

Petunjuk Praktikum

I. ISOLASI EUGENOL DARI BUNGA CENGKEH

A. TUJUAN PERCOBAAN

Mengisolasi eugenol dari bunga cengkeh

B. DASAR TEORI

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

Eugenol digunakan sebagai bahan baku obat dan parfum. Eugenol mudah bersenyawa dengan besi, oleh karena itu penyimpanannya harus dalam botol kaca, drum aluminium, atau drum timah putih.

Data sifat fisika dari eugenol adalah sebagai berikut:

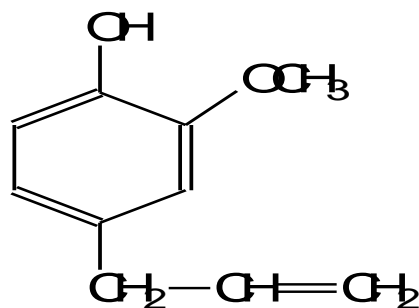
Berat jenis : 1,0651

Indeks bias : 1,5410 (20°C)

Titik didih : 253 °C

Titik nyala : 110°C

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



Eugenol

C. ALAT DAN BAHAN

Alat :

Labu dasar bulat
Pendingin udara
Pendingin Liebig
Adaptor
Termometer
Corong pisah
Labu cassia
Labu Erlenmeyer

Bahan :

Bunga cengkeh kering
NaOH
Indikator universal
HCl pekat
Diklorometana
Na₂SO₄

D. CARA KERJA

Tempatkan 50 g bunga cengkeh dalam labu dasar bulat 250 mL, tambahkan 100 mL air, dan pasang dalam set alat destilasi uap. Lakukan destilasi uap dan kumpulkan destilat dalam labu Erlenmeyer. Pindahkan destilat ke dalam corong pisah. Ambil lapisan minyak cengkeh dan tentukan massanya.

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

Pindahkan ke dalam corong pisah, ambil lapisan airnya. Lapisan air diasamkan dengan HCl pekat sampai asam (pH=1). Kemudian lakukan ekstraksi dengan 3x10 mL diklorometana. Keringkan lapisan organik dengan Na₂SO₄ anhidrous, dan evaporasi diklorometana dengan rotaevaporator.

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

E. PERTANYAAN

1. Manakah yang diperkirakan dapat menghasilkan minyak cengkeh lebih optimal, bunga cengkeh yang dipotong kasar atau halus? Mengapa?
2. Apa fungsi penambahan NaOH pada prosedur di atas? Tulis persamaan reaksinya.
3. Apa fungsi penambahan HCl?
4. Selain eugenol, zat apakah yang terkandung dalam minyak cengkeh?
5. Reaksi apa saja yang dapat berlangsung pada eugenol?
6. Beri contoh bahan alam yang mengandung bahan obat! Jelaskan cara mengisolasi bahan obat tersebut.

II. ISOLASI KAFEIN DARI KOPI

A. Tujuan Percobaan

Mengisolasi kafein dari kopi

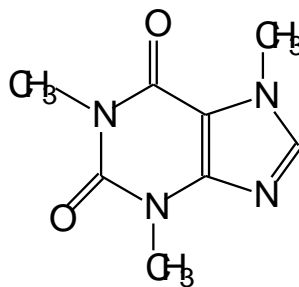
B. Dasar Teori

Kafein adalah suatu senyawa organik yang mempunyai nama lain kofein, tein atau 1,3,7 – trimetilxantin.

Kristal kafein dalam air berupa jarum-jarum bercahaya sutra. Bila tidak mengandung air, kafein meleleh pada suhu 234 °C sampai 239 °C dan menyublim pada suhu yang lebih rendah. Kafein mudah larut dalam air panas dan dalam kloroform, tetapi sedikit larut dalam air dingin, alkohol dan beberapa pelarut organik lainnya.

Selain dalam biji kopi, kafein terdapat pula dalam daun teh, daun mete, biji kola, dan coklat.

Di dalam biji kopi atau tumbuhan lain tersebut di atas, tidak hanya terkandung kafein, tetapi juga terkandung tanin, glukosa, lemak, protein dan selulosa. Pemisahan kandungan lain dari kafein bergantung kepada perbedaan kelarutan masing-masing senyawa kandungan tersebut. Bila tanin terisolasi ke dalam air panas, akan terhidrolisis menghasilkan asam klorogenat. Asam hasil hidrolisis tanin ini akan menghasilkan endapan bila direaksikan dengan timbal asetat.



C. Alat dan bahan

Alat :

Labu dasar bulat
Pendingin gondok
Corong pisah
Gelas kimia
Cawan penguap
Labu erlenmeyer
Gelas ukur
Batang pengaduk
Corong Buchner

Bahan

Kopi
Timbal asetat
Kloroform
Aquades

D. Cara kerja

Panaskan selama 25 menit campuran 20 gram kopi halus dan 350 mL aquades yang ditempatkan dalam labu dasar bulat yang dilengkapi pendingin. Saring campuran panas menggunakan corong Buchner.

Tambahkan larutan timbal asetat (3 gram timbal asetat dalam 27 mL aquades) tetes demi tetes ke dalam hasil saringan, dinginkan campuran. Saring kembali dengan corong Buchner. Ekstraksi kafein dalam hasil saringan dengan menggunakan kloroform (25 mL satu kali ekstraksi).

Tempatkan lapisan kloroform dalam cawan penguap. Uapkan kloroformnya, lanjutkan dengan proses rekristalisasi (menggunakan campuran benzen dan petroleum eter) dan proses sublimasi.

E. Pertanyaan

1. Mengapa campuran kopi halus dan aquades harus dipanaskan? Jelaskan!
2. Jelaskan fungsi penambahan larutan timbal asetat!
3. Jelaskan fungsi penambahan kloroform! Berapa kali anda menambahkan kloroform? Jelaskan!
4. Mengapa kafein dapat dimurnikan dengan proses sublimasi? Jelaskan!
5. Berikan contoh minyak atsiri yang digunakan pada industri parfum! Jelaskan cara mengisolasi minyak atsiri tersebut!

ISOLASI ASAM MIRISTRAT DARI BIJI PALA

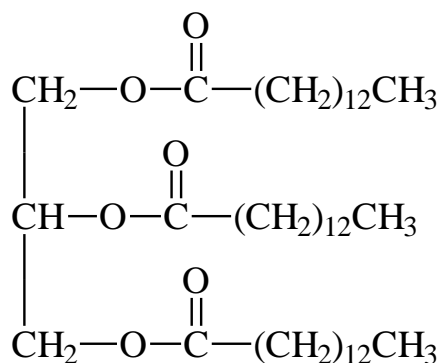
A. TUJUAN PERCOBAAN

Mengisolasi asam miristat dari biji pala

B. DASAR TEORI

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

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



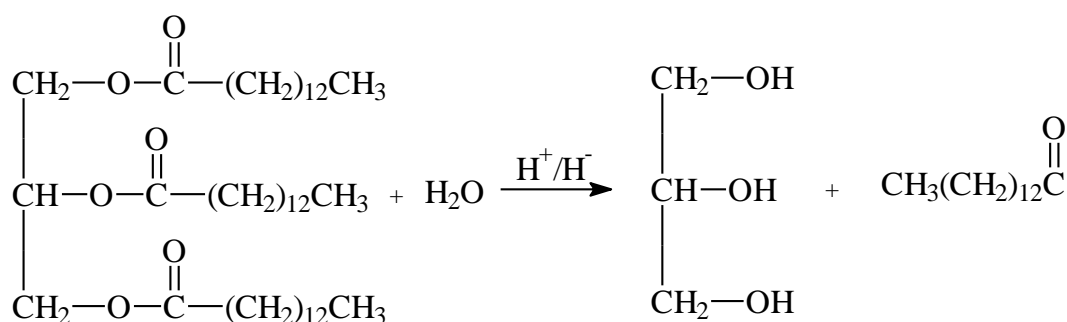
Nama lain dari trimiristin adalah gliserol trimiristat. Kristalnya polimorf mempunyai titik leleh 32,1 °C dan 41,8°C (tak stabil), dan 56,5 (stabil). Larut dalam benzena, kloroform, etanol, CS₂, ligroin, dan terutama dalam eter. Isolasi trimiristin pada dasarnya memanfaatkan sifat kelarutan ini.

Nama lain dari asam miristat adalah asam tetradekanoat. Wujudnya berupa kristal berwarna putih agak berminyak. Rumus molekulnya $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$. Titik leleh $54,4^\circ\text{C}$ dan titik didih $326,2^\circ\text{C}$. Sangat larut dalam alkohol dan eter.

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

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

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



C. ALAT DAN BAHAN

Alat :

Set alat Soxlet
Set alat refluks
Corong buchner
Lumpang dan alu

Bahan

Biji pala
Benzena
Eter
Kloroform

D. CARA KERJA

Biji pala dihancurkan sampai halus, lalu dibungkus dalam kantung soxlet dan dimasukkan ke dalam alat soxlet. Masukkan 150 mL pelarut, kemudian dipanaskan dalam penangas air. Pada ekstrak yang dihasilkan ditambahkan 50 mL aseton, lalu dipanaskan dengan penangas air. Larutan tersebut kemudian

dituangkan ke dalam erlenmeyer dan didinginkan. Penghabluran berjalan lambat, oleh karena itu campuran dibiarkan selama 1 jam, kemudian dinginkan campuran tersebut dalam air es selama 30 menit. Kristal yang terbentuk dipisahkan dengan penyaringan menggunakan corong buchner.

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

E. PERTANYAAN

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

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