



2024

MODUL PRAKTIKUM FITOKIMIA

TIM FITOKIMIA:

Fihrina Mohamad, S.Si, M.Si

Nangsih Sulastri Slamet, S.Si, M.Si, Apt

Arlan K. Imran, S.Farm, M.Farm, Apt

Moh. Usman Nur, S.Farm, M.Farm, Apt

Insyira Fadliana Basri, S.Farm

Sitti Rhomlah Jahja, S.Farm, Apt

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III FARMASI
JURUSAN FARMASI
POLITEKNIK KESEHATAN GORONTALO**

HALAMAN PENGESAHAN

Direktur Politeknik Kesehatan Kementerian Kesehatan Gorontalo mengesahkan Penuntun Praktikum **Fitokimia** (Kode Dokumen:.....) yang diterapkan sebagai bahan acuan dalam proses belajar-mengajar di Program Studi Diploma III Farmasi Politeknik Kesehatan Gorontalo.

Hal-hal yang belum tercantum dalam modul ini selanjutnya akan direvisi mengikuti perkembangan ilmu kefarmasian.

Mengetahui
Ketua Jurusan,

Gorontalo, Januari 2024
Penyusun,

Fihrina Mohamad, S.Si., M.Si
NIP. 1987041920101220007

Fihrina Mohamad, S.Si., M.Si
NIP. 1987041920101220007

Disahkan Oleh
Direktur,

Dikendalikan Oleh
Ka. Pusat Penjaminan Mutu,

Mohamad Anas Anasiru, SKM., M.Kes
NIP. 19621016 198402 1 001

Puspita Sukmawaty Rasyid, STT, M.Kes
NIP. 19820108 200312 2 002

KATAPENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah Subhanahu wa Ta'ala yang telah melimpahkan segala nikmat kepada kami sehingga penyusunan modul praktikum ini dapat diselesaikan sebagai mana mestinya. Modul praktikum ini dimaksudkan sebagai bahan penuntun praktikum yang akan mendukung kelancaran proses pembelajaran dalam laboratorium pada mata kuliah "Fitokimia" pada Program studi Diploma III Farmasi Jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Gorontalo.

Materi-materi yang disajikan dalam modul ini diharapkan dapat memberikan pemahaman mendalam mengenai kimia analisis farmasi bagi pengembangan ilmu. Sebagai sebuah karya keilmiaan, kami berharap semoga modul ini menjadi sesuatu yang bermanfaat bagi siapa saja yang membaca dan mempelajarinya. Sebagai sebuah karya pula maka kami menyadari bahwa sudah pasti terdapat kekurangan ataupun kejanggalan di berbagai tempat dalam modul ini. Oleh sebab itu, demi kesempurnaannya di masa mendatang, kritik dan saran yang bersifat membangun sangat kami harapkan.

Gorontalo, Januari 2024

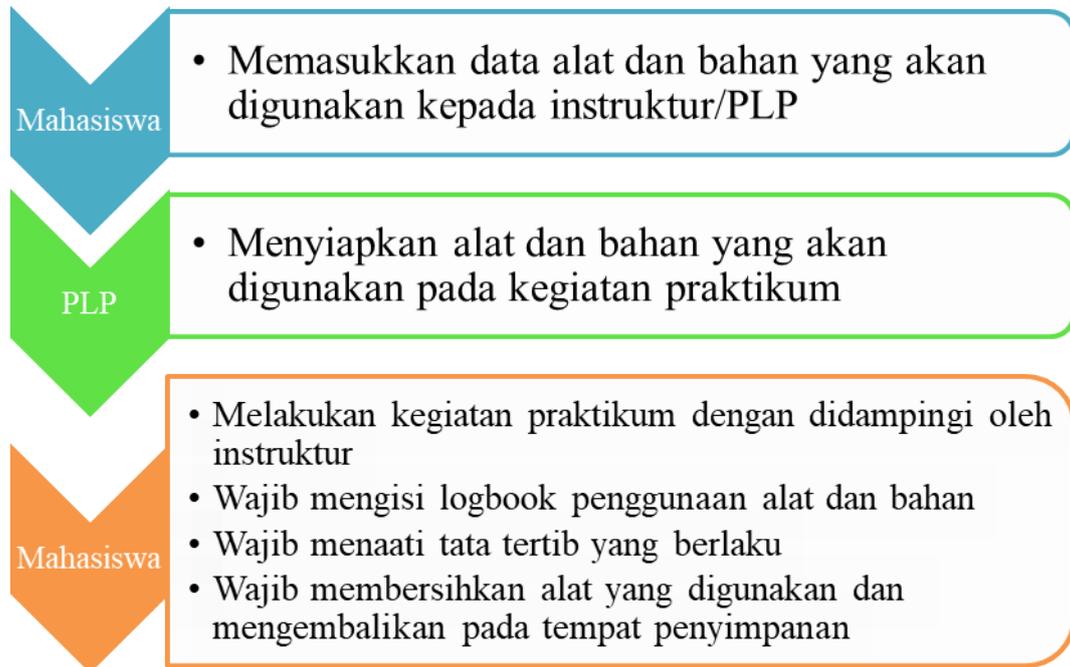
Tim Penyusun

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI.....	iv
ALUR PEGGUNAAN LABORATORIUM UNTUK PRAKTIKUM.....	v
RUBRIK PENILAIAN PRAKTIKUM.....	vi
PERCOBAAN I.....	1
PERCOBAAN II.....	16
PERCOBAAN III.....	16
PERCOBAAN IV.....	22
PERCOBAAN V.....	26
PERCOBAAN VI.....	29
PERCOBAAN VII.....	33
PERCOBAAN VIII.....	37
PERCOBAAN IX.....	37
PERCOBAAN X.....	44
PERCOBAAN XI.....	50
PERCOBAAN XII.....	56
PERCOBAAN XIII.....	63
PERCOBAAN XIV.....	72
PERCOBAAN XV.....	77

ALUR PEGGUNAAN LABORATORIUM UNTUK PRAKTIKUM JURUSAN FARMASI POLTEKKES KEMENKES GORONTALO



TATA TERTIB PENGGUNAAN LABORATORIUM UNTUK PRAKTIKUM

1. Praktikan harus sudah siap didepan laboratorium 15 menit sebelum praktikum dimulai
2. Sebelum mengikuti praktikum, praktikan harus sudah menyiapkan tugas pendahuluan dan menguasai materi praktikum yang akan dikerjakan
3. Praktikan wajib menggunakan Alat Pelindung Diri selama berada di Laboratorium (berupa jas laboratorium, sepatu tertutup, masker, dan sarung tangan)
4. Praktikan wajib membawa kotak peralatan
5. Praktikan wajib menjaga keamanan dan ketertiban laboratorium
6. Praktikan wajib menjaga kebersihan laboratorium sebelum dan sesudah bekerja
7. Praktikan wajib mengisi *logbook* penggunaan alat dan bahan
8. Praktikan wajib melaporkan jika terjadi kerusakan alat dan mengganti alat yang rusak tersebut maksimal 1 bulan setelah rusaknya alat
9. Setelah kegiatan, praktikan harus membersihkan alat yang digunakan serta meja kerja, dan membuang sampah sesuai ketentuan yang berlaku

10. Praktikan yang berhalangan hadir karena sakit atau hal lain, harus melapor kepada instruktur dengan membawa surat keterangan dari dokter atau orang tua/wali
11. Praktikan hanya diperbolehkan menggunakan laboratorium sesuai dengan jadwal praktikum, kecuali atas seizin penanggung jawab laboratorium
12. Pelanggaran terhadap tata tertib ini akan diberikan sanksi berupa tidak diperkenankan mengikuti praktikum atau ujian praktikum

PERCOBAAN I

PENGENALAN ALAT

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Mengetahui alat-alat yang digunakan dalam ekstraksi
2. Mengetahui prinsip dasar alat ekstraksi
3. Mengetahui bagian-bagian dan fungsi alat pada proses ekstraksi

B. DASAR TEORI

Ekstraksi merupakan penguraian zat-zat berkhasiat atau zat aktif dibagian tanaman. Tujuannya untuk menarik semua komponen kimia yang terdapat dalam simplisia. Ekstraksi dilakukan dengan dua cara, yaitu cara panas dan cara dingin. Ekstraksi dengan cara dingin seperti maserasi. Sedangkan dengan cara panas yaitu Sokletasi, Refluks, Destilasi uap air, Infusa dan Dekok.

1. Ekstraksi Cara Dingin

a. Maserasi

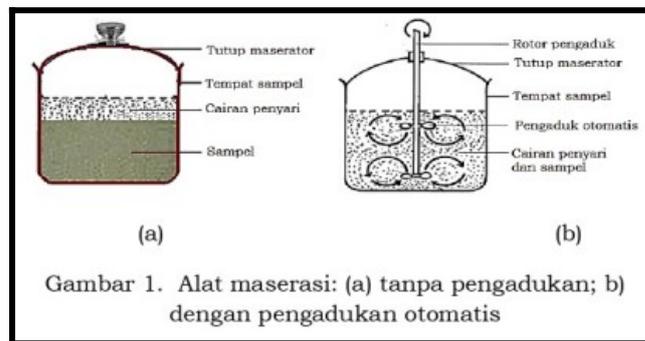
Maserasi adalah proses pengekstrakan simplisia dengan menggunakan pelarut dengan beberapa kali pengocokan atau pengadukan pada temperatur ruangan. Secara teknologi termasuk ekstraksi dengan prinsip metode pencapaian konsentrasi pada keseimbangan.

Prinsip dari maserasi adalah cairan penyari akan menembus dinding seldan masuk ke dalam rongga sel yang mengandung zat aktif, zat aktif akan larut dan karena adanya perbedaan konsentrasi antara larutan zat aktif didalam sel dan diluar sel, maka larutan terpekat akan terdesak keluar. Peristiwa ini berulang sehingga terjadi keseimbangan konsentrasi antara larutan diluar sel dan didalam sel.

Sampel biasanya direndam selama 3-5 hari, sambil diaduk sesekali untuk mempercepat proses pelarutan komponen kimia yang terdapat dalam sampel. Maserasi dilakukan dalam botol yang berwarna gelap dan ditempatkan pada tempat yang terlindung dari cahaya. Ekstraksi dilakukan berulang-ulang kali sehingga sampel terekstraksi secara sempurna yang ditandai dengan pelarut pada sampel berwarna bening, sampel yang

direndam dengan pelarut tadi disaring dengan kertas saring untuk mendapat maseratnya. Maseratnya dibebaskan dari pelarut dengan menguapkannya secara in vacuo dengan rotary evaporator.

Adapun kelebihan dari metode maserasi ini yaitu alat dan cara yang digunakan sederhana, dapat digunakan untuk zat yang tahan dan tidak tahan pemanasan. Sedangkan kekurangan dari metode maserasi, yaitu banyak pelarut yang dipakai, waktu yang dibutuhkan cukup lama.



Gambar 1. Alat maserasi: (a) tanpa pengadukan; b) dengan pengadukan otomatis

Gambar1.InstrumenAlatMaserasi

b. Perkolasi

Perkolasi adalah cara penyarian yang dilakukan dengan mengalirkan cairan penyari melalui serbuk simplisia yang telah dibasahi.

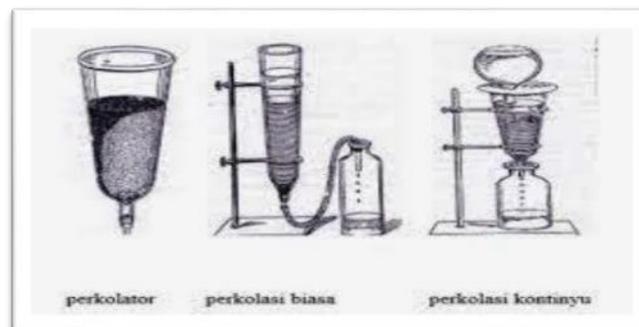
Prinsip perkolasi adalah serbuk simplisia diletakkan dalam suatu bejana silinder yang bagian bawahnya diberi sekat berpori. Cairan penyari dialirkan dari atas ke bawah melalui serbuk tersebut, cairan penyari akan melarutkan zat aktif sel-sel yang dilalui sampai mencapai keadaan jenuh. Gerak ke bawah disebabkan oleh kekuatan gaya beratnya sendiri dan cairan di atasnya, dikurangi dengan gaya kapiler yang cenderung untuk menahan. Kekuatan yang berperan dalam perkolasi antara lain, gaya beratnya, kekentalan, daya larut, tegangan permukaan, difusi, osmosa, adesi, daya kapiler, dan daya gesekan.

Keuntungan

1. Cara perkolasi yang digunakan lebih mudah dan sederhana
2. Perkolasi dapat dilakukan baik skala laboratorium maupun skala industri.

Kerugian

1. Simplisia harus dibasahi terlebih dahulu harus dibasahi sebelum dimasukkan ke dalam percolator Massa simplisia dalam percolator tergantung pada tinggi percolator.
2. Simplisia lebih memadat (kompak) sesudah beberapa kali terjadi proses ekstraksi awal dan hal ini dapat menghalangi kelancaran aliran pelarut.
3. Perolehan kembali pelarut yang tertahan didalam ampas sering memerlukan proses tambahan dan hal yang sama berlaku untuk mengeluarkan ampas dan menarik bahan aktif dari ampas.



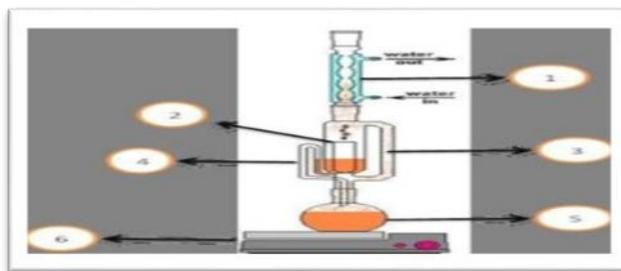
Gambar2InstrumenAlatPerkolasi

2. Ekstraksi Cara Panas

a. Sokhlet

Sokletasi adalah suatu metode/proses pemisahan suatu komponen yang terdapat dalam zat padat dengan cara penyaringan berulang –ulang dengan menggunakan pelarut tertentu, sehingga semua komponen yang diinginkan akan terisolasi. Teknik dimana pelarut yang digunakan harus selalu dalam keadaan panas sehingga diharapkan dapat mengisolasi senyawa organik lebih efisien, semacam itu disebut sokletasi.

Ekstraksi sokletasi merupakan proses ekstraksi yang berlangsung secara berulang-ulang dan teratur. Bahan yang akan diekstrak dijadikan serbuk dan diletakkan dalam pembungkus yang berpori (kertas saring). Pembungkus tersebut dimasukkan ke dalam alat soklet, sedangkan pada bagian atas alat ini dihubungkan dengan kondensor atau pendingin. Pelarut dan batu didih dimasukkan kedalam labu dan diekstrak dengan suhu dan waktu yang diinginkan. Prinsip kerja sokletasi yakni penarikan komponen kimia yang dilakukan dengan cara serbuk simplisia ditempatkan dalam klonsong yang telah dilapisi kertas saring sedemikian rupa, cairan penyari dipanaskan dalam labu alas bulat sehingga menguap dan dikondensasikan oleh kondensor bola menjadi molekul-molekul cairan penyari yang jatuh ke dalam klonsong menyari zat aktif di dalam simplisia dan jika cairan penyari telah mencapai permukaan sifon, seluruh cairan akan turun kembali ke labu alas bulat melalui pipa kapiler hingga terjadi sirkulasi. Ekstraksi sempurna ditandai bila cairan di sifon tidak berwarna, tidak tampak noda jika di KLT, atau sirkulasi telah mencapai 21kali. Ekstrak yang diperoleh dikumpulkan dan dipekatkan



Gambar3.RangkaianAlat Sokhlet

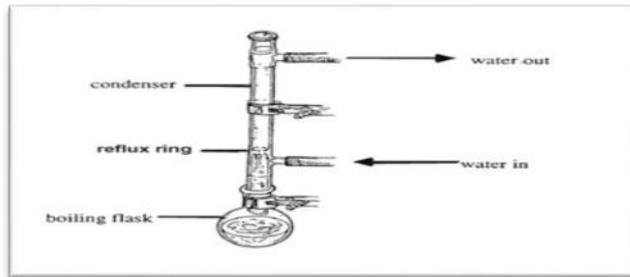
Nama-nama instrumen dan fungsinya adalah: 1) Kondensor berfungsi sebagai pendingin, dan juga untuk mempercepat proses pengembunan, 2) Timbal/klonsong berfungsi sebagai wadah untuk sampel yang ingin diambil zatnya, 3) Pipa F/vapor berfungsi sebagai jalannya uap, bagi pelarut yang menguap dari proses penguapan, 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 ekstrak dan pelarutnya, 6) Hot plate atau penangas berfungsi sebagai pemanas larutan, 7) Water in sebagai tempat air masuk, dan 8) Water out sebagai tempat air keluar.

b. Refluks

Refluks adalah salah satu metode dalam ilmu kimia untuk mensintesis suatu senyawa, baik organik maupun anorganik. Umumnya digunakan untuk mensintesis senyawa-senyawa yang mudah menguap atau volatile. Pada kondisi ini jika dilakukan pemanasan biasa maka pelarut akan menguap sebelum reaksi berjalan sampai selesai.

Refluks merupakan teknik yang melibatkan kondensasi uap dan kembalikondensat ini ke sistem dari mana ia berasal. Hal ini digunakan dalam industri dan laboratorium destilasi. Selain itu juga digunakan dalam kimia untuk memasok energi untuk reaksi-reaksi selama jangka waktu yang panjang.

Prinsip dari metode refluks yaitu ekstraksi berkesinambungan. Bahan yang akan diekstraksi direndam dengan cairan penyari dalam labu alas bulat yang dilengkapi dengan alat pendingin tegak, lalu dipanaskan sampai mendidih. Cairan penyari akan menguap, uap tersebut akan diembunkan dengan pendingin tegak dan akan kembali menyari zat aktif dalam simplisia tersebut, demikian seterusnya. Ekstraksi ini biasanya dilakukan 3 kali dan setiap kali diekstraksi selama 4 jam. Filtrat yang diperoleh dikumpulkan dan dipekatkan.

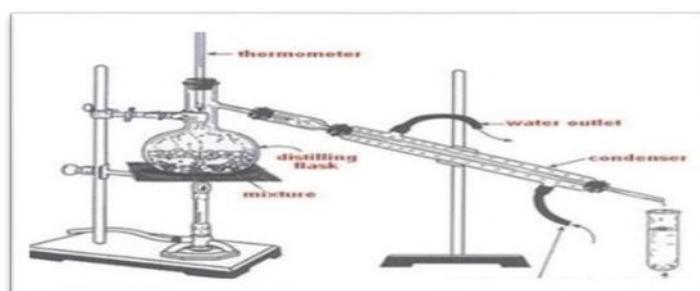


Gambar4. Rangkaian AlatRefluks

Nama-nama instrumen dan fungsinya adalah Kondensor berfungsi sebagai pendingin, dan juga untuk mempercepat proses pengembunan. Labu alas bulat berfungsi sebagai wadah bagi simplisia dan pelarutnya, Hot plate atau penangas berfungsi sebagai pemanas larutan, Water in sebagai tempat air masuk, dan Water out sebagai tempat air keluar.

c. Destilasi Uap

Destilasi uap adalah metode yang populer untuk ekstraksi minyak-minyak menguap (esensial) dari sampel tanaman. Metode destilasi uap air diperuntukkan untuk menyari simplisia yang mengandung minyak menguap atau mengandung komponen kimia yang mempunyai titik didih tinggi pada tekanan udara normal. Adapun instrumen alat destilasi sebagai berikut:



Gambar 5. Instrumen Alat Destilasi

Gambar diatas merupakan alat destilasi atau yang disebut destilator. Yang terdiri dari thermometer, labu didih, steelhead, pemanas, kondensor, dan labu penampung destilat. Thermometer biasanya digunakan untuk mengukur suhu uap zat cair yang didestilasi selama proses destilasi berlangsung. Steel head berfungsi sebagai penyalur uap atau gas yang akan masuk ke alat pendingin (kondensor) dan biasanya labu destilasi dengan leher

yang berfungsi sebagai steelhead. Kondensor memiliki 2 celah, yaitu celah masuk dan celah keluar yang berfungsi untuk aliran uap hasil reaksi dan untuk aliran air keran. Pendingin yang digunakan biasanya adalah air yang dialirkan dari dasar pipa, tujuannya adalah agar bagian dari dalam pipa lebih lama mengalami kontak dengan air sehingga pendinginan lebih sempurna dan hasil yang diperoleh lebih sempurna. Penampung destilat bisa berupa erlenmeyer, labu, ataupun tabung reaksi tergantung pemakaiannya. Pemanasnya juga dapat menggunakan penangas, ataupun mantel listrik yang biasanya sudah terpasang pada destilator.

d. Infusa dan Dekokta

Infusa adalah sediaan cair yang dibuat dengan mengekstraksi simplisia nabati dengan air pada suhu 90°C selama 15 menit. Pembuatan dengan cara pemanasan simplisia di atas pemanas air selama 15 menit terhitung mulai suhu mencapai 90°C sambil sesekali diaduk. Setelah itu diangkat dan dilakukan penyarian dalam keadaan panas. Infusa merupakan ekstraksi yang menggunakan pelarut polar yaitu air. Senyawa yang memiliki kepolaran yang sama akan lebih mudah tertarik atau terlarut dengan pelarut yang memiliki tingkat kepolaran yang sama.



Gambar 6. Metode Infusa dan Dekokta

Dekokta merupakan metode untuk mengambil zat aktif tanaman dengan cara menimbang bahan yang akan diekstraksi lalu mencampur bahan dengan air kemudian dipanaskan selama 30 menit terhitung mulai suhu mencapai 90°C sambil diaduk kemudian dilakukan penyaringan untuk mendapatkan larutan dekokta. Metode ini menghasilkan ekstrak yang tidak stabil dan mudah mengendap sehingga tidak boleh disimpan lebih dari 24 jam. Kelebihan

metode dekokta adalah cara pembuatannya sangat mudah dan waktu pengerjaan relatif singkat

3. Hot Plate

Hot Plate (Kompor Listrik) dapat digunakan untuk memanaskan berbagai bahan. Alat ini biasanya dilengkapi dengan pilihan temperatur yang diinginkan. Labu alat bulat tidak cocok untuk dipanaskan di atas alat ini, biasanya yang digunakan berupa labu beralas datar. Untuk penggunaan alat ini adalah cukup menyambungkannya ke saluran listrik, tetapi ada beberapa yang perlu diperhatikan saat penggunaannya, seperti:

- a. Bahan yang mudah terbakar seperti Eter dapat menimbulkan percikan pada permukaan yang sangat panas;
- b. Apabila memanaskan cairan dengan titik rendah, suhu hot plate atau kompor listrik harus diatur dengan suhu minimum. Sedangkan untuk memanaskan cairan dengan titik tinggi, temperturnya dapat dinaikkan sesuai sifat bahan dan kebutuhan;
- c. Proses pemanasan harus menggunakan Batu Didih untuk mencegah terjadinya bumping



Gambar 7. Hot Plate

4. Heating Mantle

Heating mantle atau isomantle adalah istilah untuk bagian tertentu peralatan laboratorium digunakan untuk menerapkan panas ke kontainer, sebagai alternatif bentuk lain dari mandi air panas. Wadah yang bisadigunakan pada heating mantle adalah labu alas bulat. Berbeda dengan alat pemanas lainnya, seperti kompor listrik atau pembakar Bunsen, wadah gelas harus ditempatkan dalam kontak langsung dengan mantel pemanas tanpa secara substansial

meningkatkan risiko dari gelas pecah, karena elemen pemanas mantel pemanas terisolasi dari wadah sehingga untuk mencegah gradien suhu yang tinggi. Pemanasan pada heating mantle harus menggunakan batu didih atau magnetic stirrer untuk mencegah terjadinya bumping.



Gambar 8. Heating Mantle

5. Water Bath

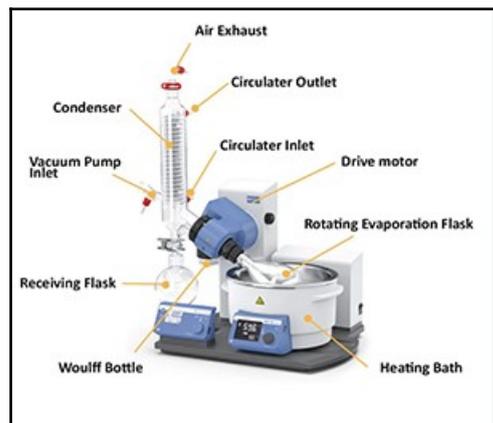
Waterbath adalah peralatan laboratorium yang terbuat dari wadah yang diisi dengan air panas. Ini digunakan untuk memanaskan sampel dalam air pada suhu konstan selama periode waktu yang panjang. Semua pemandian air memiliki antarmuka digital atau analog untuk memungkinkan pengguna mengatur suhu yang diinginkan. Pemanfaatan termasuk pemanasan reagen, melelehnya substrat atau inkubasi kultur sel. Ini juga digunakan untuk memungkinkan reaksi kimia tertentu terjadi pada suhu tinggi. Waterbath adalah sumber panas yang lebih mudah digunakan untuk memanaskan bahan kimia yang mudah terbakar daripada dengan peralatan yang menggunakan nyala api terbuka. Berbagai jenis Waterbath digunakan tergantung pada aplikasi.



Gambar 9. Water Bath

6. Rotary Evaporator

Rotary Evaporator adalah alat yang berfungsi mengubah pelarut dari yang semula berwujud cair menjadi uap. Rotary evaporator pada umumnya terdiri dari tiga bagian, yaitu penukar panas, bagian evaporasi (tempat di mana cairan mendidih lalu menguap), dan pemisah untuk memisahkan uap dari cairan lalu dimasukkan ke dalam kondensor (untuk diembunkan/kondensasi) atau ke peralatan lainnya. Hasil dari evaporator (produk yang diinginkan) biasanya dapat berupa padatan atau larutan berkonsentrasi. Larutan yang sudah dievaporasi bisa saja terdiri dari beberapa komponen volatil (mudah menguap). Alat ini dapat meningkatkan laju penguapan dari pelarut dengan cara Mengurangi tekanan untuk menurunkan titik didih pelarut, memutar sampel untuk meningkatkan luas permukaan efektif, memanaskan pelarut, dan menguapkan pelarut sehingga mengembun dalam kondensor yang didinginkan.



Gambar 10. Rotary Evaporator

Prinsip utama pada alat ini adalah menukar panas dan untuk memisahkan uap yang terbentuk dari cairan. Pada dasarnya alat ini bekerja dengan merubah energy listrik menjadi gerak dan energy panas. Energi panas diperlukan untuk memanaskan chamber water bath/heating bath., dan energy gerak diperlukan untuk memutar labu alas bulat.

Adapun bagian-bagian pada alat rotary evaporator adalah sebagai berikut:

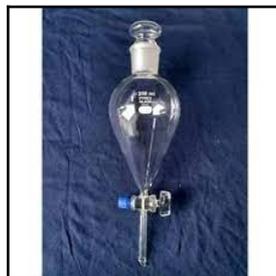
- 1) Water bath, berfungsi untuk memanaskan sampel dengan suhu yang dapat diatur dengan kebutuhan. Pada water bath, terdapat beberapa bagian yaitu layar penampil suhu, tombol up/down untuk mengatur suhu, tombol

pemutar pengatur suhu.

- 2) Kondensor berfungsi untuk mendinginkan uap pelarut yang telah menguap. Bagian ini berbentuk spiral agar proses kondensasi berjalan dengan lancar. Pada kondensor juga memiliki lubang yang berfungsi sebagai tempat keluar masuknya air dari mesin pendingin.
- 3) Mesin pendingin berfungsi untuk mendinginkan air yang akan dipompakan ke kondensor.
- 4) Tungkai atas dan tungkai bawah, pada tungkai bawah berfungsi mengatur tinggi dan rendahnya labu alat bulat sampel sedangkan tungkai atas berfungsi untuk mengatur kemiringan kondensor dan labu alas bulat
- 5) Labu alas bulat sebagai tempat sampel dan pelarut yang akan dipisahkan dalam hal ini juga terdapat ujung rotary yang berfungsi sebagai tempat bergantungnya labu alas bulat sampel dan pelarut
- 6) Labu pelampung berfungsi sebagai wadah yang digunakan untuk menampung uap pelarut dari hasil pemanasan di dalam water bath. Pemasangan labu pelampung menggunakan penjepit agar bias dilepas pasang.
- 7) Pompa vakum berfungsi untuk mengatur tekanan dalam labu sehingga mempermudah penguapan sampel.

7. Corong Pisah

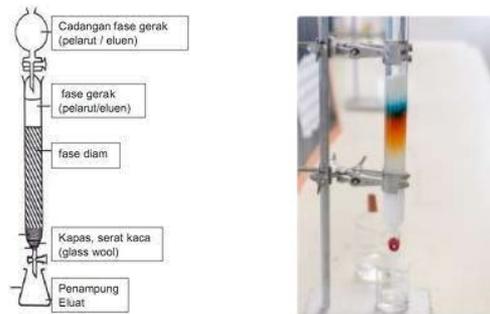
Corong Pemisah (Corong Pisah) merupakan peralatan gelas laboratorium yang digunakan dalam proses ekstraksi cair-cair untuk memisahkan komponen-komponen senyawa pada dua fase cair yang tidak bercampur.



Gambar 11. Corong Pisah

8. Kolom Kromatografi

Kromatografi kolom adalah metode yang digunakan untuk memurnikan bahan kimia tunggal dari campurannya. Metode ini sering digunakan untuk aplikasi preparasi pada skala mikrogram hingga kilogram. Keuntungan utama kromatografi kolom adalah biaya yang rendah dan kemudahan membuang fasa diam yang telah digunakan.



Gambar 12. Kolom Kromatografi

9. Chamber

Chamber adalah alat yang biasa digunakan sebagai wadah dalam proses analisis Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Chamber ini biasa untuk memonitor pergerakan eluen (campuran pelarut) saat proses analisis KLT berlangsung.



Gambar 13. Chamber KLT

10. Cabinet UV-Lamp

Cabinet UV-Lamp adalah alat yang berfungsi untuk mengamati noda sampel pada lempeng Kromatografi Lapis Tipis (KLT).



Gambar 14. Cabinet UV-Lamp

11. Spektrofotometri

Spektrofotometri adalah teknik eksperimen yang digunakan untuk mengukur konsentrasi zat terlarut dalam larutan tertentu dengan menghitung jumlah cahaya yang diserap oleh zat tersebut. Teknik ini sangat bermanfaat karena senyawa tertentu juga akan menyerap panjang gelombang cahaya berbeda pada intensitas yang berbeda. Dengan menganalisis cahaya yang melalui larutan, dapat mengidentifikasi senyawa terlarut dalam larutan serta konsentrasinya. Alat yang digunakan untuk menganalisis larutan dengan teknik ini di laboratorium adalah spektrofotometer. Pada umumnya spektrofotometer dibedakan pada jenis sumber cahaya yang digunakan, salah satunya adalah UV-Vis.



Gambar 15. Spektrofotometer UV-Vis

C. PERALATAN PRAKTIKUM

Alat yang digunakan pada praktikum ini adalah wadah maserasi, wadah infusa, kondensor, kolom soklet, labu alas bulat, statif, klem, termometer, Erlenmeyer, gelas ukur, beaker glass, hot plate, chamber KLT, water bath, heating mantle, timbangan analitik, rotary evaporator, corong pisah, kolom kromatografi, cabinet uv-lamp, spektrofotometri

D. PROSEDUR KERJA

1. Disiapkan alat yang akan digunakan
2. Dirangkai alat sesuai pada Instruksi Kerja Alat (IKA)
3. Dilakukan pengoperasian alat sesuai dengan Instruksi Kerja Alat (IKA)

E. HASIL PENGAMATAN

No	Nama Alat / Gambar Alat	Bagian-bagian Alat	Fungsi

(Note: di kolom bagian-bagian alat disesuaikan dengan rangkaian alatnya)

F. DOKUMENTASI PRAKTIKUM

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN II DAN III
PEMBUATAN DAN PARAMETER MUTU SIMPLISIA

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Melakukan tahap-tahap pembuatan simplisia
2. Melakukan uji makroskopik, uji mikroskopik dan uji organoleptik simplisia
3. Memahami dan menghitung persentase kadar air simplisia

B. DASAR TEORI

Simplisia adalah bahan alam yang digunakan sebagai obat yang belum mengalami pengolahan apapun juga, kecuali dinyatakan lain berupa bahan yang dikeringkan. Simplisia nabati adalah simplisia yang berasal dari tanaman utuh, bagian tanaman atau eksudat tanaman. Eksudat tanaman ialah isi sel yang spontan keluar dari tanaman atau zat tertentu yang dipisahkan dari tanamannya dan belum berupa zat kimia murni. Simplisia hewani ialah simplisia yang berupa hewan utuh, bagian hewan atau zat yang berguna yang dihasilkan oleh hewan dan belum berupa zat murni. Simplisia mineral atau pelikan adalah bahan pelikan atau mineral yang belum diolah atau sudah diolah dengan cara sederhana dan belum berupa zat kimia murni. Parameter simplisia di antaranya yakni identitas simplisia, mikroskopik simplisia, senyawa identitas, susut pengeringan, dan kandungan simplisia.

Adapun langkah-langkah pembuatan simplisia adalah sebagai berikut:

1. Pemanenan / pengumpulan bahan

Pemanenan bisa dilakukan dengan tangan atau menggunakan alat (mesin). Pemanenan dilakukan sesuai dengan waktu yang tepat seperti sampel daun tanaman dipanen pada pukul 09.00 – 12.00 karena sedang berlangsungnya proses fotosintesis, sewaktu tanaman berbunga dan buah belum masak. Bagian batang diambil dari cabang utama sampai leher akar lalu dipotong-potong kecil. Bagian akar diambil dibagian bawah permukaan tanah, lalu dipotong dengan ukuran tertentu. Biji diambil saat buah sudah tua/mengering. Buah dikumpulkan saat buah sudah masak atau sudah tua tapi belum masak. Bagian bunga dipanen saat masih kuncup atau tepat

mekar. Rimpang dan umbi dipanen saat sudah tumbuh maksimal dan bagian atas tanaah sudah mulai mengering.

2. Sortasi basah

Tujuan dilakukan sortasi basah agar memisahkan kotoran-kotoran atau bahan asing lainnya seperti tanah, kerikil, rumput, batang, daun, akar yang telah rusak serta kotoran lain.

3. Pencucian

Pencucian dilakukan bertujuan untuk menghilangkan tanah dan kotoran lain yang melekat pada bahan simplisia. Pencucian dilakukan pada air mengalir seperti mata air, air sumur atau air PAM. Pencucian dilakukan singkat untuk bahan simplisia yang mengandung zat mudah larut dalam air

4. Perajangan

Perajangan dilakukan untuk mempermudah proses pengeringan, pengepakan, dan penggilingan. Perajangan bisa dilakukan dengan alat tajam seperti pisau atau alat khusus sehingga memperoleh ukuran yang dikehendaki. Setelah perajangan dilakukan, kemudian diangin-anginkan atau dijemur selama 1 hari untuk mengurangi rekasi antara bahan dan logam pisau, sambil sesekali disemprotkan dengan alkohol 70% namun jangan sampai terlalu basah. Bentuk simplisia ada 2 macam yakni bentuk haksel dan serbuk

5. Pengeringan

Pengeringan dilakukan agar bahan simplisia tidak mudah rusak, sehingga dapat disimpan dalam waktu yang lebih lama serta dapat mengurangi kadar air dan menghentikan reaksi enzimatik yang merusak simplisia. Kadari air yang dianjurkan adalah kurang dari 10%. Pengeringan bisa dilakukan menggunakan oven pada suhu 60°C selama 1 jam, atau bisa juga dengan pengeringan secara langsung dengan cara diangin-anginkan dan tidak terkena sinar matahari secara langsung umumnya untuk bunga, daun dan teripang yang mengandung zat aktif yang mudah rusak oleh sinar UV dari sinar matahari.

6. Sortasi kering

Sortasi kering bertujuan untuk memisahkan kotora, bahan organik asing dan simplisia yang rusak karena proses sebelumnya.

7. Pengepakan dan penyimpanan

Penyimpanan simplisia pada wadah yang baik dan disimpan pada tempat yang menjamin terpeliharanya mutu simplisia. Wadah terbuat dari plastik tebal atau bahan gelas yang berwarna gelap dan tertutup agar memberi jaminan yang memadai terhadap isinya.

Paramater untuk mutu simplisia adalah identifikasi berdasarkan Farmakope Herbal Indonesia, karakteristkik simplisia uji oorganileptik, menentukan kadar air sesuai standariasai obat tradisional, uji mikroskopik dan makroskopik, kadar abu, uji cemaran aflatoksin, uji AKK dan ALT, cemaran logam berat, dan uji kualitatif simplisia.

Pada umumnya penetapan kadar air bisa dilakukan dengan mengeringkan bahan dalam oven pada suhu 115-1100°C selama 3 jam atau didapat berat yang konstan. Selisih berat sebelum dan sesudah pengeringan adalah banyaknya air yang telah diuapkan. Uji organoleptik dilakukan dengan menggunakan pengamatan langsung berupa bentuk, warna, bau dan rasa. Uji makroskopik bertujuan untk menentukan dan melihat ciri khas dan karakteristik simplisia yang dilakukan dengan pengamatan langsung berupa bentuk fisik dari simplisia. Uji mikroskopik bertujuan untuk mengamati fragmen pengenal dalam bentuk sel, isi sel atau jaringan tanaman simplisia.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu pisau, cutter, gunting, wadah plastik, wadah kaca, timbangan analitik, cawan porselin, kaca arloji, mikroskop, oven, penjepit tabung reaksi, botol semprot

Bahan yang disiapkan adalah sampel simplisia, alkohol 70%, aluminium foil, tissue, aquadest

D. PROSDUR KERJA

Pembuatan Simplisia

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Diambil bagian tanaman untuk sampel simplisia dengan cara dipanen
3. Dilakukan sortasi basah pada sampel simplisia
4. Dilakukan pencucian menggunakan air mengalir
5. Dilakukan perajangan dengan merubah bentuk sampel simplisia
6. Dikeringkan menggunakan oven pada suhu 60°C selama 1 jam atau diangin-anginkan tanpa terkena sinar matahari langsung
7. Dilakukan sortasi kering pada sampel simplisia
8. Disimpan pada wadah kaca berwarna gelap dan diberi label
9. Dilakukan uji organoleptik, uji makroskopik dan uji mikroskopik pada sampel simplisia

Uji Kadar Air Simplisia dengan Metode Gravimetri

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Dipanaskan cawan kosong dalam oven pada suhu 105°C selama 3-5 jam,
3. Didinginkan dalam eksikator selama 15 menit, lalu di timbang (W_0)
4. Ditimbang simplisia sebanyak 2 gram lalu dimasukkan ke dalam cawan kemudian ditimbang (W_1)
5. Dikeringkan simplisia dalam cawan ke dalam oven pada suhu 105°C selama 3-5 jam, lalu didinginkan dalam eksikator selama 15-30 menit lalu ditimbang
6. Dikeringkan kembali selama 1 jam, kemudian didinginkan dalam eksikator, lalu ditimbang kembali (W_2)
7. Dihitung kadar air dengan rumus :
$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{(W_1 - W_2)}{(W_1 - W_0)} \times 100$$

E. HASIL PENGAMATAN

Pengamatan Simplisia

No	Nama Sampel	Bobot Basah Simplisia	Bobot Kering Simplisia

--	--	--	--

Uji Organoleptik

No	Nama Sampel	Bentuk	Warna	Aroma	Rasa

Uji Makroskopik

No	Nama Sampel	Hasil Uji Makroskopik	Literatur

Uji Mikroskopik

No	Nama Sampel	Hasil Uji Mikroskopik	Literatur

Penentuan Kadar Air Simplisia

No	Nama Sampel	Bobot Cawan Kosong (W_0)	Bobot Cawan + Sampel (W_1)	Bobot Cawan + Sampel (W_2)	% Kadar Air

F. DOKUMENTASI KEGIATAN

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN IV

EKTRAKSI MASERASI

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Memahami pengertian dari ekstraksi maserasi
2. Melakukan langkah-langkah ekstraksi maserasi

B. DASAR TEORI

Maserasi adalah proses pengestrakan simplisia dengan menggunakan pelarut dengan beberapa kali pengocokan atau pengadukan pada temperatur ruangan. Secara teknologi termasuk ekstraksi dengan prinsip metode pencapaian konsentrasi pada keseimbangan.

Prinsip dari maserasi adalah cairan penyari akan menembus dinding seldan masuk ke dalam rongga sel yang mengandung zat aktif, zat aktif akan larutdan karena adanya perbedaan konsentrasi antara larutan zat aktif didalam sel dan diluar sel, maka larutan terpekat akan terdesak keluar. Peristiwa ini berulang sehingga terjadi keseimbangan konsentrasi antara larutan diluar sel dan didalamsel.

Sampel biasanya direndam selama 3-5 hari, sambil diaduk sesekali untuk mempercepat proses pelarutan komponen kimia yang terdapat dalam sampel. Maserasi dilakukan dalam botol yang berwarna gelap dan ditempatkan pada tempat yang terlindung dari cahaya. Ekstraksi dilakukan berulang-ulangkali sehingga sampel terekstraksi secara sempurna yang ditandai dengan pelarut pada sampel berwarna bening, sampel yang direndam dengan pelarut tadi disaring dengan kertas saring untuk mendapat maseratnya. Maseratnya dibebaskan dari pelarut dengan menguapkannya secara *in vacuo* dengan rotary evaporator.

Adapun kelebihan dari metode maserasi ini yaitu alatdan cara yangdigunakan sederhana, dapat digunakan untuk zat yang tahan dan tidak tahan pemanasan. Sedangkan kekurangan dari metode maserasi, yaitu banyak pelarutyang dipakai, waktu yang dibutuhkan cukup lama.

Pada umumnya maserasi dilakukan dengan cara 10 bagian simplisia

dengan derajat kehalusan yang cocok, dimasukkan ke dalam bejana kemudian dituangi dengan 75 bagian cairan penyari, ditutup dan dibiarkan selama 5 hari, terlindung dari cahaya, sambil berulang-ulang diaduk. Setelah 5 hari disaring filtratnya. Pada simplisia sebelumnya ditambah cairan penyari secukupnya, diaduk dan disaring sehingga diperoleh seluruh sari sebanyak 100 bagian.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu timbangan analitik, wadah kaca, gelas ukur, mangkok kaca, cawan porselin

Bahan yang disiapkan adalah sampel simplisia, alkohol 96%, aluminium foil, tissue, aquadest

D. PROSEDUR KERJA

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Ditimbang simplisia sebanyak 50 gr
3. Diukur pelarut alkohol 96% dengan volume 500 mL
4. Dimasukkan simplisia ke dalam wadah kaca
5. Dimasukkan pelarut ke dalam wadah kaca yang berisi simplisia
6. Dilakukan ekstraksi maserasi selama 1x24 jam sambil sesekali diaduk
7. Disaring untuk memisahkan maserat dan simplisia setelah 1x24 jam
8. Diremaserasi kembali simplisia dengan pelarut alkohol 96% sebanyak 500 ml kemudian di ekstraksi selama 1x24 jam
9. Disaring kembali hasil maserat dari remaserasi
10. Dipekatkan maserat hasil ekstraksi maserasi menggunakan rotary evaporator pada suhu 40°C hingga memperoleh ekstrak kental

E. HASIL PENGAMATAN

No	Nama Sampel	Bobot Simplisia	Volume Pelarut	Gambar Ekstraksi

F. DOKUMENTASI

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN V

EKTRAKSI REFLUKS

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Memahami pengertian dari ekstraksi refluks
2. Melakukan langkah-langkah ekstraksi refluks

B. DASAR TEORI

Refluks adalah salah satu metode dalam ilmu kimia untuk mensintesis suatu senyawa, baik organik maupun anorganik. Umumnya digunakan untuk mensintesis senyawa-senyawa yang mudah menguap atau volatile. Pada kondisi ini jika dilakukan pemanasan biasa maka pelarut akan menguap sebelum reaksi berjalan sampai selesai.

Refluks merupakan teknik yang melibatkan kondensasi uap dan kembalikondensat ini ke sistem dari mana ia berasal. Hal ini digunakan dalam industri dan laboratorium destilasi. Selain itu juga digunakan dalam kimia untuk memasok energi untuk reaksi-reaksi selama jangka waktu yang panjang.

Prinsip dari metode refluks yaitu ekstraksi berkesinambungan. Bahan yang akan diekstraksi direndam dengan cairan penyari dalam labu alas bulat yang dilengkapi dengan alat pendingin tegak, lalu dipanaskan sampai mendidih. Cairan penyari akan menguap, uap tersebut akan diembunkan dengan pendingin tegak dan akan kembali menyari zat aktif dalam simplisia tersebut, demikian seterusnya. Ekstraksi ini biasanya dilakukan 3 kali dan setiap kali diekstraksi selama 4 jam. Filtrat yang diperoleh dikumpulkan dan dipekatkan.

Nama-nama instrumen dan fungsinya adalah Kondensor berfungsi sebagai pendingin, dan juga untuk mempercepat proses pengembunan. Labu alas bulat berfungsi sebagai wadah bagi simplisia dan pelarutnya, Hot plate atau penangas berfungsi sebagai pemanas larutan, Water in sebagai tempat air masuk, dan Water out sebagai tempat air keluar.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu timbangan analitik, labu alas bulat, gelas ukur, mangkok kaca, cawan porselin, kondensor, selang air bening, heating mantle, statif, klem, magnetic stirrer

Bahan yang disiapkan adalah sampel simplisia, alkohol 96%, aluminium foil, tissue

D. PROSEDUR KERJA

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Ditimbang simplisia sebanyak 10 gr
3. Diukur pelarut alkohol 96% dengan volume 100 mL
4. Dimasukkan magnetic stirrer ke dalam labu alas bulat
5. Dimasukkan simplisia ke dalam labu alas bulat
6. Dimasukkan pelarut ke dalam labu alas bulat yang berisi simplisia
7. Dirangkai alat refluks
8. Diekstraksi simplisia selama 4 jam pada suhu 100°C
9. Di saring hasil filtrat, lalu dituangkan ke dalam mangkok kaca
10. Dipekatkan filtrat hasil ekstraksi refluks menggunakan water bath pada suhu 80°C hingga memperoleh ekstrak kental

E. HASIL PENGAMATAN

No	Nama Sampel	Bobot Simplisia	Volume Pelarut	Gambar Ekstraksi

F. DOKUMENTASI

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN VI

EKTRAKSI SOKLETASI

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Memahami pengertian dari ekstraksi sokletasi
2. Melakukan langkah-langkah ekstraksi sokletasi

B. DASAR TEORI

Sokletasi adalah suatu metode/proses pemisahan suatu komponen yang terdapat dalam zat padat dengan cara penyaringan berulang –ulang dengan menggunakan pelarut tertentu, sehingga semua komponen yang diinginkan akan terisolasi. Teknik dimana pelarut yang digunakan harus selalu dalam keadaan panas sehingga diharapkan dapat mengisolasi senyawa organik lebih efisien, semacam itu disebut sokletasi.

Ekstraksi sokletasi merupakan proses ekstraksi yang berlangsung secara berulang-ulang dan teratur. Bahan yang akan diekstrak dijadikan serbuk dan diletakkan dalam pembungkus yang berpori (kertas saring). Pembungkus tersebut dimasukkan ke dalam alat soklet, sedangkan pada bagian atas alat ini dihubungkan dengan kondensor atau pendingin. Pelarut dan batu didih dimasukkan kedalam labu dan diekstrak dengan suhu dan waktu yang diinginkan.

Prinsip kerja sokletasi yakni penarikan komponen kimia yang dilakukan dengan cara serbuk simplisia ditempatkan dalam klonsong yang telah dilapisi kertas saring sedemikian rupa, cairan penyari dipanaskan dalam labu alas bulat sehingga menguap dan dikondensasikan oleh kondensor bola menjadi molekul-molekul cairan penyari yang jatuh ke dalam klonsong menyari zat aktif di dalam simplisia dan jika cairan penyari telah mencapai permukaan sifon, seluruh cairan akan turun kembali ke labu alas bulat melalui pipa kapiler hingga terjadi sirkulasi. Ekstraksi sempurna ditandai bila cairan di sifon tidak berwarna, tidak tampak noda jika di KLT, atau sirkulasi telah mencapai 21 kali. Ekstrak yang diperoleh dikumpulkan dan dipekatkan.

Nama-nama instrumen dan fungsinya adalah: 1) Kondensor berfungsi sebagai pendingin, dan juga untuk mempercepat proses pengembunan, 2) Timbal/klonsong berfungsi sebagai wadah untuk sampel yang ingin diambil zatnya, 3) PipaF/vapor 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 ekstrak dan pelarutnya, 6) Hot plate atau penangas berfungsi sebagai pemanas larutan, 7) Water in sebagai tempat air masuk, dan 8) Water out sebagai tempat air keluar.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu timbangan analitik, labu alas bulat, gelas ukur, mangkok kaca, cawan porselin, kondensor, selang air bening, heating mantle, statif, klem, magnetic stirrer, pipa soklet

Bahan yang disiapkan adalah sampel simplisia, alkohol 96%, aluminium foil, tissue

D. PROSEDUR KERJA

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Diblender simplisia hingga menjadi serbuk
3. Ditimbang simplisia sebanyak 10 gr
4. Dibungkus simplisia menggunakan kertas saring, kemudian diikat kedua ujung kertas saring menggunakan benang godam.
5. Diukur pelarut alkohol 96% dengan volume 100 mL
6. Dimasukkan magnetic stirrer ke dalam labu alas bulat
7. Dimasukkan simplisia yang telah terbungkus kertas saring ke dalam pipa soklet
8. Dimasukkan pelarut melalui pipa soklet yang berisi simplisia
9. Dirangkai alat sokletasi
10. Diekstraksi simplisia pada suhu 100°C hingga mencapai 21 siklus

11. Di saring hasil filtrat, lalu dituangkan ke dalam mangkok kaca
12. Dipekatkan filtrat hasil ekstraksi menggunakan water bath pada suhu 80°C hingga memperoleh ekstrak kental

E. HASIL PENGAMATAN

No	Nama Sampel	Bobot Simplisia	Volume Pelarut	Gambar Ekstraksi

F. DOKUMENTASI

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN VII

EKTRAKSI INFUSA

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Memahami pengertian dari ekstraksi infusa
2. Melakukan langkah-langkah ekstraksi infusa

B. DASAR TEORI

Infusa adalah sediaan cair yang dibuat dengan mengekstraksi simplisia nabati dengan air pada suhu 90°C selama 15 menit. Pembuatan dengan cara pemanasan simplisia di atas pemanas air selama 15 menit terhitung mulai suhu mencapai 90°C sambil sesekali diaduk. Setelah itu diangkat dan dilakukan penyarian dalam keadaan panas. Infusa merupakan ekstraksi yang menggunakan pelarut polar yaitu air. Senyawa yang memiliki kepolaran yang sama akan lebih mudah tertarik atau terlarut dengan pelarut yang memiliki tingkat kepolaran yang sama.

Metode infusa merupakan metode yang banyak digunakan dalam proses pembuatan obat-obatan tradisional. Obat-obatan tradisional dalam bentuk infusa cenderung lebih mudah dikonsumsi oleh masyarakat. Selain memiliki banyak kelebihan, metode infusa juga memiliki kekurangan yaitu infusa tidak dapat disimpan dalam waktu lama karena dapat mengurangi kestabilan senyawa yang terkandung pada infusa. Infusa sebaiknya tidak disimpan dalam wadah yang terbuat dari besi untuk menghindari reaksi antara besi dengan senyawa yang terkandung pada infusa.

Infundasi merupakan penyaringan yang umum dilakukan untuk menyaring zat kandungan aktif yang larut dalam air dari bahan-bahan nabati. Infusa adalah hasil proses ekstraksi dengan menggunakan metode infundasi. Cara ini sangat sederhana dan sering digunakan oleh perusahaan obat tradisional. Dengan beberapa modifikasi, cara ini sering digunakan untuk membuat ekstrak.

Pelarut yang digunakan pada infusa adalah pelarut air. Pelarut air

merupakan salah satu pelarut yang umumnya digunakan oleh masyarakat untuk pembuatan obat tradisional dengan pertimbangan kepraktisan dan biaya yang rendah. Metode yang umumnya digunakan yaitu metode perebusan. Proses infundasi merupakan metode yang memiliki prinsip yang sama dengan perebusan yaitu dapat menyari simplisia dengan pelarut air dalam waktu singkat. Metode ini dipilih untuk ekstraksi karena dapat dilakukan dalam waktu singkat, lebih praktis, biaya murah dan mengingat semua sampel uji termasuk ke dalam tanaman obat.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu timbangan analitik, gelas ukur, mangkok kaca, cawan porselin, hot plate, panci infusa, batang pengaduk, termometer

Bahan yang disiapkan adalah sampel simplisia, aquadest, aluminium foil, tissue

D. PROSEDUR KERJA

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Ditimbang simplisia sebanyak 10 gr
3. Diukur pelarut aquadest dengan volume 100 mL
4. Dimasukkan magnetic stirrer ke dalam panci infusa
5. Dimasukkan simplisia ke dalam panci infusa
6. Dimasukkan pelarut ke dalam panci infusa yang berisi simplisia
7. Diekstraksi simplisia pada suhu 90°C selama 15 menit
8. Di saring hasil filtrat, lalu dituangkan ke dalam mangkok kaca
9. Dipekatkan filtrat hasil ekstraksi menggunakan water bath pada suhu 80°C hingga memperoleh ekstrak kental

E. HASIL PENGAMATAN

No	Nama Sampel	Bobot Simplisia	Volume Pelarut	Gambar Ekstraksi

F. DOKUMENTASI

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN VIII DAN IX
RENDEMEN DAN PARAMETER EKTRAKSI SIMPLISIA

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Memahami pengertian dari rendemen
2. Melakukan perhitungan persentase rendemen dari ekstraksi simplisia
3. Menentukan parameter ekstraksi simplisia terdiri dari uji organoleptik dan penentuan kadar air ekstrak simplisia

B. DASAR TEORI

Rendemen Ekstraksi

Rendemen merupakan perbandingan antara ekstrak yang diperoleh dengan simplisia awal. Penetapan rendemen ekstrak dilakukan dengan cara menimbang sejumlah ekstrak kental dalam cawan penguap lalu diuapkan diatas penangas air dengan temperatur 40°-50°C. Ditentukan berat ekstrak setelah penguapan dengan mengurangi bobot cawan kosong, kemudian hitung rendemen ekstrak (%b/b) sesuai dengan rumus. Rendemen menggunakan satuan persen (%). Semakin tinggi nilai rendemen yang dihasilkan menandakan nilai ekstrak yang dihasilkan semakin banyak. Semakin besar rendemen yang dihasilkan, maka semakin efisien perlakuan yang diterapkan dengan tidak mengesampingkan sifat-sifat lain dan nilai rendemen yang tinggi menunjukkan banyaknya komponen bioaktif yang terkandung di dalamnya.

$$\% \text{Rendemen} = \frac{\text{Bobot ekstrak yang didapat (gr)}}{\text{Bobot simplisia yang diekstraksi (gr)}} \times 100\%$$

Parameter Ekstraksi Simplisia

Karakteriksasi merupakan langkah awal untuk mengetahui kualitas mutu suatu ekstrak sesuai dengan monografi ekstrak yang telah ditentukan. Hal ini sangat penting dilakukan untuk memanfaatkan ekstrak sebagai bahan pengobatan dan peningkatan imunitas tubuh.

Karakterisasi ekstrak terdiri dari dua proses yaitu parameter spesifik dan nonspesifik. Parameter spesifik merupakan aspek analisis kimia secara kualitatif maupun kuantitatif terhadap kadar senyawa aktif yang berkaitan dengan aktivitas farmakologis dari suatu ekstrak. Parameter ini terdiri dari identitas ekstrak, uji organoleptis, senyawa terlarut dalam pelarut tertentu, uji makroskopik dan mikroskopik, penentuan kadar sari larut dalam etanol dan larut dalam air, penentuan kandungan kimia/metabolit ekstrak menggunakan KLT, menghitung kebutuhan eluen baik tunggal dan campuran untuk mengidentifikasi senyawa menggunakan KLT, menentukan nilai Rf dan hRf serta menentukan hasil uji skrining fitokimia senyawa metabolit sekunder pada ekstrak sesuai standar prosedurnya. Sedangkan parameter nonspesifik adalah analisis secara fisik, kimia, dan mikrobiologi yang berkaitan dengan keamanan dan stabilitas suatu ekstrak. Parameter ini terdiri dari penetapan susut pengeringan, kadar air, kadar abu, kadar abu tidak larut asam, bobot jenis, sisa pelarut, cemaran mikroba (AKK dan ALT), aflaktosin, serta cemaran logam dalam ekstrak.

Uji organoleptik merupakan pengujian dengan menggunakan alat indra berupa mata, hidung, dan lidah untuk mengetahui karakteristik fisik dari suatu bahan yang diuji meliputi bau, rasa, bentuk, dan warna.

Penentuan kadar air bertujuan untuk mengetahui persentase kandungan air dalam bahan setelah proses pengeringan atau pengentalan melalui metode yang sesuai seperti titrasi, destilasi atau gravimetri. Mutu kadar air tergantung dari bahan yang diperoleh. Syarat mutu kadar air dari suatu bahan berupa ekstrak kental adalah 5-30%, ekstrak cair >30%, dan ekstrak kering <10%. Semakin besar persentase kandungan air dalam suatu bahan maka semakin mudah suatu ekstrak mengalami kerusakan dan pembusukan yang disebabkan oleh adanya pertumbuhan mikroba. Kadar air yang tinggi juga dapat menyebabkan terjadinya dekomposisi senyawa aktif dalam ekstrak akibat dari adanya aktivitas reaksi enzimatik. Oleh sebab itu, kadar air sangat menentukan kualitas dan stabilitas suatu ekstrak maupun pembentukan suatu sediaan ekstrak tersebut.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu timbangan analitik, gelas ukur, mangkok kaca, cawan porselin, hot plate, batang pengaduk, sendok tanduk, cawan porselin, penjepit tabung reaksi, oven

Bahan yang disiapkan adalah ekstrak dari ekstraksi simplisia, aluminium foil, tissue

D. PROSEDUR KERJA

Rendemen Ekstraksi Simplisia

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Ditimbang ekstrak dari masing-masing ekstraksi simplisia
3. Dihitung persen rendemen ekstrak dari masing-masing ekstraksi simplisia
4. Dicatat hasil perhitungan rendemen

Parameter Ekstraksi Simplisia

1. Uji Organoleptis

- a. Disiapkan ekstrak yang dilakukan uji organoleptis
- b. Dilakukan uji organoleptis meliputi bentuk, warna, rasa dan aroma
- c. Dicatat hasil pengamatan

2. Penentuan Kadar Air Ekstrak Simplisia

- a. Ditimbang ekstrak sebanyak 1 gr dalam cawan yang telah ditara.
- b. Dicatat bobot ekstrak (A)
- c. Dikeringkan ekstrak dalam cawan pada suhu 105°C selama ± 3 jam di dalam oven
- d. Dimasukkan cawan ke dalam desikator hingga suhu ruangan
- e. Dicatat bobot tetap (B)
- f. Dihitung kadar air menggunakan rumus:

$$\text{Kadar Air} = \frac{A-B}{A} \times 100\%$$

A : bobot sampel sebelum pemanasan

B : bobot sampel setelah pemanasan

$$\begin{aligned} \% \text{Rendemen} &= \frac{\text{Bobot ekstrak yang didapat (gr)}}{\text{Bobot simplisia yang diekstraksi (gr)}} \times 100\% \\ &= \frac{\dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} \times 100\% \\ &= \dots\dots\dots\% \end{aligned}$$

5. MetodeSimplisia.....

$$\begin{aligned} \% \text{Rendemen} &= \frac{\text{Bobot ekstrak yang didapat (gr)}}{\text{Bobot simplisia yang diekstraksi (gr)}} \times 100\% \\ &= \frac{\dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} \times 100\% \\ &= \dots\dots\dots\% \end{aligned}$$

Penentuan Kadar Air Ekstrak Simplisia

Nama Sampel	Metode Ekstraksi	Bobot Simplisia (A)	Bobot Simplisia (B)	% Kadar Air

Rumus Penentuan Kadar Air :

$$\% \text{Kadar Air} = \frac{A-B}{A} \times 100\%$$

1. MetodeSimplisia.....

$$\begin{aligned} \% \text{Kadar Air} &= \frac{A-B}{A} \times 100\% \\ &= \frac{\dots\dots\dots - \dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} \times 100\% \\ &= \dots\dots\dots\% \end{aligned}$$

2. MetodeSimplisia.....

$$\begin{aligned} \% \text{Kadar Air} &= \frac{A-B}{A} \times 100\% \\ &= \frac{\dots\dots\dots - \dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} \times 100\% \end{aligned}$$

$$= \dots\dots\dots\%$$

3. MetodeSimplisia.....

$$\%Kadar\ Air = \frac{A-B}{A} \times 100\%$$

$$= \frac{\dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} \times 100\%$$

$$= \dots\dots\dots\%$$

4. MetodeSimplisia.....

$$\%Kadar\ Air = \frac{A-B}{A} \times 100\%$$

$$= \frac{\dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} \times 100\%$$

$$= \dots\dots\dots\%$$

5. MetodeSimplisia.....

$$\%Kadar\ Air = \frac{A-B}{A} \times 100\%$$

$$= \frac{\dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} \times 100\%$$

$$= \dots\dots\dots\%$$

F. DOKUMENTASI

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN X

UJI SKRINING FITOKIMIA

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Memahami pengertian dari senyawa metabolit sekunder
2. Melakukan pengidentifikasian senyawa metabolit dengan uji skrining fitokimia sekunder berdasarkan masing-masing pereaksi.

B. DASAR TEORI

Uji fitokimia terhadap kandungan senyawa kimia metabolit sekunder merupakan langkah awal yang penting dalam penelitian mengenai tumbuhan obat atau dalam hal pencarian senyawa aktif baru yang berasal dari bahan alam yang dapat menjadi precursor bagi sintesis obat-obat baru atau menjadi prototype senyawa aktif tertentu. Oleh karenanya, metode uji fitokimia harus merupakan uji sederhana tetapi terandalkan. Metode uji fitokimia yang banyak digunakan adalah metode reaksi warna dan pengendapan yang dapat dilakukan di lapangan atau di laboratorium.

Penemuan berbagai senyawa obat baru dari bahan alam semakin memperjelas peran penting metabolit sekunder tanaman sebagai sumber bahan baku obat. Metabolit primer adalah senyawa-senyawa yang terdapat pada semua sel dan memegang peranan sentral dalam metabolisme dan reproduksi sel-sel tersebut. Contoh metabolit primer antara lain asam nukleat, asam amino, dan gula. Metabolit sekunder adalah senyawa hasil biogenesis dari metabolit primer. Umumnya dihasilkan oleh tumbuhan tingkat tinggi, yang bukan merupakan senyawa penentu kelangsungan hidup secara langsung, tetapi lebih sebagai hasil mekanisme pertahanan diri organisme. Aktivitas biologi tanaman dipengaruhi oleh jenis metabolit sekunder yang terkandung didalamnya. Aktivitas biologi ditentukan pula oleh struktur kimia dari senyawa. Unit struktur atau gugus molekul mempengaruhi aktivitas biologi karena berkaitan dengan mekanisme kerja senyawa terhadap reseptor di dalam tubuh.

Golongan Senyawa Metabolit Sekunder

1. Alkaloid adalah sebuah golongan senyawa basa bernitrogen yang kebanyakan heterosiklik dan terdapat di tumbuhan.
2. Flavonoid merupakan salah satu golongan fenol alam terbesar yang terdapat dalam semua tumbuhan berpembuluh. Semua flavonoid, menurut strukturnya merupakan turunan senyawa induk flavon yang mempunyai sejumlah sifat yang sama.
3. Kuinon adalah senyawa dalam jaringan yang mengalami oksidasi dari bentuk kuinol menjadi kuinon.
4. Tanin adalah polifenol tanaman yang berfungsi mengikat dan mengendapkan protein.. Polifenol alami merupakan metabolit sekunder tanaman tertentu, termasuk dalam atau menyusun golongan tanin.
5. Saponin adalah suatu glikosida yang ada pada banyak macam tanaman. Fungsi dalam tumbuh-tumbuhan tidak diketahui, mungkin sebagai bentuk penyimpanan karbohidrat, atau merupakan *waste product* dari metabolisme tumbuh-tumbuhan.
6. Tri-Terpenoid adalah senyawa yang kerangka karbonnya berasal dari enam satuan isoprena dan secara biosintesis dirumuskan dari hidrokarbon yang kebanyakan berupa alkohol, aldehida atau asam karbohidrat.
7. Steroid adalah sebuah kelas tanaman metabolit sekunder. Steroid merupakan senyawa organik lemak sterol tidak terhidrolisis yang merupakan hasil reaksi dari turunan terpena atau skualena

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu timbangan analitik, gelas ukur, tabung reaksi, cawan porselin, hot plate, batang pengaduk, sendok tanduk, cawan porselin, penjepit tabung reaksi, beaker glass, kaca arloji, botol reagen coklat

Bahan yang disiapkan adalah ekstrak dari ekstraksi simplisia, aluminium foil, tissue, Kalsium iodida, HgCl_2 (Merkuri(II)Klorida), Aquadest, Bismuth Nitrat, HNO_3 (asam nitrat), Iodium, NaOH, Pb(II)Asetat, FeCl_3

D. PROSEDUR KERJA

Persiapan Sampel

1. Ditimbang sebanyak 1 gram ekstrak
2. Dilarutkan dalam 10 ml aquadest ke dalam beaker glass.
3. Diaduk larutan tersebut hingga homogen

Pembuatan Reagen Mayer

1. Ditimbang sebanyak 5 gram kalium iodida dilarutkan dalam 10 ml aquadest
2. Ditambahkan larutan 1,36 gram HgCl_2 dalam 60 ml aquadest.
3. Dikocok campuran larutan tersebut
4. Ditambahkan aquadest hingga 100 ml.

Pembuatan Reagen Dragendorff

1. Ditimbang sebanyak 8 gram bismuth nitrat
2. Dilarutkan bismuth nitrat dalam 20 ml asam nitrat (Larutan I)
3. Ditimbang sebanyak 27,2 gram kalium iodida
4. Dilarutkan kalium iodida ke dalam 50 ml aquadest (Larutan II)
5. Ditambahkan larutan 1,36 gram HgCl_2 dalam 60 ml aquadest.
6. Dicampurkan larutan I dan larutan II hingga memisah sempurna
7. Ditambahkan aquadest hingga 100 ml.

Pembuatan Reagen NaOH 4%

4. Ditimbang sebanyak 4 gram natrium hidroksida
5. Dilarutkan dalam 60 ml aquadest.
6. Diaduk larutan tersebut hingga homogen
7. Ditambahkan aquadest hingga 100 ml.

Pembuatan Reagen Pb(II)Asetat 10%

1. Ditimbang sebanyak 10 Pb(II)Asetat
2. Dilarutkan dalam 60 ml aquadest.
3. Diaduk larutan tersebut hingga homogen
4. Ditambahkan aquadest hingga 100 ml

Pembuatan Reagen FeCl_3 1%

1. Ditimbang sebanyak 1 gram Ferri (III) Klorida
2. Dilarutkan dalam 60 ml aquadest.

3. Diaduk larutan tersebut hingga homogen
4. Ditambahkan aquadest hingga 100 ml

Uji Skrining Fitokimia

Uji Mayer

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Dipipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung reaksi
3. Direaksikan dengan 1 ml Pereaksi Mayer, lalu dikocok
4. Diamati perubahan yang terjadi (+endapan putih kekuningan atau kuning)

Uji Dragendorff

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Dipipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung reaksi
3. Direaksikan dengan 1 ml Pereaksi Dragendorff, lalu dikocok
4. Diamati perubahan yang terjadi (+endapan merah jingga atau jingga)

Uji Alkali

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Dipipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung reaksi
3. Direaksikan dengan 1 ml Pereaksi NaOH 4%, lalu dikocok
4. Diamati perubahan yang terjadi (+warna kuning)
5. Ditambahkan larutan asam lemah maka warna kuning akan memudar (jika perlu)

Uji Pb(II)Asetat

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Dipipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung reaksi
3. Direaksikan dengan 1 ml Pereaksi Pb(II)Asetat 10%, lalu dikocok
4. Diamati perubahan yang terjadi (+endapan)

Uji Tanin

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Dipipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung reaksi
3. Direaksikan dengan 1 ml Pereaksi FeCl₃ 1%, lalu dikocok
4. Diamati perubahan yang terjadi (+endapan biru kehitaman)

Uji Saponin

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Dipipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung reaksi
3. Direaksikan dengan 1 ml aquadest panas, lalu dikocok selama 1 menit
4. Diamati perubahan yang terjadi (+ jika busa bertahan selama 10-15 menit)

E. HASIL PENGAMATAN

Nama Sampe l	Metode Ekstraks i	Uji Maye r	Uji Dragendorf f	Uji Alkal i	Uji Pb(II)Aseta t	Uji Tani n	Uji Saponi n
Ektrak							
Ektrak							

F. DOKUMENTASI

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN XI

EKSTRAKSI CAIR-CAIR

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Memahami pengertian dari ekstraksi cair-cair
2. Melakukan teknik pemisahan senyawa menggunakan ekstraksi cair-cair

B. DASAR TEORI

Pada ekstraksi cair-cair, satu komponen bahan atau lebih dari suatu campuran dipisahkan dengan bantuan pelarut. Ekstraksi cair-cair terutama digunakan apabila pemisahan campuran dengan cara destilasi tidak mungkin dilakukan (misalnya karena pembentukan azeotrop atau karena kepekaannya terhadap panas) atau tidak ekonomis. Ekstraksi cair-cair selalu terdiri dari sedikitnya dua tahap, yaitu pencampuran secara intensif bahan ekstraksi dengan pelarut dan pemisahan kedua fase cair itu sesempurna mungkin.

Pada ekstraksi cair-cair, zat terlarut dipisahkan dari cairan pembawa (diluen) menggunakan pelarut cair. Campuran cairan pembawa dan pelarut ini adalah heterogen, jika dipisahkan terdapat 2 fase yaitu fase diluen (rafinat) dan fase pelarut (ekstrak). Perbedaan konsentrasi zat terlarut di dalam suatu fasa dengan konsentrasi pada keadaan setimbang merupakan pendorong terjadinya pelarutan (pelepasan) zat terlarut dari larutan yang ada. Gaya dorong (driving force) yang menyebabkan terjadinya proses ekstraksi dapat ditentukan dengan mengukur jarak sistem dari kondisi setimbang.

Untuk mencapai proses ekstraksi cair-cair yang baik, pelarut yang digunakan harus memenuhi kriteria yaitu kemampuan tinggi melarutkan komponen zat terlarut di dalam campuran, kemampuan tinggi untuk diambil kembali, perbedaan berat jenis antara ekstrak dan rafinat lebih besar, pelarut dan larutan yang akan diekstraksi harus tidak mudah campur, tidak mudah bereaksi dengan zat yang akan diekstraksi, tidak merusak alat secara korosi, tidak mudah terbakar, tidak beracun dan harganya relatif murah.

Berikut faktor – faktor yang mempengaruhi ekstraksi sebagai berikut:

1. Jenis pelarut, jenis pelarut mempengaruhi senyawa yang tersari, jumlah zat terlarut yang terekstrak dan kecepatan ekstraksi.
2. Suhu, pada kenaikan suhu akan meningkatkan jumlah zat terlarut ke dalam pelarut.
3. Rasio pelarut dan bahan baku, jika rasio pelarut-bahan baku besar maka akan memperbesar pula jumlah senyawa yang terlarut. Akibatnya laju ekstraksi akan semakin meningkat.
4. Ukuran partikel, Laju ekstraksi juga meningkat apabila ukuran partikel bahan baku semakin kecil. Dalam arti lain, rendemen ekstrak akan semakin besar bila ukuran partikel semakin kecil.
5. Pengadukan, fungsi pengadukan adalah untuk mempercepat terjadinya reaksi antarapelarut dengan zat terlarut.
6. Lama waktu, lamanya waktu ekstraksi akan menghasilkan ekstrak yang lebih banyak, karena kontak antara zat terlarut dengan pelarut lebih lama.

Tabel Sifat-Sifat Pelarut

Solvent	Rumus kimia	Titik didih	Konstanta Dielektrik	Massa jenis
Pelarut Non-Polar				
<u>Heksana</u>	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₃	69 °C	2.0	0.655 g/ml
<u>Benzena</u>	C ₆ H ₆	80 °C	2.3	0.879 g/ml
<u>Toluena</u>	C ₆ H ₅ -CH ₃	111 °C	2.4	0.867 g/ml
<u>Dietil eter</u>	CH ₃ CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₃	35 °C	4.3	0.713 g/ml
<u>Kloroform</u>	CHCl ₃	61 °C	4.8	1.498 g/ml
<u>Etil asetat</u>	CH ₃ -C(=O)-O-CH ₂ -CH ₃	77 °C	6.0	0.894 g/ml
Pelarut Polar Aprotic				
<u>1,4-Dioksana</u>	<u>/-CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂-O-</u>	101 °C	2.3	1.033 g/ml
<u>Tetrahidrofuran (THF)</u>	<u>/-CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂-</u>	66 °C	7.5	0.886 g/ml
<u>Diklorometana (DCM)</u>	CH ₂ Cl ₂	40 °C	9.1	1.326 g/ml
<u>Asetona</u>	CH ₃ -C(=O)-CH ₃	56 °C	21	0.786 g/ml
<u>Asetonitril (MeCN)</u>	CH ₃ -C≡N	82 °C	37	0.786 g/ml
<u>Dimetilformamida (DMF)</u>	H-C(=O)N(CH ₃) ₂	153 °C	38	0.944 g/ml
<u>Dimetil sulfoksida (DMSO)</u>	CH ₃ -S(=O)-CH ₃	189 °C	47	1.092 g/ml
Pelarut Polar Protic				
<u>Asam asetat</u>	CH ₃ -C(=O)OH	118 °C	6.2	1.049 g/ml
<u>n-Butanol</u>	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -OH	118 °C	18	0.810 g/ml
<u>Isopropanol (IPA)</u>	CH ₃ -CH(-OH)-CH ₃	82 °C	18	0.785 g/ml
<u>n-Propanol</u>	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -OH	97 °C	20	0.803 g/ml
<u>Etanol</u>	CH ₃ -CH ₂ -OH	79 °C	30	0.789 g/ml
<u>Metanol</u>	CH ₃ -OH	65 °C	33	0.791 g/ml
<u>Asam format</u>	H-C(=O)OH	100 °C	58	1.21 g/ml
<u>Air</u>	H-O-H	100 °C	80	1.000 g/ml

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu timbangan analitik, gelas ukur, water bath, batang pengaduk, sendok tanduk, beaker glass, kaca arloji, corong pisah, mangkok kaca

Bahan yang disiapkan adalah ekstrak dari ekstraksi simplisia, aluminium foil, tissue, N-Hexan, Kloroform, Aquadest, Alkohol 96%

D. PROSEDUR KERJA

Persiapan Sampel

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Dibersihkan alat menggunakan alkohol 70%
3. Ditimbang sebanyak 2 gram ekstrak, lalu dilarutkan dengan 100 mL alkohol 96% dalam beaker glass
4. Dimasukkan ke dalam corong pisah, lalu ditambahkan n-hexan 100 mL
5. Dikocok dengan kecepatan yang konstan selama beberapa menit
6. Didiamkan sampai terbentuk 2 lapisan pelarut
7. Ditampung lapisan pelarut n-hexan ke dalam beaker glass
8. Ditampung lapisan pelarut etanol 96% ke dalam beaker glass
9. Diukur masing-masing volume dari pelarut tersebut
10. Dimasukkan kembali pelarut n-hexan sebelumnya ke dalam corong pisah
11. Diukur aquadest sesuai dengan volume pelarut n-hexan, lalu dimasukkan dalam corong pisah yang berisi pelarut n-hexan
12. Dikocok dengan kecepatan yang konstan selama beberapa menit
13. Didiamkan sampai terbentuk 2 lapisan pelarut
14. Ditampung pelarut n-hexan ke dalam mangkok kaca
(Diperoleh Fraksi N-Hexan)
15. Diukur kembali aquadest, lalu dimasukkan kembali ke dalam corong pisah
16. Diukur kloroform sesuai dengan volume pelarut aquadest, lalu dimasukkan dalam corong pisah yang berisi pelarut aquadest
17. Dikocok dengan kecepatan yang konstan selama beberapa menit
18. Didiamkan sampai terbentuk 2 lapisan pelarut

19. Ditampung pelarut kloroform ke dalam mangkok kaca
(Diperoleh Fraksi Kloroform)
20. Diuapkan masing-masing fraksi menggunakan waterbath hingga menghasilkan ekstrak kental, lalu ditimbang ekstrak tersebut

E. HASIL PENGAMATAN

Nama Sampel	Fraksi N-Hexan			Fraksi Kloroform		
	Volume Pelarut (mL)	Berat Ekstrak (gr)	%Rendemen	Volume Pelarut (mL)	Berat Ekstrak (gr)	%Rendemen
Ektrak						

F. DOKUMENTASI

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN XII

KROMATOGRAFI KOLOM

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Memahami pengertian dari kromatografi kolom
2. Melakukan teknik pemisahan senyawa menggunakan kromatografi kolom

B. DASAR TEORI

Kromatografi kolom adalah suatu metode pemisahan yang di dasarkan pada pemisahan daya adsorpsi suatu adsorben terhadap suatu senyawa, baik pengotornya maupun hasil isolasinya. Sebelumnya dilakukan percobaan terhadap kromatografi lapis tipis sebagai pencari kondisi eluen. Misalnya adsorpsi yang cocok dengan pelarut yang baik sehingga antara pengotor dan hasil isolasinya terpisah secara sempurna

Pada kromatografi kolom, campuran yang akan dipisahkan diletakkan berupa pita pada bagian atas kolom, penyerap yang berada pdalam tabung kaca, tabung logam atau bahkan tabung plastik. Pelarut atau eluen (fase gerak) dibiarkan mengalir melalui kolom karena aliran yang disebabkan oleh gaya berat atau di dorong dengan tekanan. Pita senyawa linearut bergerak melalui kolom dengan laju yang berbeda, memisah dan dikumpulkan berupa fraksi ketika keluar dari atas kolom.

Kromatografi kolom dikemas kering dalam keadaan vakum agar diperoleh kerapatan kemasan maksimum. Vakum dihentikan, pelarut yang kepolarannya rendah dituangkan ke permukaan penyerap lalu divakumkan lagi dan siap di pakai. Cuplikan dilarutkan dalam pelarut yang cocok, dimasukkan langsung pada bagian atas kolom atau pada lapisan pra penyerap dan dihisap perlahan ke dalam kemasan dengan mengvakumkannya. Kolom dielusi dengan campuran pelarut yang cocok, kolom dihisap sampai kering pada setiap pengumpulan fraksi. Sebagaimana pada metode KLT, alumina dan silika gel merupakan fasa diam yang paling populer digunakan dalam kromatografi kolom. Fase gerak (eluen) pada kromatografi kolom disesuaikan dengan

perbandingan eluen yang akan digunakan, tergantung pada kepolaran dari eluen dapat dimulai dari pelarut nonpolar kemudian kepolarannya ditingkatkan secara bertahap (*Step Gradient Polarity/SGP*) atau selama proses elusi menggunakan fasa gerak dengan kepolaran yang tetap (Sistem isokratik), baik dengan pelarut tunggal atau kombinasi dua pelarut. Pemilihan eluen terdiri dari dua pelarut yang tidak saling bercampur (*miscible*) dan berbeda tingkat kepolarannya.

Cara pembuatan silika gel terdiri dari 2 cara yakni cara basah dan cara kering. Cara kering yaitu silika gel dimasukkan ke dalam kolom yang sudah diberi kapas kemudian ditambahkan cairan pengelusi. Sedangkan cara basah silika gel terlebih dahulu disuspensikan dengan cairan pengelusi yang akan digunakan kemudian dimasukkan ke dalam kolom melalui dinding kolom secara kontinyu sedikit demi sedikit hingga masuk semua sambil kran kolom di buka. Eluen dialirkan hingga silika gel mapat, setelah silika gel mapat eluen dibiarkan mengalir sampai batas adsorben kemudian kran ditutup dan sampel dimasukkan yang terlebih dahulu dilarutkan dalam eluen sampai diperoleh klarutan yang spesifik. Kemudian sampel dipipet dan dimasukkan ke dalam kolom melalui dinding kolom sedikit demi sedikit hingga masuk semua, dan kran dibuka dan diatur tetesannya, serta cairan pengelusi ditambahkan. Tetesan yang keluar ditampung sebagai fraksi-fraksi.

Prinsip kerja kromatografi kolom adalah dengan adanya perbedaan daya serap dari masing-masing komponen, campuran yang akan diuji, dilarutkan dalam sedikit pelarut lalu dimasukkan lewat puncak kolom dan dibiarkan mengalir ke dalam zat menyerap. Senyawa yang lebih polar akan terserap lebih kuat sehingga turun lebih lambat dari senyawa non polar terserap lebih lemah dan turun lebih cepat. Zat yang di serap dari larutan secara sempurna oleh bahan penyerap berupa pita sempit pada kolom. Pelarut lebih lanjut / dengan tanpa tekana udara masing- masing zat akan bergerak turun dengan kecepatan khusus sehingga terjadi pemisahan dalam kolom.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu timbangan analitik, gelas ukur, water bath, batang pengaduk, sendok tanduk, beaker glass, kaca arloji, cawan porselin, kolom kromatografi, corong, botol vial

Bahan yang disiapkan adalah ekstrak dari ekstraksi simplisia, aluminium foil, tissue, N-Hexan, Kloroform, Metanol, Aquadest, Alkohol 96%, Silica gel

D. PROSEDUR KERJA

Persiapan Sampel

1. Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan
2. Dibersihkan alat menggunakan alkohol 70%
3. Ditimbang sebanyak 1 gram ekstrak, lalu dilarutkan dengan metanol secukupnya dalam cawan porselin

Persiapan Silica gel (Cara Basah)

1. Ditimbang silica gel sebanyak 30 gr, lalu dilarutkan dengan n-heksan sebanyak 300 mL ke dalam beaker glass
2. Diaduk dengan batang pengaduk hingga tercampur rata sambil dimampatkan dan pelarut n-heksan sudah menutupi pori terbuka pada silica kasar.
3. Dirangkai alat kolom dengan memasukkan kertas saring, kapas, pasir bersih
4. Dimasukkan silica gel ke dalam kolom sambil diketuk-ketuk
5. Dibuka keran untk mengeluarkan pelarut dari silical gel, kemudian di ukur menggunakan gelas ukur

Kromatografi Kolom

1. Dimasukkan sampel setelah silica gel sudah terbentuk
2. Dimasukkan eluen ke dalam kolom mulai dari kepolaran rendah hingga tinggi (10:0, 9:1, 8:2, 7:3, 6:4, 5:5, 4:6, 3:7, 2:8, 1:9, 0:10)
3. Ditampung hasil elusi ke dalam vial yang telah dikalibrasi dan diberi label
4. Diamati warna yang dihasilkan dan dipisahkan sesuai perbandingan eluen yang digunakan

5. Dilakukan uji KLT dari hasil elusi sesuai perbandingan eluen yang digunakan

E. HASIL PENGAMATAN

Jenis Sampel	Eluen	Hasil	
		Perbandingan	Warna
Ekstrak :	10:0	
..... :	9:1	
 :	8:2	
 :	7:3	
 :	6:4	
 :	5:5	
 :	4:6	
 :	3:7	
 :	2:8	
 :	1:0	
 :	0:10	

Nama Sampel	Eluen	Hasil KLT (Foto)			
		10:0	9:1	8:2	7:3

Ekstrak					
------------------------	--	--	--	--	--

Nama Sampel	Eluen	Hasil KLT (Foto)			
		6:4	5:5	4:6	3:7
Ekstrak					

Nama Sampel	Eluen	Hasil KLT (Foto)		
		2:8	1:9	0:10

Ekstrak				
-----------------------	--	--	--	--

F. DOKUMENTASI

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN XII

KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Menentukan eluen berdasarkan Farmakope Herbal Indonesia
2. Mengidentifikasi senyawa menggunakan kromatografi lapis tipis
3. Menghitung nilai Rf dan hRf

B. DASAR TEORI

Parameter spesifik merupakan aspek analisis kimia secara kualitatif maupun kuantitatif terhadap kadar senyawa aktif yang berkaitan dengan aktivitas farmakologis dari suatu ekstrak. Parameter ini terdiri dari identitas ekstrak, uji organoleptis, senyawa terlarut dalam pelarut tertentu, uji makroskopik dan mikroskopik, penentuan kadar sari larut dalam etanol dan larut dalam air, penentuan kandungan kimia/metabolit ekstrak menggunakan KLT, menghitung kebutuhan eluen baik tunggal dan campuran untuk mengidentifikasi senyawa menggunakan KLT, menentukan nilai Rf dan hRf serta menentukan hasil uji skrining fitokimia senyawa metabolit sekunder pada ekstrak sesuai standar prosedurnya.

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) merupakan cara pemisahan campuran senyawa menjadi senyawa murninya dan mengetahui kuantitasnya. Kromatografi juga merupakan analisis cepat yang memerlukan bahan sangat sedikit, baik penyerap maupun cuplikannya. KLT dapat digunakan untuk memisahkan senyawa- senyawa yang sifatnya hidrofobik seperti lipida-lipida dan hidrokarbon yang sukar dikerjakan dengan kromatografi kertas. KLT juga dapat berguna untuk mencari eluen untuk kromatografi kolom, analisis fraksi yang diperoleh dari kromatografi kolom, identifikasi senyawa secara kromatografi, dan isolasi senyawa murni skala kecil.

Pelaksanaan kromatografi lapis tipis menggunakan sebuah lapis tipis silika atau alumina yang seragam pada sebuah lempeng gelas atau logam atau plastik yang keras. Gel silika (atau alumina) merupakan fase diam. Fase diam

untuk kromatografi lapis tipis sering kali juga mengandung substansi yang mana dapat berfluoresensi dalam sinar ultra violet. Fase gerak merupakan pelarut atau campuran pelarut yang sesuai. Pelaksanaan ini biasanya dalam pemisahan warna yang merupakan gabungan dari beberapa zat pewarna atau pemisahan dan isolasi pigment tanaman yang berwarna hijau dan kuning

Prinsip KLT adalah pemisahan komponen berdasarkan distribusinya pada fase diam dan fase gerak. Komponen yang memiliki interaksi lebih besar terhadap fase diam akan tertahan lebih lama. Sebaliknya, komponen yang memiliki interaksi lebih besar terhadap fase gerak akan bergerak lebih cepat. Fase diam yang umum digunakan pada KLT adalah silika gel, alumina, kieselguhr, dan selulosa

Langkah-langkah pengujian KLT sebagai berikut:

1. Persiapan plat KLT

Untuk pengujian, pelat diberi tanda titik dengan pensil untuk tempat menotolkan noda dan tiap titik memiliki jarak yang sama panjangnya satu sama lain. Dan untuk penentuan R_f , pelat diberi tanda garis dengan pensil yang berjarak 1 cm dari bagian bawah dan 0,5 cm dari bagian atas

2. Pemilihan eluen

Pemilihan eluen tergantung pada jenis analit yang akan dipisahkan. Eluen yang menyebabkan seluruh noda yang ditotolkan pada pelat naik sampai batas atas pelat (solvent front) tanpa mengalami pemisahan berarti eluen terlalu polar. Sebaliknya jika noda yang ditotolkan sama sekali tidak bergerak berarti eluen kurang polar.

3. Persiapan Chamber

Chamber yang digunakan dapat berupa bejana, gelas, atau botol dari kaca dengan dasar rata. Bagian dalam chamber dilapisi dengan kertas saring sampai seluruh dinding chamber tertutup oleh kertas saring tetapi bagian atas chamber tidak tertutup kertas saring sekitar 2–3 cm. Kemudian eluen yang digunakan dimasukkan kedalam chamber sebanyak 5 mL untuk menjenuhi kertas saring dengan uap eluen tersebut dan selama proses penjenuhan chamber harus ditutup dengan pelat kaca sampai kertas saring

basah seluruhnya.

4. Penotolan sampel

Untuk memperoleh reproduktibilitas, volume sampel yang ditotolkan paling sedikit 0,5 μ l. Jika volume sampel yang ditotolkan lebih besar dari 2-10 μ l, maka penotolan harus dilakukan secara bertahap dengan dilakukan pengeringan antar totolan. Penotolan pada plat KLT menggunakan pipa kapiler.

5. Pengembangan

Bila sampel telah ditotolkan maka tahap selanjutnya adalah mengembangkan sampel dalam bejana kromatografi yang sebelumnya telah dijenuhi dengan uap fase gerak. Tepi bagian bawah lempeng tipis yang telah ditotoli sampel dicelupkan kedalam fase gerak kurang lebih 0,5-1 cm. Tinggi fase gerak dalam bejana harus dibawah lempeng yang telah berisi totolan sampel.

6. Deteksi bercak

Deteksi bercak pada KLT dapat dilakukan secara kimia dan fisika. Cara kimia yang biasa digunakan adalah dengan mereaksikan bercak dengan suatu pereaksi melalui cara penyemprotan sehingga bercak menjadi jelas. Cara fisika yang dapat digunakan untuk menampakkan bercak dengan cara pencacahan radio aktif dan fluoresensi sinar ultraviolet. Fluoresensi sinar ultraviolet terutama untuk senyawa yang dapat berfluoresensi, membuat bercak akan terlihat jelas.. Deteksi bercak biasanya menggunakan sinar UV-Lamp 254 nm dan 366 nm pada Cabinet UV-Lamp.

Prinsip penampakan noda pada UV 254 nm, lempeng akan berfluoresensi sedangkan sampel akan tampak berwarna gelap. Penampakan noda pada lampu UV 254 nm merupakan sebab adanya daya hubungan antara sinar UV dengan indikator fluoresensi yang terdapat pada lempeng. Fluoresensi cahaya yang tampak artinya emisi cahaya yang dipancarkan sang komponen tadi saat elektron yang tereksitasi dari tingkat tenaga dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi lalu balik ke keadaan semula sembari melepaskan tenaga di UV 366 nm. Pada UV 366 nm, noda akan berfluoresensi serta lempeng

akan berwarna gelap. Fluorosensi sinar ultraviolet terutama buat senyawa yg bisa berfluorosensi, membentuk bercak akan terlihat kentara, Deteksi senyawa dilakukan menggunakan memakai detektor UV pada bawah sinar UV 254 nm, indikator di plat KLT akan memancarkan warna hijau serta pada UV 366 nm akan memancarkan warna ungu. Komponen yang menyerap cahaya pada 254 atau 366 nm akan tampak menjadi bercak gelap pada plat yang bercahaya. Metode deteksi lain adalah dengan menggunakan pereaksi semprot. Yaitu dengan memakai H₂SO₄ kemudian selanjutnya lempeng dipanaskan untuk melihat perubahan warna dan pergeseran nilai Rf di lempeng.

Nilai Rf dan hRf

Nilai Rf merupakan nilai ini digunakan sebagai nilai perbandingan relatif antar sampel. Nilai Rf juga menyatakan derajat retensi suatu komponen dalam fase diam sehingga nilai Rf sering juga disebut faktor retensi. Jarak pengembangan dari suatu senyawa biasanya dinyatakan dengan harga Rf (Retardation factor) yaitu jarak yang ditempuh oleh tiap bercak dari titik penotolan diukur dari pusat bercak. Harga Rf biasanya berkisar antara 0,00 – 1,00 dan harga Rf sangat berguna untuk mengidentifikasi suatu senyawa. Faktor yang mempengaruhi harga Rf adalah sebagai berikut : 1. Struktur kimia senyawa yang dispisahkan, 2. Sifat penyerap, 3. Tebal dan kerataan lapisan penyerap, 4. Pelarut dan derjat kemurniannya (sifat kepolarannya) 5. Teknik kejenuhan uap pengembang dalam bejana 6. Jumlah cuplikan yang digunakan 7. Suhu. Rumus menghitung nilai Rf dan hRf adalah sebagai berikut:

$$Rf = \frac{\text{Jarak yang ditempuh noda}}{\text{jarak yang ditempuh oleh pelarut}}$$

$$hRf = Rf \times 100\%$$

Senyawa yang mempunyai nilai Rf lebih besar berarti mempunyai kepolaran yang rendah, begitu juga sebaliknya. Hal tersebut dikarenakan fase diam bersifat polar. Senyawa yang lebih polar akan tertahan kuat pada fase diam sehingga menghasilkan nilai Rf yang rendah.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu timbangan analitik, gelas ukur, beaker glass, kaca arloji, cawan porselin, chamber, Cabinet UV-Lamp, pinset, botol semprot, pipa kapiler, hot plate, gunting, penggaris, pensil

Bahan yang disiapkan adalah ekstrak dari ekstraksi simplisia, aluminium foil, tissue, N-Hexan, Kloroform, Metanol, Aquadest, Alkohol 96%, plat KLT, label etil asetat, kertas saring, quarcetin, asam sulfat

D. PROSEDUR KERJA

1. Plat KLT yang akan digunakan diaktifkan terlebih dahulu dengan cara pemansan pada suhu 110°C selama 30 menit
2. Selanjutnya, plat KLT yang sudah dioven diberi batas atas dan batas bawah masing-masing 1 cm.
3. Kemudian membuat fase gerak dengan masing-masing metabolit sekunder yang terkandung dalam ekstrak
4. dimasukkan ke dalam chamber dan dijenuhkan terlebih dahulu dengan memberi kertas saring sebagai tanda fase gerak jenuh atau belum
5. Ditutup chamber menggunakan kaca chamber
6. Ekstrak yang sudah diperoleh ditotolkan pada garis batas bawah pada plat KLT lapis silica gel menggunakan pipa kapiler
7. kemudian plat KLT dimasukkan ke dalam chamber yang sudah berisi fase gerak yang sudah jenuh. Menunggu hingga eluen naik sampai tanda batas plat KLT.
8. Setelah itu, mengangkat plat KLT dan di keringkan dengan di angin-anginkan.
9. Mengamati bercak dengan cara menggunakan sinar UV pada panjang gelombang 234 nm dan 366 nm.
10. Menghitung nilai Rf dan hRf

E. HASIL PENGAMATAN

Nilai Rf dan hRf

Jenis Sampel	Metode Ekstraksi	Nilai Rf	Nilai hRf

Rumus Perhitungan Rf dan hRf:

$$Rf = \frac{\text{Jarak yang ditempuh noda}}{\text{jarak yang ditempuh oleh pelarut}}$$

$$hRf = Rf \times 100\%$$

1. Ekstrak.....Metode.....

$$Rf = \frac{\text{Jarak yang ditempuh noda}}{\text{jarak yang ditempuh oleh pelarut}}$$

$$= \frac{\dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} = \dots\dots\dots$$

$$hRf = Rf \times 100\%$$

$$= \dots\dots\dots \times 100\% = \dots\dots\dots\%$$

2. Ekstrak.....Metode.....

$$Rf = \frac{\text{Jarak yang ditempuh noda}}{\text{jarak yang ditempuh oleh pelarut}}$$

$$= \frac{\dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} = \dots\dots\dots$$

$$hRf = Rf \times 100\%$$

$$= \dots\dots\dots \times 100\% = \dots\dots\dots\%$$

3. Ekstrak.....Metode.....

$$Rf = \frac{\text{Jarak yang ditempuh noda}}{\text{jarak yang ditempuh oleh pelarut}}$$

$$= \frac{\dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} = \dots\dots\dots$$

$$\begin{aligned} hRf &= Rf \times 100\% \\ &= \dots\dots\dots \times 100\% = \dots\dots\dots\% \end{aligned}$$

4. Ekstrak.....Metode.....

$$\begin{aligned} Rf &= \frac{\textit{Jarak yang ditempuh noda}}{\textit{jarak yang ditempuh oleh pelarut}} \\ &= \frac{\dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} = \dots\dots\dots \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} hRf &= Rf \times 100\% \\ &= \dots\dots\dots \times 100\% = \dots\dots\dots\% \end{aligned}$$

5. Ekstrak.....Metode.....

$$\begin{aligned} Rf &= \frac{\textit{Jarak yang ditempuh noda}}{\textit{jarak yang ditempuh oleh pelarut}} \\ &= \frac{\dots\dots\dots}{\dots\dots\dots} = \dots\dots\dots \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} hRf &= Rf \times 100\% \\ &= \dots\dots\dots \times 100\% = \dots\dots\dots\% \end{aligned}$$

Hasil KLT

Jenis Sampe I	Gambar Hasil KLT		
	Hasil Maserasi	Hasil Refluks	Hasil Sokletasi

Ekstr ak			
-------------------------------------	--	--	--

Jenis Samp el	Gambar Hasil KLT		
	Fraksi N-Heksan	Fraksi Kloroform	Fraksi Etanol 96%
Ekstr ak			

F. DOKUMENTASI

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN XIV

DESTILASI MINYAK ATSIRI

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Mempelajari teknik metode ekstraksi minyak atsiri
2. Melakukan teknik pemisahan senyawa minyak atsiri menggunakan destilasi

B. DASAR TEORI

Minyak atsiri dikenal dengan nama minyak eteris atau minyak terbang. Minyak atsiri merupakan bahan yang bersifat mudah menguap (volatil), mempunyai rasa getir, dan bau mirip tanaman asalnya yang diambil dari bagian-bagian tanaman seperti daun, buah, biji, bunga, akar, rimpang, kulit kayu, bahkan seluruh bagian tanaman. minyak atsiri selain dihasilkan oleh tanaman, dapat juga sebagai bentuk dari hasil degradasi oleh enzim atau dibuat secara sintesis.

Peranan minyak atsiri dalam kehidupan manusia telah mulai dikenal sejak beberapa abad yang lalu. Tanaman yang menghasilkan minyak atsiri diperkirakan berjumlah 150 – 200 spesies, yang termasuk dalam famili *Pinaceae*, *Labiatae*, *Compositae*, *Lauraceae*, *Myrtaceae*, dan *Umbeliferae*. Minyak atsiri dapat bersumber pada setiap bagian tanaman yaitu dari , buah, bunga, biji, batang, kulit buah dan akar. Salah satu minyak atsiri itu adalah cengkeh dan sereh

Salah satu cara untuk mengisolasi minyak atsiri dari bahan tanaman penghasil minyak atsiri adalah dengan penyulingan, yaitu pemisahan komponen yang berupa cairan dua macam campuran atau lebih berdasarkan perbedaan titik didih. Proses tersebut dilakukan terhadap minyak atsiri yang tidak larut dalam air. Isolasi bahan alam dilakukan berdasarkan sifat bahan alam tersebut, dan dapat digolongkan menjadi isolasi cara fisis dan isolasi cara kimia. Isolasi secara fisis didasarkan pada sifat fisik bahan alam, seperti kelarutan dan tekanan uap. Isolasi berdasarkan perbedaan kelarutan bahan alam dalam pelarut tertentu dapat dilakukan dengan pelarut dingin atau pelarut

panas. Isolasi dengan pelarut dingin digunakan untuk mengisolasi bahan alam yang dapat larut dalam keadaan dingin. Tekniknya dapat dilakukan dengan merendam sumber bahan alamnya dalam pelarut tertentu selama beberapa lama (jam atau hari). Untuk bahan alam yang larut dalam keadaan panas digunakan teknik isolasi secara kontinyu dengan alat Soxhlet. Isolasi berdasarkan penurunan tekanan uap dilakukan dengan cara destilasi uap. Cara ini digunakan untuk senyawa yang tidak larut dalam air, bertitik didih tinggi, mudah terurai sebelum titik didihnya dan mudah menguap

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

Prinsip pada percobaan kali ini adalah menggunakan penyulingan destilasi yang merupakan suatu proses pemisahan komponen-komponen suatu campuran yang terdiri atas dua cairan atau lebih berdasarkan perbedaan tekanan uap atau berdasarkan perbedaan titik didih komponen-komponen senyawa tersebut. Jenis penyulingan yang digunakan yaitu hidroddestilasi. Hidroddestilasi adalah penyulingan suatu campuran yang berwujud cairan yang tidak saling bercampur, hingga membentuk dua fasa atau dua lapisan. Proses ini dilakukan dengan bantuan air maupun uap air. Hidroddestilasi memiliki 3 jenis metode berdasarkan cara penanganan bahan yang diproses yaitu : destilasi air, destilasi uap dan air serta destilasi uap langsung.

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu timbangan analitik, gelas ukur, beaker glass, kaca arloji, cawan porselin, termometer, spons, kondensor, selang air bening, statif, klem, labu alas bulat, erlenmeyer, magnetic stirrer, batu didih

Bahan yang disiapkan adalah Aquadest, kemangi, sereh, alkohol 70%, aluminium foil, tissu

D. PROSEDUR KERJA

Pertama yang harus disiapkan yaitu preparasi sampel. Sampel dipotong-potong kecil yaitu kemangi dan sereh (daun, bunga, atau batang) yang sudah bersih dan kering (dengan jumlah air minimum). Kemudian persiapkan set alat distilasi. Selanjutnya sampel dimasukkan 50 g kedalam labu alas bulat 250 mL. Labu dipenuhi dengan aquades hingga setengah volume total labu, ditambahkan batu didih. Labu dipasang kembali pada set up alat distilasi, dipanaskan pada mantel pemanas secara perlahan-lahan. Distilasi dihentikan jika sudah diperoleh distilat sebanyak 100 mL atau telah dipanaskan selama 1-1.5 jam. Volume dicatat distilat yang diperoleh, dibiarkan beberapa saat hingga nantinya diperoleh dua fasa, aqueous phase dan organic phase, dipisahkan minyak atsiri dari air yang ada dalam campuran distilat, lalu tambahkan sedikit magnesium sulfat pada distilat minyak atsiri. Diperoleh minyak atsiri dengan cara dekantasi dan dicatat volume minyak atsiri yang diperoleh. Dihitung rendemen minyak atsiri yang diperoleh. Amati bau dan warna dari minyak atsiri tersebut.

E. HASIL PENGAMATAN

Bah an	Volu me		Keterangan
	Destilat (gr)	Atsiri (mL)	
.....gr kemangi			2 fase, bagian atas bagian bawah.....
..... gr batang sereh			2 fase, bagian atas bagian bawah.....

F. DOKUMENTASI

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN XV

SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

A. TUJUAN PRAKTIKUM

1. Mengetahui tentang Spektrofotometri UV-Vis
2. Memahami Prinsip Spektrofotometri UV-Vis
3. Mempelajari tentang Penentuan Kadar senyawa menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

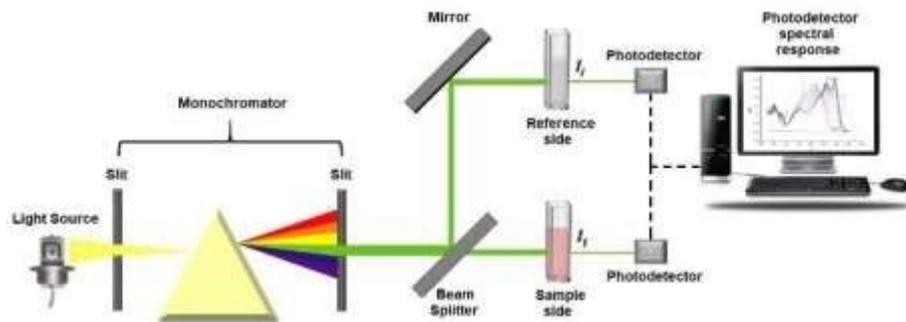
B. DASAR TEORI

Spektrofotometri adalah teknik eksperimen yang digunakan untuk mengukur konsentrasi zat terlarut dalam larutan tertentu dengan menghitung jumlah cahaya yang diserap oleh zat tersebut. Teknik ini sangat bermanfaat karena senyawa tertentu juga akan menyerap panjang gelombang cahaya berbeda pada intensitas yang berbeda. Dengan menganalisis cahaya yang melalui larutan, dapat mengidentifikasi senyawa terlarut dalam larutan serta konsentrasinya. Alat yang digunakan untuk menganalisis larutan dengan teknik ini di laboratorium adalah spektrofotometer. Pada umumnya spektrofotometer dibedakan pada jenis sumber cahaya yang digunakan, salah satunya adalah UV-Vis.

Prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis (Ultra Violet-Visible) berdasar pada serapan cahaya, dimana atom dan molekul berinteraksi dengan cahaya. Gabungan antara prinsip spektrofotometri Ultraviolet dan visible disebut spektrofotometer Ultraviolet-visible (UV-Vis). Sumber UV dan visible adalah dua sumber sinar yang berbeda yang digunakan pada instrumen ini. Spektrofotometri UV-Vis berdasar pada hukum Lambert-Beer. Jika sinar monokromatik melewati suatu senyawa maka sebagian sinar akan diabsorpsi, sebagian dipantulkan dan sebagian lagi akan dipancarkan. Cermin yang berputar pada bagian dalam spektrofotometer akan membagi sinar dari sumber cahaya menjadi dua. Panjang gelombang pada daerah ultraviolet adalah 180 nm–380 nm, sedangkan pada daerah visible adalah 380 nm–780 nm.

Spektrofotometer digunakan untuk mengukur jumlah cahaya yang diabsorpsi

atau ditransmisikan oleh molekul-molekul di dalam larutan. Ketika panjang gelombang cahaya ditransmisikan melalui larutan, sebagian energi cahaya tersebut akan diserap (diabsorpsi). Besarnya kemampuan molekul-molekul zat terlarut untuk mengabsorpsi cahaya pada panjang gelombang tertentu dikenal dengan istilah absorbansi (A), yang setara dengan nilai konsentrasi larutan tersebut dan panjang berkas cahaya yang dilalui (biasanya 1 cm dalam spektrofotometer) ke suatu point dimana persentase jumlah cahaya yang ditransmisikan atau diabsorpsi diukur dengan phototube.



Skema Spektrofotometer UV-Vis *Double Beam*

Suatu spektrofotometer terdiri dari bagian-bagian utama sebagai berikut:

1. Sumber Cahaya (*Source*)
 - a. Radiasi Ultra Violet, sumber cahaya yang dipakai umumnya adalah lampu Hidrogen atau lampu Deuterium, memancarkan radiasi kontinyu pada daerah sekitar 190-380 nm
 - b. Radiasi cahaya tampak (*Visible Radiation*) merupakan campuran filamen tungsten dan gas iodine (Halogen) yang disebut juga sebagai sumber radiasi “tungsten-iodine”. Sumber radiasi ini bekerja pada panjang gelombang 380- 900 nm.
2. Monokromator

Monokromator berfungsi untuk mendapatkan radiasi monokromatis dari sumber radiasi yang memancarkan radiasi polikromatis. Monokromator pada spektrofotometer UV-Vis biasanya terdiri dari susunan:

 - a. celah masuk (*Entrance Slit*) tempat masuknya radiasi dari sumber cahaya

- b. “*Collimating device*” berupa lensa atau cermin untuk menyejajarkan cahaya.
 - c. Alat dispersi berupa prisma (*grating*) untuk menguraikan radiasi atau bagian- bagian panjang gelombang.
 - d. Lensa atau cermin untuk memfokuskan cahaya
 - e. Celah keluar (*Exit slit*) tempat keluarnya radiasi yang hampir monokromatis menuju sampel (zat peresap).
3. Sel Peresap (*Sample Compartment*)
Sampel yang diperiksa pada daerah cahaya tampak dan ultraviolet biasanya larutan atau gas yang dimasukkan dalam sel (*cuvettes*).
 4. Detektor
Detektor yang digunakan adalah “*fotomultiplier tube*” yang menggunakan lapisan tipis dari semikonduktor senyawa logam alkali yang mudah melepaskan elektron. Detektor yang paling banyak digunakan adalah *fotomultiplier tube*.
 5. Penguat/ amplifier
Suatu piranti yang berfungsi untuk memperbesar arus yang dihasilkan oleh detektor agar dapat dibaca oleh rekorder.
 6. Meter atau rekorder
Signal elektronis yang dihasilkan oleh detektor harus diubah menjadi bentuk yang dapat diinterpretasikan. Suatu sistem baca (piranti pembaca) yang menginterpretasikan besarnya sinyal listrik, dinyatakan dalam bentuk % Transmitan (% T) maupun Adsorbansi (A).



Gambar Spektrofotometer UV-Vis

C. ALAT DAN BAHAN

Alat yang disiapkan yaitu timbangan analitik, gelas ukur, beaker glass, kaca arloji, cawan porselin, erlenmeyer, cuvet, Spektrofometri UV-Vis, Mikropipet, Tip Mikropipet, batang pengaduk, oven

Bahan yang disiapkan adalah Quarcetin, ekstrak dari ekstraksi maserasi, etanol 965, AlCl₃, alkohol 70%, aluminium foil, tissu, Kalium asetat

D. PROSEDUR KERJA

Pembuatan Larutan Baku Standar Quarcetin

Ditimbang 10 mg baku standar kuersetin dan dilarutkan dalam 10 mL etanol p.a untk 1000 ppm, dari kelarutan standar kuersetin 1000 ppm kemudian dipipet 1 mL dan dilarutkan dalam mL etanol p.a untuk 100 ppm, kemudian dibuat beberapa konsentrasi 20 ppm, 40 ppm, 60 ppm, 80 ppm, dan 100 ppm. Masing-masing konsenrasi larutan standar kuersetin larutan standar kuersetin ditambahkan 3 ml etanol, 0,2 mL AlCl₃ 10%, 0,2 mL kalium asetat 1M dan dicukupkan dengan aqudest samapai 10 MI, setelah itu diinkubasi selama 30 menit pada suhu kamar dan ukur absorbansinya pada spektrofometri UV-Vis dengan panjang gelombang 431 nm

Penetapan Kadar Flavonoid

Ditimbang 100 mg ekstrak dilarutkan dalam 10 mL etanol. Diambil 1 mL ditambahkan 3 mL etanol, tambahkan 2 mL AlCl₃ 10%, tambahkan 0,2 mL kalium asetat dan dicukupkan dengan aquadest sampai 10 mL, simpan 30 menit pada tempat gelap pada suhu kamar, diukur pada spektrofotometri UV-Vis dengan panjang gelombang 431 nm. Laeuran sampel dibuat dalam tiga replikasi sehingga kadar falvonoid yang diperoleh sebagai ekuivalen kuersetin. Seyelah itu dibaca absorbansi sampel, dicata dan dimasukkan pada persamaan regresi linear $y = bx+a$. Rumus menghitung kadar flavonoid sebagai berikut:

$$F = \frac{C \times V \times Fp}{m} \times 100\%$$

Keterangan:

C = konsentrasi kuersetin (ppm atau mg/1000 mL)

V = volume total ekstrak

Fp = faktor pengenceran m = berat sampel (mg)

E. HASIL PENGAMATAN

Nama Sampel	Metode Ekstraksi	Berat ekstrak	Konsentrasi	Persemaan regresi	Kadar Senyawa

F. DOKUMENTASI

G. PEMBAHASAN SECARA RINGKAS

H. DAFTAR PUSTAKA