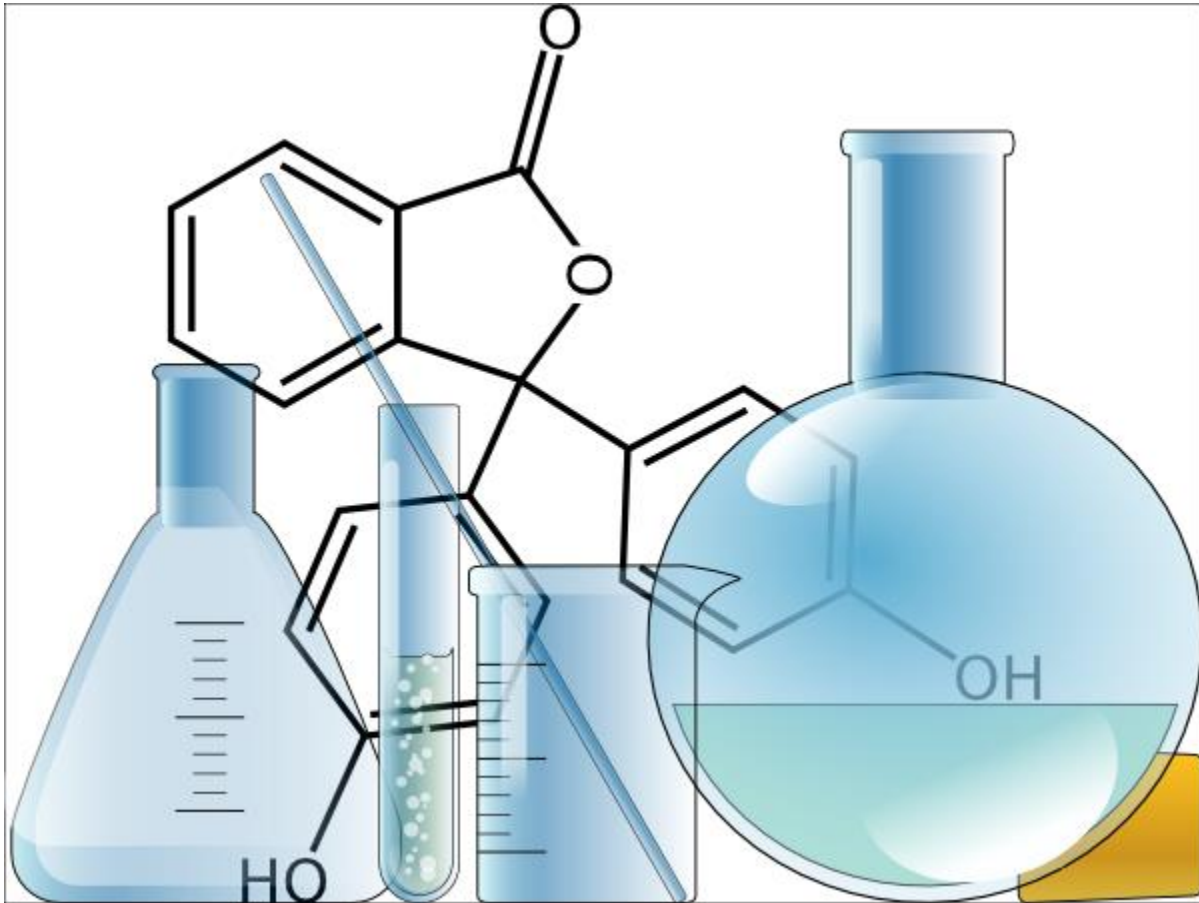


**MODUL PRAKTIKUM  
KIMIA LINGKUNGAN II**



**PROGRAM STUDI S1 TEKNIK LINGKUNGAN  
UNIVERSITAS BINAWAN**

## **KATA PENGANTAR**

Puji syukur kami panjatkan ke hadirat tuhan yang maha kuasa, karena dengan rahmat dan hidayahnya kami dapat menyelesaikan penyusunan buku Petunjuk Praktikum Kimia Lingkungan II.

Praktikum Kimia Lingkungan merupakan pelengkap dari mata kuliah Kimia dasar yang diberikan pada semester 3 oleh Program Studi Teknik Lingkungan. Penyusunan buku petunjuk praktikum ini dimaksudkan untuk membantu mahasiswa agar lebih mudah mendalami praktikum, menambah kecakapan skill di laboratorium, dan menambahkan khasanah keilmuan.

Tersusun modul ini berkat masukan dari berbagai pihak untuk itu penyusun mengucapkan banyak terima kasih. Upaya secara terus menerus menyempurnakannya menjadi kewajiban penyusun oleh karena itu kritik dan sarannya sangat kami harapkan untuk perbaikan selanjutnya lebih baik.

Dengan segala kerendahan hati penyusun menyadari modul ini masih jauh dari semua pihak sempurna oleh karena itu butuh kritik dan saran yang membangun dari semua pihak. Semoga modul ini mampu menyumbang pemikiran untuk meningkatkan mutu pengajaran di Program Studi Lingkungan Institut Kesehatan dan Teknologi Binawan dan masyarakat akademis pada umumnya.

Terima kasih,

Ois Nurcahyanti  
Tim Penyusun

## DAFTAR ISI

Kata Pengantar-----	2
Daftar Isi -----	3
Tata Tertib Laboratorium Kimia Lingkungan II-----	4
Modul I. Ekstraksi dengan Metode Refluks-----	6
Modul II. Reaksi Saponifikasi -----	12
Modul III. Analisa Detergen-----	18
Modul IV. Reduksi Gula dengan Metode Spektrofotometris -----	24
Modul V. Analisa Lemak dan Minyak dengan metode Gravimetri -----	27

## **TATA TERTIB**

### **LABORATORIUM KIMIA LINGKUNGAN II**

1. Setiap melakukan kegiatan praktikum wajib memakai jas laboratorium dan memakai selama kegiatan praktikum berlangsung. Sebelum memasuki laboratorium jas lab wajib di kancingkan.
2. Praktikan wajib mengenakan baju lengan panjang dan celana/rok panjang saat praktikum.
3. Wajib mengenakan sepatu tertutup dan berkaos kaki.
4. Wajib mengenakan ID card praktikum kimia lingkungan II.
5. Wajib membawa masker dan sarung tangan.
6. Praktikan wajib membawa modul praktikum kimia lingkungan II saat praktikum.
7. Pratkan wajin mengikuti pre-test sebelum praktikum berlangsung.
8. Setiap praktikan diwajibkan hadir tepat pada waktunya, toleransi keterlambatan 5 menit, jika terlambat tidak diperkenankan mengikuti pre-test dan praktikum.
9. Selama diadakan pre/posttest, praktikan tidak diperkenankan meminta/memberikan jawaban kepada praktikan lain. Jika hal tersebut terjadi, maka dilakukan pengurangan 5 point/kejadian contekan dari nilai seluruh kelompok.
10. Jika praktikan tidak dapat hadir saat praktikum karena sakit, harus memberikan surat dokter kepada asisten praktikum kimia lingkungan II.
11. Jika mengganti jadwal praktikum wajib konfirmasi kepada asisten praktikum kimia dasar lingkungan dan asisten praktikum yang memegang materi praktikum yang tidak di ikuti
12. Jika ada kerusakan alat yang disebabkan oleh praktikan, maka praktikan wajib mengganti

13. Praktikan dilarang makan, minum dan merokok pada saat praktikum berlangsung
14. Praktikan harus men-*silent gadget* selama praktikum berlangsung
15. Setelah melakukan praktikum, diwajibkan membersihkan alat-alat yang dipakai dan disimpan kembali pada tempat semula dalam keadaan bersih. Sampah harus dibuang ditempat sampah dan praktikan wajib menjaga kebersihan laboratorium.
16. Setiap kelompok atau mahasiswa wajib mengganti alat yang rusak atau hilang selama praktikum berlangsung.
17. Pengumpulan laporan dilakukan 4 x 24 jam.
18. Pengumpulan laporan dilakukan secara kolektif di ketua kelompok.
19. Keterlambatan pengumpulan akan mendapat pengurangan poin
20. Peraturan dan tata tertib yang tidak tercantumkan di atas akan dijelaskan pada saat briefing dan/atau dijelaskan secara langsung oleh asisten praktikum pada saat sebelum praktikum dimulai dan/atau pada saat praktikum sedang berlangsung dan/atau pada saat praktikum sudah selesai.

### **SANKSI**

1. Bagi praktikan yang tidak mengumpulkan laporan praktikum, tidak diperkenankan mengikuti ujian akhir praktikum (UAP).
2. Kesamaan dalam pembuatan laporan praktikum akan dikenakan nilai NOL (0).

## **MODUL I**

### **EKSTRAKSI DENGAN METODE REFLUKS**

#### **A. Tujuan percobaan**

Tujuan percobaan ini adalah melakukan ekstraksi minyak dari bahan alam dengan metode refluks.

#### **B. Prinsip Percobaan**

Metode pemisahan komponen dari suatu campuran dengan menggunakan suatu pelarut dimana zat terlarut (solut) atau bahan yang dipisahkan terdistribusi antara kedua lapisan (organik dan air) berdasarkan kelarutan relatifnya.

#### **C. Dasar Teori**

Ekstraksi adalah pemisahan satu atau lebih zat dari suatu padatan atau cairan. Proses ekstraksi diawali dengan terjadinya penggumpalan ekstrak dalam pelarut sehingga pada bidang antar muka bahan dan pelarut terjadi pengendapan massa bahan. Prinsip ekstraksi dengan pelarut berdasarkan pada kelarutan komponen terhadap komponen lain dalam campuran. Komponen yang larut dapat berupa cair maupun padat

Metode Refluks

Keuntungan metode refluks:

1. Mampu mengekstraksi sampel-sampel yang mempunyai tekstur kasar dan tahan pemanasan langsung.
2. Sampel dapat diekstraksi secara sempurna karena ekstraksi dilakukan berulang-ulang.
3. Membutuhkan pelarut dalam jumlah yang besar.

4. Jumlah sampel yang diperlukan sedikit.
5. Pelarut yang digunakan mempunyai titik didih yang rendah

Kerugiannya adalah membutuhkan volume total pelarut yang besar dan membutuhkan waktu yang lama sehingga kebutuhan energy untuk ekstraksi tinggi.

#### Sokletasi

Sokletasi adalah suatu metode pemisahan suatu komponen yang terdapat dalam sampel padat dengan cara ekstraksi berulang-ulang dengan pelarut yang sama, sehingga semua komponen yang diinginkan dalam sampel terisolasi dengan sempurna. Pelarut yang digunakan ada 2 jenis, yaitu heksana ( $C_6H_{14}$ ) untuk sampel kering dan metanol ( $CH_3OH$ ) untuk sampel basah. Pelarut yang digunakan tergantung dari sampel alam yang akan diekstraksi.

#### Kadar minyak

Kadar minyak hasil ekstraksi dihitung berdasarkan persentase berat minyak yang dapat diekstraksi terhadap berat sampel.

$$Kadar\ Minyak = \frac{Berat\ minyak}{Berat\ sampel} \times 100\%$$

#### D. Alat dan Bahan

##### Alat :

- Rangkaian alat sokletasi
- Neraca analitik
- Pemanas elektrik
- Oven suhu  $105^{\circ}C$
- Kondensor
- Batu didih
- Bulb
- Gelas beaker
- Labu ukur
- Gelas ukur

- Pipet ukur
- Spatula
- Parutan
- Lumpang alu

**Bahan :**

- Bahan yang akan diekstrak : kelapa dan kemiri.
- Pelarut n-heksana
- Kertas saring
- Aquadest

**E. Prosedur Percobaan**

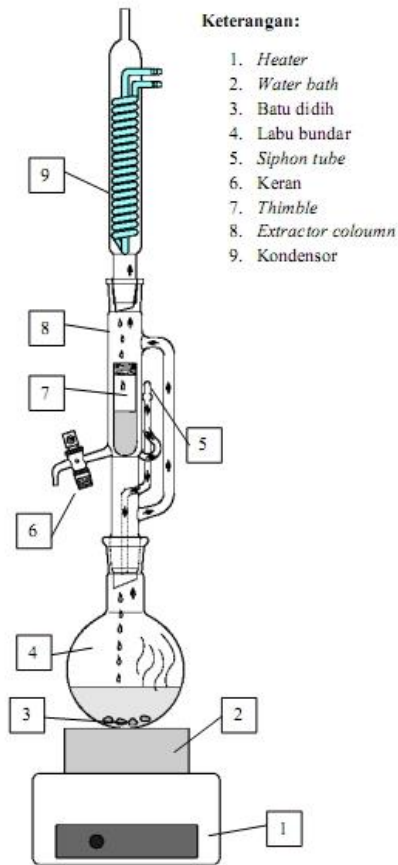
**Persiapan Sampel**

1. Haluskan sampel dengan cara memarut kelapa dan tumbuk kemiri hingga halus.
2. Masukkan parutan kelapa/kemiri ke dalam oven suhu 105°C selama 30 menit
1. Timbang 10 gram parutan kelapa/kemiri yang sudah kerung kemudian masukkan ke dalam kertas saring lalu tutup kertas saling dengan cara melipat kertas saring.
2. Timbang berat sampel dan kertas saring, catat hasil yang diperoleh.

**Percobaan Sokletasi**

1. Siapkan alat ekstraksi soklet seperti gambar di bawah ini:





2. Masukkan batu didih kering ke dalam labu soklet kemudian timbang berat labu dan batu didih. catat hasil yang diperoleh .
3. Masukkan kertas saring yang berisi sampel ke dalam tabung soklet
4. Sambungkan tabung soklet yang berisi contoh dengan labu soklet, jangan lupa mengolesi bagian ujung yang disambungkan dengan vaselin, untuk memudahkan waktu membukanya nanti.
5. Berdirikan labu pada mantel pemanas dan sambungkan dengan tabung soklet yang tersambung pada labu di klem kan pada standar, posisinya harus berdiri tegak lurus.
6. masukkan pelarut n-heksana dari mulut tabung soklet, sampai terisi penuh. Setelah penuh, pelarut dengan sendirinya akan turun ke labu soklet.
7. Pasangkan pendingin pada mulut tabung soklet. Jangan lupa mengolesi bagian yang disambung dengan vaselin.

8. Alirkan air pendingin dari kran, periksa kalau ada kebocoran, kalau ada, harus diperbaiki sebelum pekerjaan dilanjutkan.
9. Hidupkan mantel pemanas, dan proses sokletasi dimulai.
10. Pelarut yang ada dalam labu akan menguap karena pemanasan. Uap naik ke bagian atas, dan diembunkan oleh pendingin, menetes ke dalam tabung soklet dan menumpuk di dalam tabung sambil merendam sampel. Waktu merendam inilah n-heksana akan menarik minyak dari sampel. Bila tabung soklet penuh oleh pelarut yang telah melarutkan minyak, maka dengan sendirinya pelarut akan turun ke labu. Di labu pelarut kembali menguap dan meninggalkan minyak. Pelarut yang menguap kembali naik dan mengembun ke dalam tabung soklet untuk merendam sampel sekaligus melarutkan minyak yang masih tersisa dalam sampel. Setelah penuh kembali turun ke labu sambil membawa minyak. Sirkulasi terus terjadi selama proses, sehingga akhirnya semua minyak terlarutkan oleh n-heksana
11. Bila proses dipandang telah siap, maka mantel pemanas dimatikan. Biarkan beberapa saat, kemudian sampel dan kertas saring dikeluarkan dari dalam tabung soklet, diremas, sehingga kering pelarut, pelarut hasil remasan dimasukkan ke dalam tabung soklet
12. Alat sokletasi dipasangkan kembali, dan mantel pemanas dihidupkan lagi. Dimulai proses pengambilan pelarut. Amati dengan teliti, bila tabung sudah hampir penuh, pemanas cepat dimatikan, dan pelarut yang ada dalam tabung diambil, disimpan dalam botol tersendiri. Kalau terlambat, tabung sempat penuh, maka semua pelarut akan turun ke labu di bagian bawah, sedangkan sekarang kita pada tahap pengambilan pelarut
13. Bila proses pengambilan pelarut sudah dianggap selesai, yakni minyak dalam labu sudah terlihat lebih pekat, maka pemanas dimatikan, dan alat dilepas dari alat sokletasi
14. Masukkan labu yang telah berisi minyak ke dalam oven pada suhu 105°C selama 30 menit kemudian masukkan ke desikator dan timbang labu beserta minyak yang didapat
15. Lakukan prosedur 18 beberapa kali sampai berat konstan didapat.

16. Hitung presentasi minyak yang dapat diekstraksi

**F. Daftar Pustaka**

Mohrig, J.R., Hammond, C.N., dan Schatz, P. F., Techniques in Organic Chemistry 3th edition. W.H. Freeman. New York. 2010

Mohrig, J.R., Mohrig, J.R., Hammond, C.N., dan Schatz, P. F. Laboratory Techniques in Organic Chemistry 4th Edition. W.H. Freeman. New York. 2014

Sawyer C. N., McCarty P. L. dan Parkin G. F., Chemistry for Environmental Engineering and Science. McGRaw Hill. 2003.

## MODUL II

### REAKSI SAPONIFIKASI

#### A. Tujuan

Tujuan percobaan ini adalah,

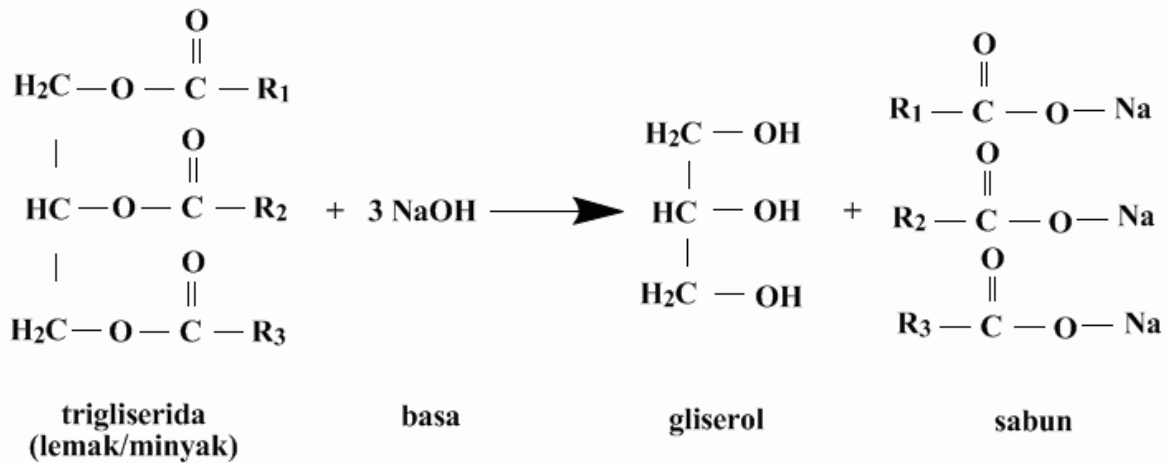
1. Mempelajari proses saponifikasi suatu lemak dengan menggunakan kalium hidroksida dan natrium hidroksida
2. Mempelajari perbedaan sifat sabun dan detergen

#### B. Prinsip Percobaan

Proses saponifikasi terjadi karena reaksi antara trigliserida dengan alkali. Reaksi penyabunan penyabunan mula-mula berjalan lambat karena minyak dan larutan alkali merupakan larutan yang tidak saling larut pada proses penyabunan. Penambahan larutan alkali (NaOH/KOH) dilakukan sedikit-sedikit sambil sambil diaduk dan dipanasi (apabila ingin menghasilkan sabun cair). Pada penyabunan asam lemak dengan alkali, asam lemak yang terdapat dalam keadaan bebas atau asam lemak yang terikat sebagai minyak atau lemak bereaksi dengan alkali menghasilkan sabun dan gliserin.

#### B. Dasar Teori

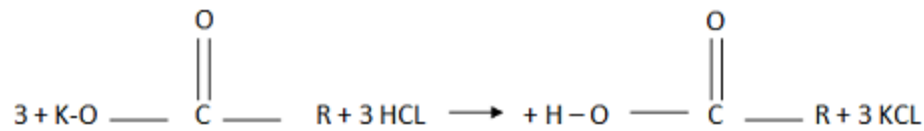
Trigliserida adalah suatu ester lemak atau minyak dengan berat molekul relatif tinggi dan dapat disaponifikasi (dihidrolisis) menjadi larutan yang bersifat basa menghasilkan sabun dan gliserol.



Berdasarkan reaksi tersebut, sabun dikatakan sebagai suatu campuran garam dari anion – anion karboksilat dan suatu kation univalen. Campuran anion – anion tersebut dapat terbentuk karena setiap molekul trigliserida mengandung variasi jenis residu asam lemak dan karena minyak atau lemak itu sendiri merupakan suatu campuran molekul – molekul asam lemak.

Sabun kalium lebih mudah larut dalam air daripada sabun natrium. Sabun kalium biasa digunakan sebagai sabun cair dan pembersih. Sabun bersifat keras apabila terbuat dari lemak/minyak padat yang memiliki derajat kejenuhan yang tinggi seperti gajih dan shortening. Proses saponifikasi dari minyak jenuh akan menghasilkan sabun lunak.

Perlakuan larutan sabun dengan asam klorida encer akan menghasilkan campuran asam lemak :



Asam lemak dari asam karboksilat dengan rantai karbon panjang (C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub>) dapat berupa asam lemak jenuh atau tidak jenuh. Detergen sintetik berbeda dari sabun karena detergen merupakan garam dari asam sulfurik akil rantai panjang atau suatu asam alkil benzenesulfonat, yang berbeda dengan asam karbosilat.

Fungsi sabun dan detergen adalah untuk menghilangkan kotoran dan lemak dengan jalan mengemulsikan partikel tersebut menjadi suatu suspensi. Kotoran akan teradhesi dari kain dan melekat ke permukaan pada suatu lapisan tipis. Dengan adanya pencucian maka lapisan tersebut akan terpisah dan terbawa oleh air.

Bagaimana molekul sabun detergen dapat melarutkan partikel – partikel non polar seperti lemak, minyak dan gajih? Molekul sabun dan detergen terdiri dari ujung hidrokarbon yang bersifat non polar dan ujung yang lain bersifat polar/ionik. Bagian non polar akan mengelilingi tetesan minyak dan melarutkannya sesuai dengan asas *like dissolves like* (senyawa yang memiliki kemiripan kepolaran akan saling melarutkan). Ujung polar/ionik dari molekul sabun segera akan terlarut dalam air.

Sabun tidak dapat bekerja dengan baik pada air sadah karena adanya kation divalen seperti Ca<sup>2+</sup>

, Mg<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup> yang akan membentuk endapan dengan anion karboksilat dari sabun. Hal ini sering dijumpai sebagai kerak pada dinding dan keran pada kamar mandi. Pada sisi lain anion dari detergen yaitu alkil sulfat/alkil sulfonat tidak dapat membentuk endapan dengan kation – kation tersebut. Dengan demikian detergen dapat digunakan secara efektif pada air sadah.

## **D. Alat dan Bahan**

Alat:

- Tabung reaksi
- Pipet volume
- Pipet tetes
- Beaker glass 250 ml
- Kertas saring
- Gelas arloji
- Pembakar spiritus
- Penyangga
- Water bath

Bahan :

- Lemak
- KOH 10% dalam etanol 95%
- NaCl
- Aquades
- $\text{CaCl}_2$
- $\text{MgCl}_2$
- $\text{FeCl}_2$
- Detergen
- Air kran
- Minyak

## **E. Prosedur Percobaan**

### **Pembuatan Sabun Kalium**

1. Timbang 1,5 gram lemak dan masukkan pada tabung reaksi
2. Tambahkan 10 mL larutan KOH 10% dalam etanol 95%
3. Tempatkan tabung reaksi pada water bath.
4. Tambahkan etanol 2 mL untuk menggantikan etanol yang menguap

5. Setelah tabung dipanaskan selama 10 menit, lakukan uji penyabunan untuk melihat apakah proses saponifikasi sudah berlangsung sempurna atau belum (Cara pengujian dilakukan dengan meneteskan hasil reaksi ke dalam air, Saponifikasi sempurna jika tidak ada tetesan lemak).
6. Jika saponifikasi sudah sempurna, tuang hasil reaksi pada gelas beaker dan panaskan sampai alkohol menguap sempurna (dengan ditandai terbentuknya cairan kental dan liat, jangan sampai gosong).
7. Tambahkan akuades 30 mL.
8. Aduk secara konstan sehingga diperoleh sabun kalium.
9. Larutan dibagi 2, untuk pembuatan sabun natrium dan untuk pengujian sabun.

### **Pembuatan Sabun Natrium**

1. Larutan sabun kalium yang telah dibagi dua, ditambah 15 mL larutan NaCl jenuh
2. Campuran diaduk dengan kuat sampai terbentuk padatan
3. Padatan yang diperoleh dipisahkan dengan kertas saring
4. Padatan berupa sabun natrium ditekan supaya terbebas dari air

### **Pengujian Sabun**

1. Pengujian dilakukan dengan menggunakan masing – masing 1 mL larutan sabun kalium (dari percobaan pembuatan sabun kalium) dan 1 mL larutan sabun natrium (dari percobaan pembuatan sabun natrium)
2. Oleskan minyak atau lemak pada permukaan gelas arloji
3. Gunakan larutan sabun kalium tersebut apakah dapat menghilangkan lemak yang ada (denga cara menggoyangkan gelas arloji)
4. Proses diulangi dengan menggunakan larutan detergen yang dihasilkan dari pelarutan 0,5 gram detergen ke dalam 50 mL akuades
5. Ambil 4 tabung reaksi, masing – masing diisi berurutan  
1 mL larutan  $\text{CaCl}_2$  0.1%  
1 mL larutan  $\text{MgCl}_2$  0.1%  
1 mL larutan  $\text{FeCl}_2$  0.1%



1 mL air kran

6. Setiap tabung reaksi diaduk dan diamati endapan yang terjadi
7. Ulangi proses yang terjadi dengan menggunakan bahan sabun natrium dan detergen.

#### **F. Daftar Pustaka**

Fessenden, R. J., J. S. Fessenden and M. Logue. **Organic Chemistry**. 2003. 6th edn., Brooks/Cole, Pacific Grove

Mohrig, J.R., Hammond, C.N., dan Schatz, P. F., Techniques in Organic Chemistry 3th edition. W.H. Freeman. New York. 2010

Mohrig, J.R., Mohrig, J.R., Hammond, C.N., dan Schatz, P. F. Laboratory Techniques in Organic Chemistry 4th Edition. W.H. Freeman. New York. 2014

Sawyer C. N., McCarty P. L. dan Parkin G. F., Chemistry for Environmental Engineering and Science. McGRaw Hill. 2003.

## **MODUL III**

### **ANALISA DETERGEN**

#### **A. Tujuan**

Tujuan percobaan ini adalah untuk mengukur konsentrasi surfaktan anionik pada deterjen yang terdapat dalam sampel air dengan metode spektrofotometri.

#### **B. Prinsip Percobaan**

Surfaktan anionik bereaksi dengan *metilen blue* membentuk pasangan ion biru yang larut dalam pelarut organik. Intensitas warna biru yang terbentuk diukur dengan spektrofotometer dengan panjang gelombang 652 nm. Serapan yang terukur setara dengan kadar surfaktan anionik.

#### **C. Dasar Teori**

Surfaktan merupakan suatu molekul yang sekaligus memiliki gugus hidrofilik dan gugus lipofilik sehingga dapat mempersatukan campuran yang terdiri dari air dan minyak. Surfaktan adalah bahan aktif permukaan. Aktifitas surfaktan diperoleh karena sifat ganda dari molekulnya. Molekul surfaktan memiliki bagian polar yang suka akan air (hidrofilik) dan bagian non polar yang suka akan minyak/lemak (lipofilik). Bagian polar molekul surfaktan dapat bermuatan positif, negatif atau netral. Sifat rangkap ini yang menyebabkan surfaktan dapat diadsorpsi pada antar muka udara-air, minyak-air dan zat padat-air, membentuk lapisan tunggal dimana gugus hidrofilik berada pada fase air dan rantai hidrokarbon ke udara, dalam kontak dengan zat padat ataupun terendam dalam fase minyak. Umumnya bagian non polar (lipofilik) adalah merupakan rantai alkil yang panjang, sementara bagian yang polar (hidrofilik) mengandung gugus hidroksil. Gugus hidrofilik pada surfaktan bersifat polar dan mudah bersenyawa dengan air, sedangkan gugus lipofilik bersifat non polar dan mudah bersenyawa dengan minyak.

Klasifikasi surfaktan berdasarkan muatannya dibagi menjadi empat golongan yaitu:

- 1) Surfaktan anionik yaitu surfaktan yang bagian alkilnya terikat pada suatu anion. Contohnya adalah garam alkana sulfonat, garam olefin sulfonat, garam sulfonat asam lemak rantai panjang
- 2) Surfaktan kationik yaitu surfaktan yang bagian alkilnya terikat pada suatu kation. Contohnya garam alkil trimetil ammonium, garam dialkil-dimethyl, ammonium dan garam alkil dimethyl benzil ammonium.
- 3) Surfaktan nonionik yaitu surfaktan yang bagian alkilnya tidak bermuatan. Contohnya ester gliserin asam lemak, ester sorbitan asam lemak, ester sukrosa asam lemak, polietilena alkil amina, glukamina, alkil poliglukosida, mono alkanol amina, dialkanol amina dan alkil amina oksida.
- 4) Surfaktan amfoter yaitu surfaktan yang bagian alkilnya mempunyai muatan positif dan negatif. Contohnya surfaktan yang mengandung asam amino, betain, fosfobetain

Surfaktan pada umumnya disintesis dari turunan minyak bumi, seperti linier alkilbensen sulfonat (LAS), alkil sulfonat (AS), alkil etoksilat (AE) dan alkil etoksilat sulfat (AES). Surfaktan dari turunan minyak bumi dan gas alam ini dapat menimbulkan pencemaran terhadap lingkungan, karena surfaktan ini setelah digunakan akan menjadi limbah yang sukar terdegradasi.

#### **D. Alat dan Bahan**

##### **Alat :**

- Spektrofotometer
- Kuvet
- Corong pemisah 2 buah
- Labu ukur 1000 mL
- Gelas ukur 25 mL
- Beaker glass 250 mL
- Corong kaca
- Pipet ukur 10 mL

- Pipet tetes
- Bulb
- Botol sampel
- Spatula

**Bahan :**

- Larutan induk LAS 1000 ppm
- Larutan induk Las 100 mg/L
- *Metilen blue*
- Indikator fenoltalin 0,5%
- NaOH 1 N
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6 N
- Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- Larutan pencuci
- Aquadest
- Sampel air yang mengandung surfaktan

**E. Prosedur Percobaan**

**Pembuatan Kurva Kalibrasi**

- Pipet larutan standar LAS 100 mg/L masing-masing sebanyak 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0; 13,0; 15,0; dan 20,0 ml dan masukkan ke dalam labu ukur 100 ml.
- Tepatkan dengan air suling sampai tanda tera, homogenkan.
- Maka akan diperoleh konsentrasi larutann berturut-turut: 0,0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0; 13,0; 15,0 dan 20,0 mg/L.
- Masukkan larutan-larutan tersebut masing-masing ke dalam corong pisah 250 mL.
- Tambahkan masing-masing 25 mL larutan biru metilen, 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik dengan sesekali membuka tutup corong pisah untuk mengeluarkan gas. Perlakuan ini dilakukan di ruang asam.

- Diamkan hingga terbentuk dua fasa. Goyangkan corong pisah perlahan jika terbentuk emulsi. Tambahkan sedikit isopropil alkohol sampai emulsinya hilang.
- Pisahkan lapisan bawah (lapisan kloroform), tampung ke corong pisah lain.
- Ekstraksi kembali fasa air dalam corong pisah dengan mengulangi penambahan 25 mL larutan biru metilen, 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik dengan sesekali membuka tutup corong pisah untuk mengeluarkan gas. Perlakuan ini dilakukan sebanyak dua kali.
- Satukan semua fasa kloroform yang telah ditampung, lalu tambahkan 50 mL larutan pencuci. Kocok kuat-kuat selama 30 detik.
- Diamkan hingga terbentuk dua fasa, goyangkan perlahan.
- Keluarkan lapisan bawah (fasa kloroform) melalui *glass wool*, lalu tampung ke dalam labu ukur 100 mL.
- Sementara kepada fasa air yang masih berada dalam corong pisah, ditambahkan 10 mL kloroform. Kocok dengan kuat selama 30 detik.
- Diamkan hingga terbentuk dua fasa, goyangkan perlahan.
- Keluarkan lapisan bawah (fasa kloroform) melalui *glass wool*, lalu tampung ke dalam labu ukur yang sudah berisi fasa kloroform hasil pisahan sebelumnya.
- Ekstraksi kembali fasa air dalam corong pisah dengan mengulangi penambahan 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik. Diamkan hingga terbentuk dua fasa. Selanjutnya keluarkan fasa kloroform, dan satukan semua fasa kloroform.
- Cuci *glass wool* dengan kloroform sebanyak 10 mL, dan satukan semua fasa kloroform dengan labu ukur yang telah diperoleh dalam labu ukur yang sama. Tepatkan dengan kloroform hingga tanda tera. Homogenkan.
  - Ukur masing-masing larutan standar dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 652 nm (blanko: kloroform), dan catat serapannya.
  - Buat kurva kalibrasi dari hasil pengukuran, dan tentukan persamaan garis lurusnya.

### **Perlakuan Pendahuluan**

Untuk mencegah gangguan sulfida, ke dalam larutan sampel ditambahkan beberapa tetes H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%.

### Penetapan Detergen sebagai MBAS

1. Pipet sampel sebanyak jumlah perkiraan konsentrasi MBAS (lihat tabel 3) ke dalam corong pisah.
2. Tabel 3. Volume Sampel yang dibutuhkan berdasarkan perkiraan konsentrasi MBAS

Konsentrasi MBAS yang diperkirakan (mg/L)	Jumlah sampel yang diambil (mL)
0,025 – 0,080	400
0,080 – 0,40	250
0,41 – 210	100

3. Jika kada MBAS dari 2 mg/, maka encerkan larutan sampel sedemikian rupam menjadi 100 mL, sehingga diperoleh konsentrasi MBAS berkisar antara 40-200 µg dalam 100 mL.
4. Tambahkan 3-5 tetes indikator fenolftalein, lalu tambahkan larutan NaOH 1 N tetes demi tetes ke dalam larutan sampel hingga timbul warna merah muda seulas. Selanjutnya, hilangkan warna merah muda tersebut dengan penambahan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> tetes demi tetes
5. Tambahkan masing-masing 25 mL larutan biru metilen, 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik dengan sesekali membuka tutup corong pisah untuk mengeluarkan gas. Perlakuan ini dilakukan di ruang asam.
6. Diamkan hingga terbentuk dua fasa goyangkan corong pisah perlahan jika terbentuk emulsi. Tambahkan sedikit isopropil alkohol sampai emulsinya hilang.
7. Pisahkan lapisan bawah (lapisan kloroform), tampung ke corong pisah lain.
8. Ekstraksi kembali fasa air dalam corong pisah dengan mengulangi penambahan 25 mL larutan biru metilen, 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik dengan sesekali membuka tutup corong pisah untuk mengeluarkan gas. Perlakuan ini dilakukan sebanyak dua kali.

9. Satukan semua fasa kloroform yang telah ditampung, lalu tambahkan 50 mL larutan pencuci. Kocok kuat-kuat selama 30 detik.
10. Diamkan hingga terbentuk dua fasa, goyangkan perlahan.
11. Keluarkan lapisan bawah (fasa kloroform) melalui *glass wool*, lalu tampung ke dalam labu ukur 100 mL.
12. Sementara kepada fasa air yang masih berada dalam corong pisah, ditambahkan 10 mL kloroform. Kocok dengan kuat selama 30 detik.
13. Diamkan hingga terbentuk dua fasa, goyangkan perlahan.
14. Keluarkan lapisan bawah (fasa kloroform) melalui *glass wool*, lalu tampung ke dalam labu ukur yang sudah berisi fasa kloroform hasil pisahan sebelumnya.
15. Ekstraksi kembali fasa air dalam corong pisah dengan mengulangi penambahan 10 mL kloroform, lalu kocok dengan kuat selama 30 detik. Diamkan hingga terbentuk dua fasa. Selanjutnya keluarkan fasa kloroform, dan satukan semua fasa kloroform.
16. Cuci *glass wool* dengan kloroform sebanyak 10 mL, dan satukan semua fasa kloroform dengan labu ukur yang telah diperoleh dalam labu ukur yang sama. Tepatkan dengan kloroform hingga tanda tera. Homogenkan.
17. Ukur serapan larutan standar dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 652 nm (blanko: kloroform), dan alurkan pada kurva kalibrasi yang telah dibuat untuk memperoleh konsentrasi MBAS.

## **F. Daftar Pustaka**

- Mohrig, J.R., Hammond, C.N., dan Schatz, P. F., Techniques in Organic Chemistry 3th edition. W.H. Freeman. New York. 2010
- Mohrig, J.R., Mohrig, J.R., Hammond, C.N., dan Schatz, P. F. Laboratory Techniques in Organic Chemistry 4th Edition. W.H. Freeman. New York. 2014
- Sawyer C. N., McCarty P. L. dan Parkin G. F., Chemistry for Environmental Engineering and Science. McGRaw Hill. 2003.

## **MODUL IV**

### **ANALISA GULA REDUKSI DENGAN METODESPEKTOFOTOMETRI**

#### **A. Tujuan Percobaan**

Tujuan percobaan ini adalah untuk menentukan kadar gula reduksi dengan metode spektrofotometri.

#### **B. Prinsip Percobaan**

Penentuan kadar glukosa dalam sampel melalui reduksi ion  $\text{Cu}^{2+}$  oleh glukosa sehingga membentuk endapan merah bata  $\text{Cu}_2\text{O}$  dengan penambahan arsenomolibdat akan membentuk warna biru yang kemudian akan ditentukan kadarnya melalui spektrofotometer pada panjang gelombang maksimal. Nilai Absorbansi berhubungan dengan kadar glukosa dalam sampel.

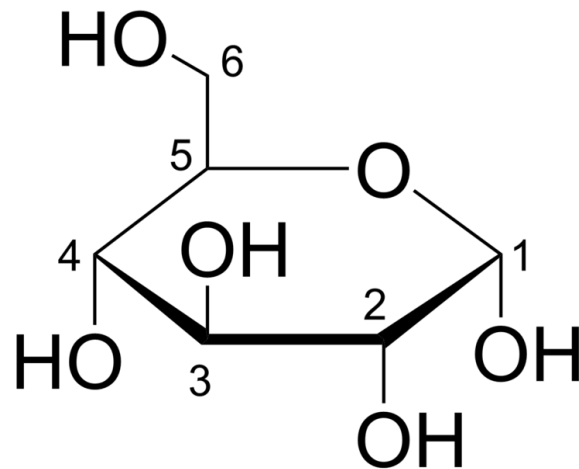
#### **C. Dasar Teori**

Karbohidrat merupakan senyawa organik dengan rumus molekul  $\text{C}_m(\text{H}_2\text{O})_n$ . Istilah karbohidrat digunakan untuk menunjukkan zat yang terdiri atas polihidroksi aldehida dan keton secara turunannya. Monosakarida adalah karbohidrat yang biasanya memiliki tiga sampai sembilan atom karbon. Sambungan dua monosakarida atau lebih melalui jembatan oksigen menjadikannya oligosakarida dan polisakarida.

D-glukosa adalah monosakarida yang paling umum dan mungkin merupakan senyawa organik yang paling banyak terdapat di alam. Senyawa ini terdapat terdapat bebas dalam darah dan berbagai cairan tubuh lainnya dan dalam cairan tanaman, serta merupakan komponen monosakarida utama dari banyak oligosakarida dan polisakarida. Glukosa langsung digunakan oleh tubuh. Glukosa didapat secara niaga dengan cara hidrolisis pati diikuti dengan kristalisasi dari larutan dalam air. Filtrat yang tinggal yang dikenal sebagai tetes, terdiri dari kira-kira 65 % D-glukosa dan 35%



disakarida dan oligosakarida lainnya. Isomer monosakarida D-fruktosa biasanya di dapat bersama-sama D-glukosa dan sukrosa. Suatu campuran D-fruktosa dan D-glukosa dikenal sebagai gula inversi. D-fruktosa mudah diubah menjadi D-glukosa dalam tubuh.



#### D. Alat dan Bahan

##### Alat :

- Spektrofotometer
- Kuvet
- Thermometer
- Beaker glass 250 mL
- Labu ukur 100 mL dan 10 mL
- Pipet ukur
- Tabung reaksi
- Rak tabung reaksi
- Alat tulis dan kertas label

##### Bahan :

- Larutan standar glukosa 1000 ppm
- Larutan fosfomolibdat
- Reagen Nelson
- Aquadest
- Sampel

## **E. Prosedur Percobaan**

### **Pembuatan kurva standard glukosa**

1. Buat larutan glukosa dengan variasi konsentrasi variasi 0, 2, 4, 6, 8, 10, 20, 30, 40 ppm dari larutan induk glukosa 1000 ppm.
2. Siapkan 9 tabung reaksi dan masukkan masing-masingnya 1 mL standar glukosa ke dalam tabung reaksi dan tabung satunya lagi diisi dengan akuades blanko
3. Tambahkan 1 mL reagen Nelson ke dalam masing-masing tabung reaksi kemudian pansakan dengan water bath selama 20 menit.
4. Dinginkan semua tabung reaksi yang berisi campuran ke dalam gelas beaker yang berisi air dingin sampai suhu tabung mencapai 25°C
5. Setelah dingin, tambahkan 1 mL reagen fosfomolibdat kemudian dikocok-kocok sampai endapan yang terbentuk terlarut kembali.
6. Setelah endapan terlarut sempurna, tambahkan 7 mL aquadest dan dikocok-kocok sampai homogeny.
7. Ukur absorbansi masing-masing larutan pada panjang gelombang 540 nm dengan spektrofotometer.
8. Buat kurva larutan standar yang menunjukkan hubungan konsentrasi glukosa dan absorban.

### **Pengukuran gula reduksi pada sampel**

1. Ambil 1 mL larutan sampel dan masukkan ke dalam tabung reaksi.
2. Tambahkan 1 mL reagen Nelson ke dalam tabung reaksi kemudian pansakan dengan water bath selama 20 menit.
3. Dinginkan tabung reaksi yang berisi campuran ke dalam gelas beaker yang berisi air dingin sampai suhu tabung mencapai 25°C

4. Setelah dingin, tambahkan 1 mL reagen fosfomolibdat kemudian dikocok-kocok sampai endapan yang terbentuk terlarut kembali.
5. Setelah endapan terlarut sempurna, tambahkan 7 mL aquadest dan dikocok-kocok sampai homogen.
6. Ukur absorbansi masing-masing larutan pada panjang gelombang 540 nm dengan spektrofotometer.
7. Hitung konsentrasi gula reduksi pada sampel berdasarkan kurva absorbansi glukosa..

#### **F. Daftar Pustaka**

Mohrig, J.R., Hammond, C.N., dan Schatz, P. F., Techniques in Organic Chemistry 3th edition. W.H. Freeman. New York. 2010

Mohrig, J.R., Mohrig, J.R., Hammond, C.N., dan Schatz, P. F. Laboratory Techniques in Organic Chemistry 4th Edition. W.H. Freeman. New York. 2014

Sawyer C. N., McCarty P. L. dan Parkin G. F., Chemistry for Environmental Engineering and Science. McGRaw Hill. 2003.

## **MODUL V**

### **ANALISA MINYAK/LEMAK METODE GRAVIMMETRI**

#### **A. Tujuan Percobaan**

Tujuan percobaan ini adalah untuk mengukur konsentrasi minyak dan atau lemak pada air.

#### **B. Prinsip Percobaan**

Minyak dan lemak dalam air diekstraksi dengan pelarut organik dalam corong pisah dan untuk menghilangkan air yang masih tersisa digunakan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat. Ekstraksi minyak dan lemak dipisahkan dengan pelarut dengan metode destilasi. Residu yang tertinggal pada labu destilasi ditimbang sebagai minyak dan lemak.

#### **C. Dasar Teori**

Lemak merupakan bagian dari lipid yang mengandung asam lemak jenuh bersifat padat. Lemak merupakan senyawa organik yang terdapat di alam serta tidak larut dalam air tetapi larut dalam pelarut organik non-polar seperti dietil eter, kloroform, benzene, hexane dan hidrokarbon lainnya. Terdapat dua jenis lemak yaitu lemak jenuh dan lemak tak jenuh. Lemak jenuh terdapat pada pangan hewani.

Kadar lemak dalam suatu bahan pangan dapat diketahui dengan cara mengekstraksi lemak. Metode ekstraksi lemak terdiri dari ekstraksi lemak kering dan ekstraksi lemak basah. Ekstraksi lemak kering dapat dilakukan dengan menggunakan metode Soxhlet. Pada prinsipnya metode Soxhlet ini menggunakan sampel lemak kering yang diekstraksi secara terus-menerus dalam pelarut dengan jumlah yang konstan.

Penentuan kadar lemak dengan metode ekstraksi dipengaruhi oleh beberapa factor diantaranya persiapan sampel, waktu ekstraksi, kuantitas pelarut, suhu pelarut, dan tipe pelarut.

#### **D. Alat dan Bahan**

##### **Alat :**

- Neraca analitik
- Corong pisah
- Labu destilasi
- Corong kaca
- Alat sentrifuge
- Pompa vakum
- Penangas air (water bath)
- Desikator

##### **Bahan :**

- HCl atau  $H_2SO_4$
- N-heksana
- MTBE
- Kristal natrium sulfat c
- Campuran pelarut, 80% n-heksana dan 20% MTBE

#### **E. Prosedur Percobaan**

1. Masukkan 50 mL sampel ke dalam corong pisah.
2. Tambahkan 30 mL pelarut organik ke dalam corong pisah.
3. Tutup dan kocok corong pemisah dengan kuat-kuat selama 2 menit.
4. Biarkan lapisan memisah kemudian keluarkan lapisan air.
5. Keluarkan lapisan pelarut dengan cara menyaring dengan kertas saring dan 10 gram  $Na_2SO_4$  anhidrat yang keduanya telah dicuci dengan pelarut ke dalam labu bersih yang telah ditimbang.

6. Jika tidak dapat diperoleh lapisan pelarut yang jernih dan terdapat emulsi lebih dari 5 mL, lakukan sentrifugasi selama 5 menit dengan putaran 2400 rpm.
7. Pindahkan bahan yang telah disentrifugasi dengan corong kaca dan keringkan lapisan pelarut melalui corong dengan kertas saring dan 10 gram  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat yang keduanya telah dicuci dengan pelarut ke dalam labu bersih yang telah ditimbang.
8. Gabungkan lapisan air dan emulsi sisa atau padatan dalam corong pisah. Ekstraksi 2 kali dengan pelarut 30 mL setiap kali ekstraksi, sebelumnya cuci dahulu wadah sampel dengan bagian pelarut.
9. Gabungkan ekstrak dalam labu destilasi yang telah ditimbang, termasuk cucian akhir dari saringan dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat dengan tambahan 10 mL – 20 mL pelarut.
10. Destilasi pelarut dengan dalam penangas air pada suhu  $85^\circ\text{C}$ . Untuk memaksimalkan perolehan kembali pelarut lakukan destilasi.
11. Saat terlihat kondensasi pelarut berhenti, pindahkan labu dari penangas air. Dinginkan dalam desikator selama 30 menit kemudian timbang sampai diperoleh berat konstan.
12. Hitung kadar minyak dalam sampel.

#### **F. Daftar Pustaka**

- Mohrig, J.R., Hammond, C.N., dan Schatz, P. F., Techniques in Organic Chemistry 3th edition. W.H. Freeman. New York. 2010
- Mohrig, J.R., Mohrig, J.R., Hammond, C.N., dan Schatz, P. F. Laboratory Techniques in Organic Chemistry 4th Edition. W.H. Freeman. New York. 2014
- Sawyer C. N., McCarty P. L. dan Parkin G. F., Chemistry for Environmental Engineering and Science. McGRaw Hill. 2003.