaction Revisited", *J. Chem. Ed.*, 78 (2), **2001**, p.226

Pasto, D.J., Johnson, C.R., Miller, M.J., "Experimental Organic Chemistry, Prentice Hall", Engelwood Cliffs, New Jersey, **1992**, p.509

Wilcox, C.F. and Wilcox, M.F., "Experimental Organic Chemistry. A Small Scale

PERCOBAAN VII
KROMATOGRAFI KOLOM DAN LAPIS TIPIS
(PEMISAHAN DAN PEMURNIAN LIKOPEN DAN β -KAROTEN DARI
EKSTRAK TOMAT ATAU WORTEL)

A. Tujuan Percobaan

Pada akhir percobaan mahasiswa harus mampu:

1. Melakukan teknik-teknik dasar kromatografi kolom dan lapis tipis pada proses isolasi dan pemurnian senyawa bahan alam
2. Menjelaskan perbedaan prinsip dasar kromatografi kolom dan lapis tipis

B. Teori

Kromatografi adalah prinsip pemisahan campuran senyawa atas komponen-komponennya berdasarkan perbedaan kecepatan migrasi masing-masing komponen pada dua fase, yakni fase diam dan fase gerak. Perbedaan kecepatan perpindahan tersebut dapat disebabkan oleh kemampuan masing-masing komponen untuk di serap (adsorpsi), atau perbedaan distribusi diantara dua fase yang tak saling bercampur (partisi).

Pemisahan suatu campuran secara kromatografi dapat dilakukan dengan mengikuti beberapa teknik kromatografi, yaitu kromatografi kolom, kromatografi kertas, dan kromatografi lapis tipis (TLC, *Thin Layer Chromatography*). Kedua teknik terakhir dapat dianggap suatu bentuk terbuka dari kromatografi kolom. Pemisahan berdasarkan kromatografi partisi, secara teoritis sama dengan ekstraksi cair-cair, yaitu terdistribusinya kedua senyawa dalam dua fase system pelarut. Sedangkan pemisahan berdasarkan kromatografi adsorpsi, sangat tergantung kepada distribusi pada kedua fase cair dan padat.

Pada percobaan ini akan dilakukan pemisahan dengan cara kromatografi kolom dan lapis tipis dari senyawa likopen dan β -karoten hasil isolasi dari ekstrak tomat dan wortel. Likopen adalah pigmen warna merah pada tomat yang merupakan senyawa C_{40} -karotenoid, yang terdiri dari delapan unit isoprene. β -karoten adalah pigmen warna kuning dari wortel, merupakan bentuk isomer likopen dimana ikatan rangkap pada C_1 - C_2 dan C_1' - C_2' digantikan oleh ikatan yang memanjang dari C_1 ke C_6 dan C_1' dan C_6' membentuk cincin. Kromofor yang ada dalam likopen dan β -karoten sama-sama merupakan sistem 11 ikatan rangkap terkonjugasi geometri trans. Sifat kromofor dalam struktur kedua senyawa ini mudah dikenali di bawah lampu UV sehingga memudahkan

identifikasi dalam kromatografi lapis tipis. Selain sebagai pigmen warna, likopen juga diketahui memiliki aktivitas pencegah kanker prostate, sedangkan β -karoten tidak memiliki sifat ini.

C. Alat dan Bahan

1. Alat

- Tabung sentrifuge atau tabung reaksi
- Sentifuge
- Corong Buchner
- Spatula
- Rotary evaporator
- Kolom kromatografi (kolom gelas 50 mL diameter 10 mm)
- Corong biasa
- Pengaduk
- Tabung reaksi ukuran 15 cm

2. Bahan

- Tomat atau wortel
- Aseton
- Diklorometan
- Serbuk kalsium klorida anhidrat
- Alumina/silica gel
- n-heksan
- glass wool atau kapas dan kertas saring whatman

D. Prosedur Kerja

Dehidrasi dan Ekstraksi Pasta Tomat atau Wortel

Masukkan pasta tomat atau wortel sebanyak 5 g ke dalam tabung sentrifuga 15 mL (atau tabung reaksi ukuran 15 cm), lalu tambahkan 7 mL aseton, lalu lakukan sentrifuge selama beberapa menit sampai pastanya tidak lengket dan menggumpal. Sraing campuran dengan corong Buchner kecil. Keluarkan endapan dalam tabung sentrifuga dan bersama-sama yang tertinggal pada kertas saring dibiarkan mongering. Tekan-tekan endapan pada kertas saring perlahan menggunakan spatula untuk menghilangkan cairan/pelarutnya. Filtrate yang berwarna kuning dibuang, lalu masukkan kembali endapan ke dalam tabung sentrifuga, tambahkan 5 ml diklorometana untuk mengekstraksi. Tutuplah tabung sentrifuga, kocok dengan kuat. Saring kembali menggunakan corong Buchner (kali ini filtratnya jangan dibuang!!!). endapan pada kertas saring diekstraksi kembali oleh 2 atau 3 kali 5 ml diklorometana, lalu saring kembali. Semua filtrate diklorometana dikumpulkan dan ditambahkan serbuk kalsium klorida anhidrat. Kemudian dekantasi atau saring filtrate diklorometana, lalu lakukan evaporasi tanpa pemanasan terhadap diklorometana menggunakan isapan vakum atau menggunakan rotary evaporator sampai semua pelarutnya menguap. Timbang berat produk kasar. Larutkan produk dalam sedikit diklorometana, simpanlah 1-2 tetes larutan ini untuk analisis kromatografi lapis tipis (**larutan a**). Ke dalam sisa larutan produk dalam diklorometana lainnya, tambahkan 200 mg alumina/silica gel, lalu diaduk dan dikeringkan campuran sampai kering menggunakan isapan vakum atau rotary evaporator, tanpa pemanasan.

Pembuatan kromatografi kolom (lihat lampiran gambar)

Karotenoid kasar dikromatografi pada kolom berisi alumina/silica gel setinggi 8 cm yang telah dikembangkan dalam pelarut n-heksana. Siapkan kolom gelas 50 ml diameter 10 mm yang bagian bawahnya telah dilengkapi dengan kran Teflon, berisi penyumbat glass wool atau kapas, dan isikan ke dalamnya n-heksana secukupnya. Sebelumnya, pada saat kolom dalam keadaan kosong, masukkan alumina/silica gel kering setinggi 8 cm, lalu keluarkan kembali. Alumina/silica gel ini lalu dilarutkan dalam n-heksana sampai berbentuk bubur/slurry. Tuangkan perlahan-lahan alumina/silica gel yang sudah berupa bubur/slurry dalam n-heksana ke dalam kolom

sedikit demi sedikit (jangan ada gelembung udara) melalui corong. Setelah tertuangkan semuanya, turunkan permukaan pelarut hingga mencapai sedikit di atas permukaan alumina/silica gel yang telah mengabsorpsi ekstrak karotenoid, ke dalam kolom. Tambahkan beberapa tetes n-heksana untuk mencuci bagian dalam kolom kromatografi dan melarutkan campuran karotenoid. Lakukan elusi dengan n-heksana secara perlahan di atas permukaan alumina/silica gel (jangan sampai teraduk), teruskan elusi dengan n-heksana sampai terbentuk cincin-cincin berwarna. Atur pengeluaran n-heksana (=kecepatan elusi) kira-kira 3-5 ml/menit. Buanglah eluat bening yang pertama kali keluar, tapi kumpulkanlah semua larutan berwarna kuning/orange yang keluar bersama-sama. Tempatkan satu tetes larutan berwarna kuning di atas permukaan pelat kaca dan biarkan pelarutnya menuap sampai kering. Amati apakah material yang di atas pelat kaca membentuk Kristal. Apabila anda menggunakan pasta tomat, sejumlah kecil β -Karoten akan keluar lebih dahulu, diikuti oleh likopen. Kumpulkan larutan likopen yang berwarna merah dengan mengelusi kolom menggunakan campuran 10% aseton di dalam n-heksana. Larutan berwarna merah ini diuapkan sampai kering menggunakan rotary evaporator atau destilasi. Timbang produk yang terbentuk, larutkan di dalam sedikit diklorometana, untuk dilakukan pemisahan kedua senyawa dengan kromatografi lapis tipis, untuk menguji kemurniannya (**larutan b**).

Pemeriksaan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

a. Sebelum Kromatografi Kolom

Larutan ekstrak yang dipisahkan sebelumnya (**larutan a**) ditotolkan pada plat TLC menggunakan batang kapiler atau kapiler untuk mengukur titik leleh, sekitar 0,5 cm dari dasar plat (beri tanda dengan pensil!). ulangi penotolan beberapa kali, tetapi usahakan nodanya sekecil mungkin (diameter < 1 mm), dan setiap kali penotolan harus menunggu samapai totolan sebelumnya kering. Masukkan plat KLT ke dalam wadah tertutup yang telah dijenuhkan dengan campuran pelarut n-heksan:aseton = 8:2 (lihat lampiran gambar). Biarkan campuran pelarut menaiki plat KLT samapi batas atas plat. Totolkan lagi larutan ekstrak pada beberapa pelat KLT lainnya lalu lakukan kromatografi dalam beberapa pelarut seperti: toluene, sikloheksana, dan campuran n-heksana/etanol dalam beberapa komposisi. Setelah pelarut sampai pada batas atas pelat KLT tandai batas itu dengan pensil, biarkan plat mongering di udara, lalu amati noda yang terbentuk di

bawah lampu UV. Masukkan pelat KLT tersebut ke dalam wadah tertutup berisi padatan iod untuk penampakan noda. Ukurlah R_f masing-masing noda yang muncul pada pelat.

$$R_f = \frac{\text{jarak noda dari batas bawah/dasar pelat}}{\text{jarak pelarut dari batas bawah/dasar pelat}}$$

b. Setelah Kromatografi Kolom

Lakukan kromatografi lapis tipis (KLT) pada larutan sampel hasil kromatografi kolom (larutan b), dengan cara yang sama. Dengan prosedur A bandingkan antara nilai R_f likopen dan β -karoten setelah kromatografi kolom dan sebelum kromatografi kolom. Apa yang anda dapat simpulkan?

c. Analisis Kromatografi Lapis Tipis (KLT) Alkaloid : Kafein

Kristal kafein dilarutkan dalam sedikit kloroform. Lakukan kromatografi lapis tipis seperti prosedur A, tetapi pelarut pengembangnya (pengelusi) menggunakan campuran kloroform : methanol (9:1). Lakukan elusi sampai batas atas pelat, keluarkan dan keringkangkan di udara. Semprot pelat yang telah dikembangkan dengan pereaksi semprot dragendorff dan setelah itu dipanaskan hingga kering. Adanya alkaloid akan ditunjukkan oleh noda pada pelat yang berwarna jingga. Tentukan R_f masing-masing noda.

E. Tugas

1. Sebelum praktikum

- a. Jelaskan tentang kromatografi kolom dan lapis tipis
- b. Cari dan gambarkan struktur likopen dan β -karoten

2. Setelah praktikum

- a. Cari dan jelaskan apa perbedaan kedua struktur itu dan pengaruhnya pada perbedaan fungsi dan kreaktifannya
- b. Mengapa dari nilai R_f senyawa hasil isolasi dapat diketahui jenis senyawanya, bagaimana cara mengetahui hal tersebut.

Pustaka

Mayo, D.W., ; Pike, R.M; Trumper, P.K., *Microscale Organic Laboratory*, 3rd edition, John Wiley & Sons, New York, 1994, p.97.104

Pasto, D; Johnson, C.; Miller, M., *Experiments and Techniques in Organic Chemistry*, Prentice Hall Inc., New Jersey, 1992, p.60-81; 404-406.

Williamson, *Macroscale and Macroscale Organic Experiments*, 3rd edition, Boston, 1999, p.160-166

PERCOBAAN VIII PEMBUATAN FENOL DARI ANILIN

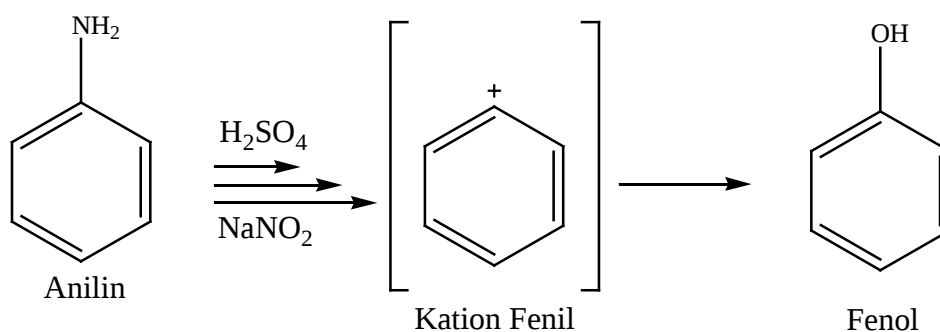
A. Tujuan Percobaan

Pada akhir percobaan ini mahasiswa diharapkan dapat menjelaskan reaksi substitusi nukleofilik pada senyawa aromatic (Reaksi diazotasi).

B. Teori

Penggantian SN_2 pada suatu karbon tak jenuh sukar berlangsung, bila reaksi SN_1 tidak berjalan secara langsung karena ketidakstabilan dari ion karbonium yang dihasilkan, yaitu suatu kation fenil. Sekalipun substitusi nukleofilik pada senyawa aromatic tidak begitu saja terjadi, tetapi kita dapat melihat hanya sedikit kasus pada kondisi tertentu.

Bila aniline direaksikan dengan asam nitrit, maka akan diubah menjadi kation benzendiazonium. Ini dapat diuraikan dengan pemanasan dalam air, fenol akan terbentuk melalui reaksi substitusi nukleofilik. Hal ini dapat diterangkan melalui mekanisme SN_1 yang dapat membentuk zat antara kation fenil yang tidak stabil.



C. Alat dan Bahan

1. Alat

- Labu alas bulat 500 ml
- Penangas air
- Thermometer
- Gelas ukur
- Satu set alat refluks
- Satu set alat destilasi

- Erlenmeyer

2. Bahan

- Anilin
- Aquadest
- H_2SO_4 p.a
- NaNO_2
- KI
- Es batu
- Eter
- FeCl_3
- Gambir

D. Prosedur Kerja

24,5 g (13.5 ml) asam sulfat pekat dimasukkan ke dalam labu alas bulat 500 ml, yang sebelumnya telah diisi air sebanyak 100 ml. Sewaktu memasukkan campuran diaduk. Ke dalam campuran yang masih panas tambahkan 11,5 g (12,0 ml) aniline. Panaskan hingga bercampur sempurna. Encerkan dengan 100 ml air dan dinginkan hingga temperature dibawah 5°C . selama pendinginan campuran dikocok terus. Bila terjadi Kristal aniline sulfat, dikocok/diaduk sehingga Kristal larut. Tambahkan 9 g NaNO_2 dalam aquadest 17,5 ml (yang sebelumnya telah didinginkan) bertetes-tetes sambil diaduk. Suhu campuran tidak boleh lebih dari 8°C . Setelah selesai penambahan, sempurnanya reaksi dites dengan kertas KI atau larutan gambir 0,5%. Setelah diazotasi sempurna, campuran didiamkan selama 15-20 menit. Selanjutnya campuran direfluks selama 1 jam sehingga N lepas semua. Suhu refluks dijaga tidak lebih dari 50°C . Lalu didestilasi. Destilat yang kekeruhan ditampung, destilasi dihentikan bila destilat yang keluar sudah bening. Destilat dikumpulkan dan dites dengan larutan FeCl_3 , tes positif bila terjadi warna violet. Hasilnya belum murni. Pemurnian dilakukan dengan cara ekstraksi. Pelarut yang digunakan ialah dietil eter, 3 x 25 ml. hasil fenol murni sebanyak 7 g.

E. Tugas

1. Sebelum Praktikum

- a. Tuliskan mekanisme reaksi lengkap (substitusi nukleofilik pada aromatic) pembentukan fenol dari aniline.
- b. Jelaskan prinsip dari reaksi substitusi nukleofilik pada aromatic.

2. Sesudah Praktikum

- a. Tuliskan perbedaan reaksi substitusi elektrofilik dan substitusi nukleofilik pada aromatic, berikan contoh !
- b. Mengapa dalam reaksi ini terjadi proses diazotasi, jelaskan !

PUSTAKA

Matsjeh S. dan Anwar C., *Petunjuk Praktikum Kimia Organik Dasar*, FMIPA Yogyakarta.
Koesno R., dkk, *Mekanisme Reaksi Kimia Organik*, Jurusan Kimia IKIP Surabaya, Surabaya, **1984**, hal. 43-45.

PERCOBAAN IX SINTESIS ETIL ASETAT

A. Tujuan Percobaan

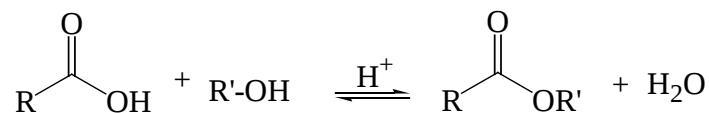
Pada percobaan ini mahasiswa diharapkan dapat menjelaskan :

1. Proses esterifikasi alkohol dengan asam asetat
2. Reaksi-reaksi kimia yang terlibat dalam proses esterifikasi

B. Teori

Secara umum reaksi kimia dapat diklasifikasikan kedalam reaksi substitusi, adisi, eliminasi, dan penataan ulang. Proses esterifikasi merupakan reaksi substitusi nukleofilik bimolekular (SN_2) yaitu suatu reaksi yang serentak karena reaksi pemutusan ikatan yang lama dan pembentukan ikatan yang baru terjadi secara bersamaan. Gugus OH dari asam karboksilat adalah gugus pergi yang jelek oleh karena itu agar menjadi gugus pergi yang baik maka gugus OH diprotonasi dengan asam kuat.

Jika asam karboksilat dan alkohol serta katalis asam (biasanya HCl / H_2SO_4) dipanaskan maka akan terjadi reaksi kesetimbangan antara ester dan air.



Karena reaksi esterifikasi bersifat reversibel, maka untuk memperoleh hasil reaksi yang banyak dapat dilakukan dengan menggeser kesetimbangan ke kanan dengan cara menggunakan pereaksi berlebih atau memisahkan ester dan / atau air yang terbentuk (dengan penyulingan). Namun yang perlu diperhatikan dalam proses esterifikasi bahwa **ikatan yang putus adalah ikatan C-O dari asam karboksilat**, bukan ikatan O-H dari asam atau ikatan C-O dari alkohol.

Etil asetat dapat disintesis dari etanol dengan asam asetat menggunakan katalis asam sulfat. Etil asetat berbentuk cair, tidak berwarna , titik didih 77 °C, berbau wangi.

C. Alat dan Bahan

1. Alat :

- Neraca analitik
- Botol timbang
- Gelas ukur
- Pipet skala
- Satu set alat refluks
- Elektro mantel
- Corong pisah
- Satu set alat destilasi fraksinasi
- Kertas saring
- Corong

2. Bahan :

- Etanol
- Asam asetat glasial
- Asam sulfat pekat
- Aquades
- Natrium bikarbonat
- Magnesium sulfat anhidrous

C. Prosedur Percobaan

Masukkan 58 g (73,5 mL) etanol absolut , 22, 5 g (24 mL) asam asetat glasial dan 3 g (2 mL) asam sulfat pekat ke dalam labu 500 mL yang telah dilengkapi dengan pendingin refluks, kemudian refluks selama 2 jam. Setelah sefluks selesai, lanjutkan dengan destilasi fraksinasi. Destilat yang diperoleh didinginkan kemudian dipindahkan ke dalam corong pisah dan ditambahkan 70 mL aquades lalu dikocok, diamkan hingga terbentuk 2 lapisan. Lapisan bawah dipisahkan dan lapisan atas (ester) ditambah dengan 50 mL aquades dan 14 mL natrium bikarbonat jenuh kemudian dikocok, diamkan hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan bawah dipisahkan dan lapisan atas dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrous selama 5 – 10 menit. Setelah itu zat pengering dipisahkan dengan penyaring menggunakan kertas saring. Filtrat (ester) yang diperoleh ditimbang dan persentasi hasil dapat dihitung.

D. Tugas

1. Sebelum Praktikum

- Hitung etil asetat secara teoritis dari bahan-bahan yang digunakan

- Tulislkan mekanisme reaksi dari esterifikasi

2. Sesudah Praktikum

- Carilah senyawa (bahan) lain dalam pembuatan ester (esterifikasi) selain etanol dan asam asetat glasial, minimal dua.
- Bagaimana mengetahui bahawa senyawa yang diperoleh dari hasil sinteis sudah murni ? Jelaskan
- Reaksi apa saja yang bisa dilakukan terhadap ester (minimal 2)

Pustaka

Anwar C., dkk., *Pengantar Praktikum Kimia Organik*, Proyek Pembinaan Tenaga Akademik Dirjen Dikti Depdikbud Jakarta, **1994**, hal. 314

Suminar, *Kimia Organik*. Suatu Kuliah Singkat, Edisi Keenam, Institut Pertanian Bogor, Penerbit Erlangga, **1990**, hal. 240-241

PERCOBAAN X

REAKSI SIKLOADISI DIELS-ALDER

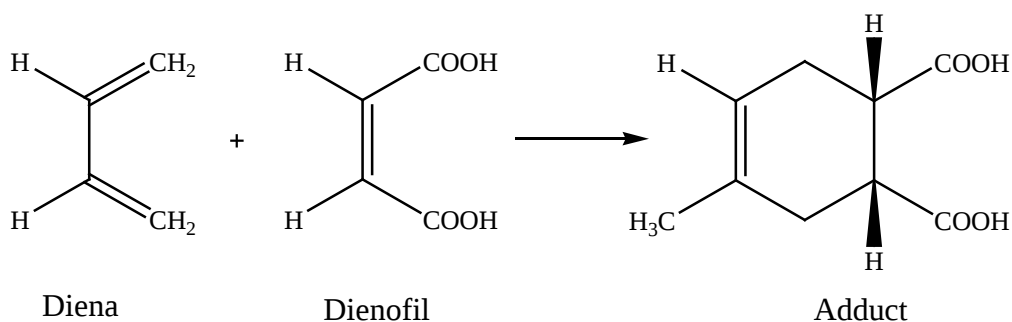
A. Tujuan Percobaan

Pada akhir percobaan ini mahasiswa harus dapat :

1. Menjelaskan prinsip reaksi Diels-Alder
2. Melakukan pemisahan dan pemurnian adduct, dan uji kemurniannya.

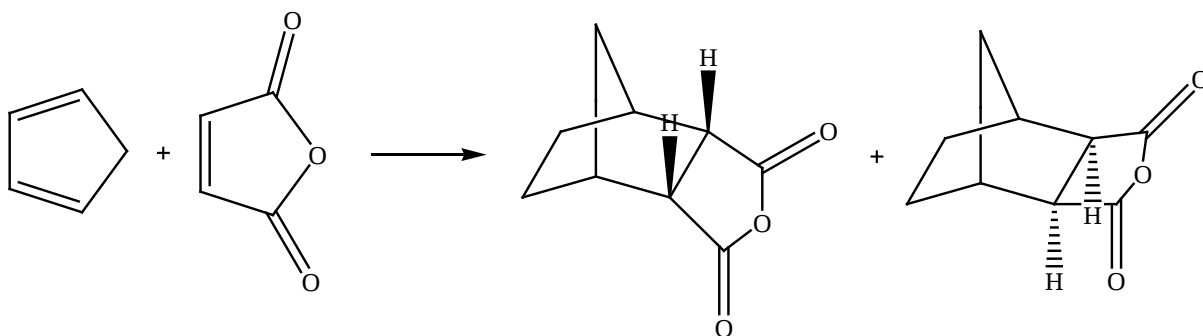
B. Teori

Satu dari reaksi sintesis yang paling menarik dari senyawa tak jenuh adalah adisi 1,4 dari diena terkonyugasi terhadap molekul yang mengandung ikatan etilen atau asetilen aktif (dienofil), membentuk “adduct” yang memiliki cincin lingkaran tak jenuh, melalui sikloadisi 4 + 2. Proses siklisasi ini dikenal dengan reaksi Diels-Alder yang meliputi bidang yang sangat luas dan digunakan untuk sintesis obat-obat penting, insektisida, turunan terpen, dan intermediet untuk bahan-bahan kimia industri.



Reaksi Diels-Alder adalah stereospesifik. Hampir semua diena akan melakukan reaksi Diels-Alder. Dienofil yang paling spesifik adalah α,β -unsaturated karbonil dan nitril. Dienofil aktif adalah reagen yang berguna untuk mendeteksi adanya system diena terkonjugasi dan untuk maksud analitik. Adduct Diels-Alder berguna dalam penetapan struktur dari 1,3-diena dan karakterisasi diena yang diketahui. Dengan diena siklik seperti siklopentadiena dan juga turunan furan, produk sikloadisi 4 + 2 dapat memiliki dua kemungkinan konfigurasi. Sistem cincin dari dienofil dapat memiliki hubungan disposisi *trans* (*endo*) atau *cis* (*exo*) terhadap jembatan metilen (oksigen) yang

terbentuk. Pada umumnya konfigurasi endo lebih disukai dalam reaksi Diels-Alder.



C. Alat dan Bahan

1. Alat

- Labu bundar 100 ml
- Satu set alat refluks
- Corong Buchner atau penyaring vacuum
- Alat titik leleh
- Mortar
- Gelas kimia 100 ml
- Penangas uap

2. Bahan

- Antrasen
- Anhidrida maleat
- Toluena p.a
- Soda lime
- Air dingin

D. Prosedur Kerja

Reaksi Diels-Alder

Kedalam labu bundar 100 ml masukkan 3 g antrasen, 8 g anhidrida maleat dan 50 mL toluene p.a. Lakukan refluks dengan penangas uap. Dinginkan larutan dan saring hasil reaksi dengan penyaring vakum. Kristal yang terkumpul direkristalisasi dalam etil asetat. Kristal memiliki titik leleh 262-263 °C. Tentukan rendamen dan titik lelehnya.

E. Tugas

1. Sebelum Praktikum

- a. Jelaskan apa yang dimaksud dengan reaksi Diels-Alder dan senyawa adduct!
- b. Reaksi Diels-Alder dapat berjalan bila ada senyawa yang bertindak sebagai diena dan dienofil, jelaskan apa syaratnya agar senyawa dapat bertindak sebagai diena dan dienofil.

2. Sesudah Praktikum

Tuliskan reaksi dan struktur adduct Diels-Alder yang terbentuk dari sikloadisi senyawa-senyawa 1,4-dimetoksi-1,3-butadiena dan 1,4-naftakuinon, dari kedua senyawa tersebut senyawa manakah merupakan diena dan senyawa mana yang dienofil.

Pustaka

Pasto, D.J., Johnson, C.R., Miller, M.J., "Experimental Organic Chemistry", Prentice Hall, Engelwood Cliffs, New Jersey, 1992, p.483

Wilcox, C.F. dan Wilcox, M.F, "Experimental Organic Chemistry". *A Small Scale Approach.*, Prentice-Hall, Engelwood Cliff, New Jersey, 1998, p.428