

B.3. EKSTRAKSI CAIR-CAIR (ECC)

ECC (ekstraksi pelarut)

Solut dipindahkan dari pelarut satu ke pelarut yang lain dan tidak bercampur. Dilakukan pengocokan berulang.

PROSEDUR UMUM :

Dalam corong pisah (*separation funnel*) dimasukkan larutan solut dalam pelarut ke-1, kemudian masukkan pelarut ke-2 yang tidak bercampur dengan pelarut ke-1, dan dikocok (hati-hati)

Campuran dibiarkan memisah dalam dua lapisan (pelarut air dan pelarut organik).

Pertanyaan : 1. Pelarut mana yang dibawah dan diatas ?

2. Bagaimana cara memisahkan pelarut tersebut?

FIGURE 5-3. The separatory funnel

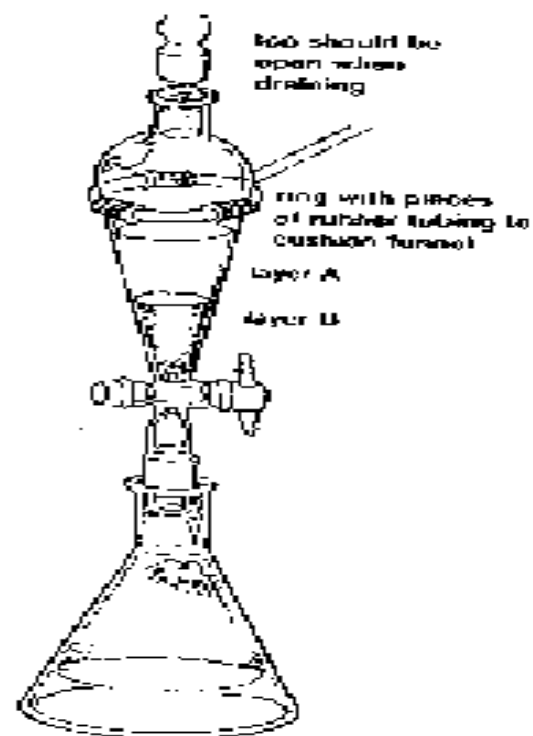
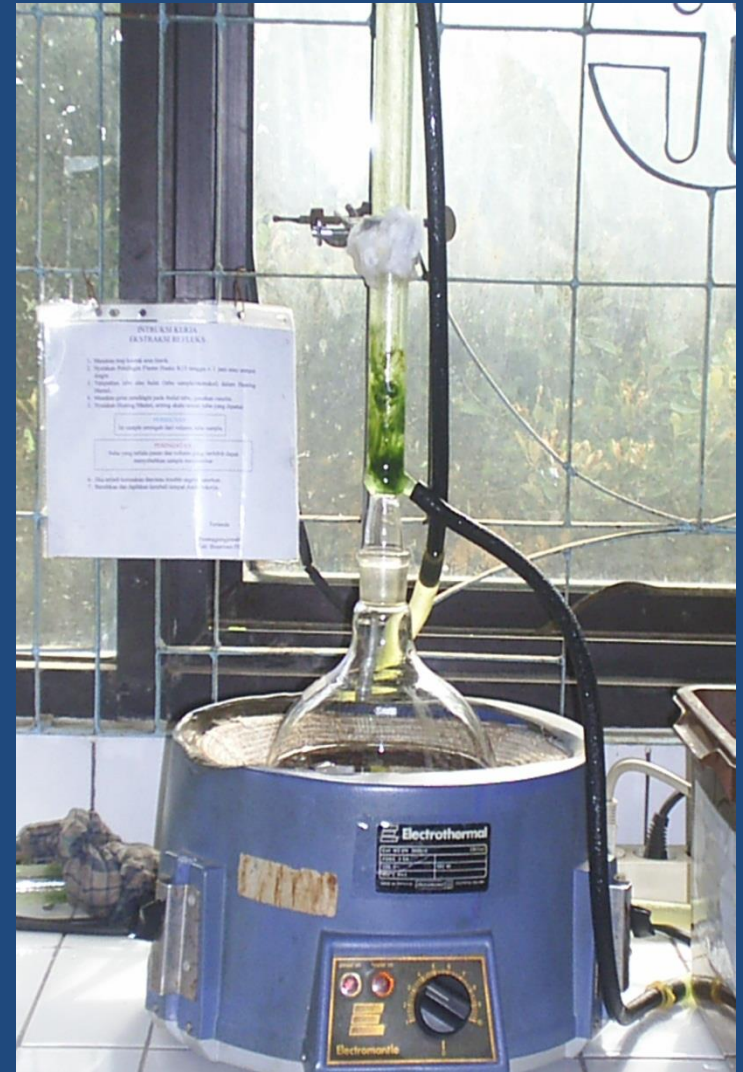


FIGURE 5-4. Correct way of shaking and using the separatory funnel



Jenis Pelarut

Pelarut yang digunakan seharusnya tidak bercampur satu sama lainnya (**immiscible**)

Pelarut organik yang tidak bercampur dengan air :

- benzen, toluen, heksan, xilen
- diklormetan, kloroform, tetraklormetan
- dietil eter
- metil isobutil keton
- hidrokarbon alifatik

Pelarut organik yang dapat bercampur dengan air :

- alkohol alifatik
- asam karboksilat
- aldehid
- keton
- asetonitril
- dimetilsulfoksida
- dioksan

Pelarut air/berair (aqueous) biasanya :

- air suling
- larutan dapar pH tertentu
- larutan elektrolit dalam air
- larutan pembentuk kompleks dalam air
- larutan asam atau basa dalam air
- kombinasi larutan-larutan di atas

- **Dasar Ekstraksi Cair-Cair (ECC) adalah :**

Partisi (K_p) / distribusi (K_D) zat terlarut dalam dua pelarut yang tidak campur (*immiscible*)

$$K_p = \frac{[A]_{\text{raf}}}{[A]_{\text{ekst}}} \quad \text{atau}$$

$$K_D = \frac{C_1}{C_2}$$

KD = Koefisien Distribusi atau Koef. Partisi

(Tetapan keseimbangan kelarutan relatif dari suatu solut dalam 2 pelarut yang tidak tercampur)

C_1 = Konsentrasi solut pada larutan pertama (pelarut air)

C_2 = Konsentrasi solut pada larutan kedua (pelarut organik)

Ekstraksi Cair-Cair sederhana

Ekstraksi dilakukan dalam corong pisah dengan cara sebagai berikut :

- sampel dilarutkan dalam salah satu pelarut (rafinat) , masukkan kedalam corong pisah lalu kedalam corong pisah tersebut masukan pelarut lainnya (ekstraktan), segera kocok .
- Setelah pengocokan komponen dalam sampel akan terdistribusi diantara dua fase sampai terjadi kesetimbangan. Idealnya satu komponen tetap berada di rafinat dan yang lainnya terekstraksi ke dalam ekstraktan.

- ECC bertahap paling sederhana dan paling banyak dipakai, tetapi teori pendukung masih kurang/ hampir tidak ada
- Rumus untuk menghitung fraksi yang terekstraksi dan yang tidak terekstraksi digunakan : volume rafinat, volume ekstraktan dan K_p .

Setelah n x ekstraksi :

1). Fraksi yang tidak terekstraksi

$$1 - Q_n = (K_p \cdot V_{\text{raf}} / V_{\text{ekst}} + K_p \cdot V_{\text{raf}})^n$$

Q_n = fraksi yang terekstraksi

2). Fraksi yang terekstraksi.

$$Q_n = 1 - (1 - Q_n) = 1 - (K_p \cdot V_{raf} / V_{ekst} + K_p \cdot V_{raf})^n$$

Contoh 1:

Pada ekstraksi lintas arus 5 langkah/step, hitunglah fraksi yang terekstraksi pada setiap langkah dan jumlah fraksi yang terekstraksi pada akhir setiap langkah. Diketahui $K_p=0,1$, $V_{raf}=10$ ml, $V_{ekst} = 9$ ml

$$\begin{aligned} \text{- langkah 1 : } Q_1 &= 1 - (0,1 \times 10 / 9 + 0,1 \times 10)^1 \\ &= 1 - (1 / 10) = 0,9 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{- langkah 2 : } Q_2 &= 1 - (0,1 \times 10 / 9 + 0,1 \times 10)^2 \\ &= 1 - (1/10)^2 \\ &= 1 - 0,01 = 0,99 \end{aligned}$$

- Ekstraksi 5 langkah , pelarut yang digunakan adalah : 45 ml , hasil 0,9999 $\rightarrow$ 99,99%

Jika dibandingkan dengan jumlah pelarut yang sama 45 ml dengan 1 X ekstraksi ?

$$\begin{aligned} Q (\text{jumlah fraksi yang terekstraksi}) &= \frac{V_{\text{ekst}}}{V_{\text{ekst}} + V_{\text{raf.}} K_p} \\ &= 45 / 45 + 10 \times 0,1 \\ &= 45 / 46 \\ &= 0,9782 \rightarrow 97,82\% \end{aligned}$$

RUMUS untuk menghitung fraksi yang terekstraksi :

- **1 x ekstraksi**

$$Q_n = \frac{V_{\text{ekst}}}{V_{\text{ekst}} + V_{\text{raf}} \cdot K_D}$$

- **n kali ekstraksi :**

Fraksi yang terekstraksi :

$$Q_n = 1 - \left[\frac{K_D \cdot V_{\text{raf}}}{K_D \cdot V_{\text{raf}} + V_{\text{ekst}}} \right]^n$$

Dimana :

Q_n = fraksi yang terekstraksi

K_D = koefisien distribusi/partisi

V_{raf} = volume pelarut 1

V_{ekst} = volume pelarut 2

- Contoh soal :

Sejumlah 5 gram sampel yang dilarutkan dalam 100 ml air (pelarut I) Di ekstraksi / partisi dengan pelarut eter (pelarut II).

Bandingkan hasil yang terjadi antara ekstraksi 3X dengan @ 50 ml dan ekstraksi 1 x dengan 150 ml eter.

Diketahui **perbandingan distribusi = 0,25**

1x ekstraksi :

$$\begin{aligned} Q_n &= 150 / (150 + 100 \times 0,25) \\ &= 150 / 125 = 0,857 \text{ bgn} \\ &= 0,857 \times 5 \text{ gram} = 4,285 \text{ gram} \end{aligned}$$

3 x ekstraksi:

$$\begin{aligned} Q_n &= 1 - (KD \cdot V_{raf} / KD \cdot V_{raf} + V_{ekst}) \\ &= 1 - (0,25 \times 100 / 0,25 \times 100 + 50)^3 \\ &= 1 - (25/75)^3 \\ &= 1 - 0,037 = 0,963 \text{ bgn} \\ &= 0,963 \times 5 \text{ gram} = 4,815 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Aplikasi : cukup luas
 1. yang paling umum digunakan untuk memisah kan ion-ion logam (ekstraksi logam sebagai senyawa kompleks) atau campuran senyawa organik yang kompleks
 2. Aplikasi lain yang banyak digunakan adalah pemurnian produk hasil reaksi dari matriks yang tidak diinginkan.

Pelaksanaan Ekstraksi cair-cair dapat dilakukan secara :

1. bertahap (*stepwise*) → dengan corong pisah.
2. sinambung (*continuous*) → dengan perkolator *jalade* atau alat *Craig* (alat distribusi lawan arus)

1. ECC bertahap (*stepwise*) dengan corong pisah

Beberapa hal yang harus diperhatikan pada cara ini :

a. Pelarut 1 yang digunakan harus dijenuhkan dulu dengan pelarut 2 (pelarut lawannya) dan sebaliknya.

contoh :

- pelarut campuran Air – CHCl_3 , air dijenuhkan dulu dengan CHCl_3 dan CHCl_3 dijenuhkan dengan air.

- **Contoh pelarut campuran :**

- **Air – CHCl₃**
- **Air – eter**
- **Air - n-heksan**
- **Air – n-butanol**
- **Air – etilasetat**

Dalam pemisahan ini biasanya rafinat adalah Air.

b. Pengocokan jangan dilakukan kuat-kuat, untuk mencegah terjadinya emulsi, hal ini penting diperhatikan terutama dalam mengekstraksi bahan alam karena didalam bahan alam banyak mengandung zat yang bersifat emulgator.

Bila terjadi emulsi, dapat dipecahkan dengan cara:

- penyaringan**
- sentrifugasi**
- menambahkan garam yang netral, biasanya NaCl**

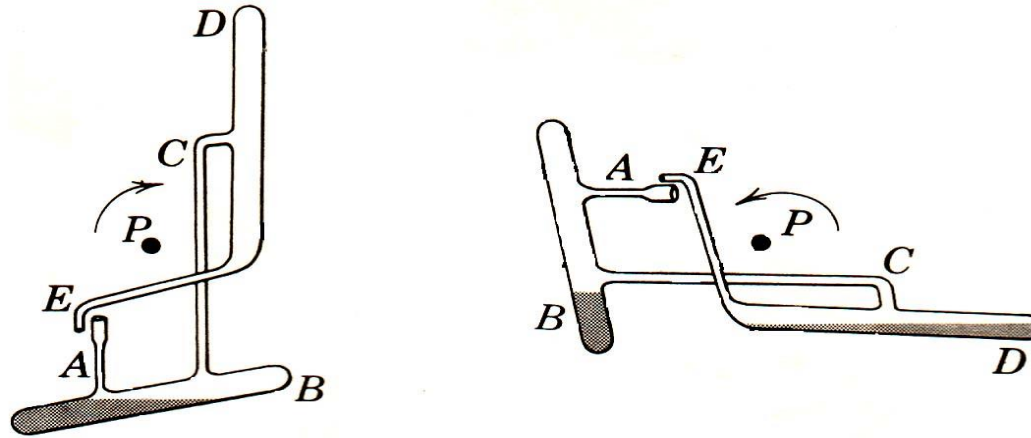
c. Titik didih pelarut merupakan hal penting diperhatikan karena kita menginginkan memperoleh senyawa dengan mudah.

contoh :

- etilasetat titik didih 77
- n – butanol titik didih 118

Sifat melarutkan sama tetapi n-butanol sukar dihilangkan karena titik didihnya tinggi, tetapi untuk golongan tertentu misalnya saponin, n-butanol melarutkan lebih baik.

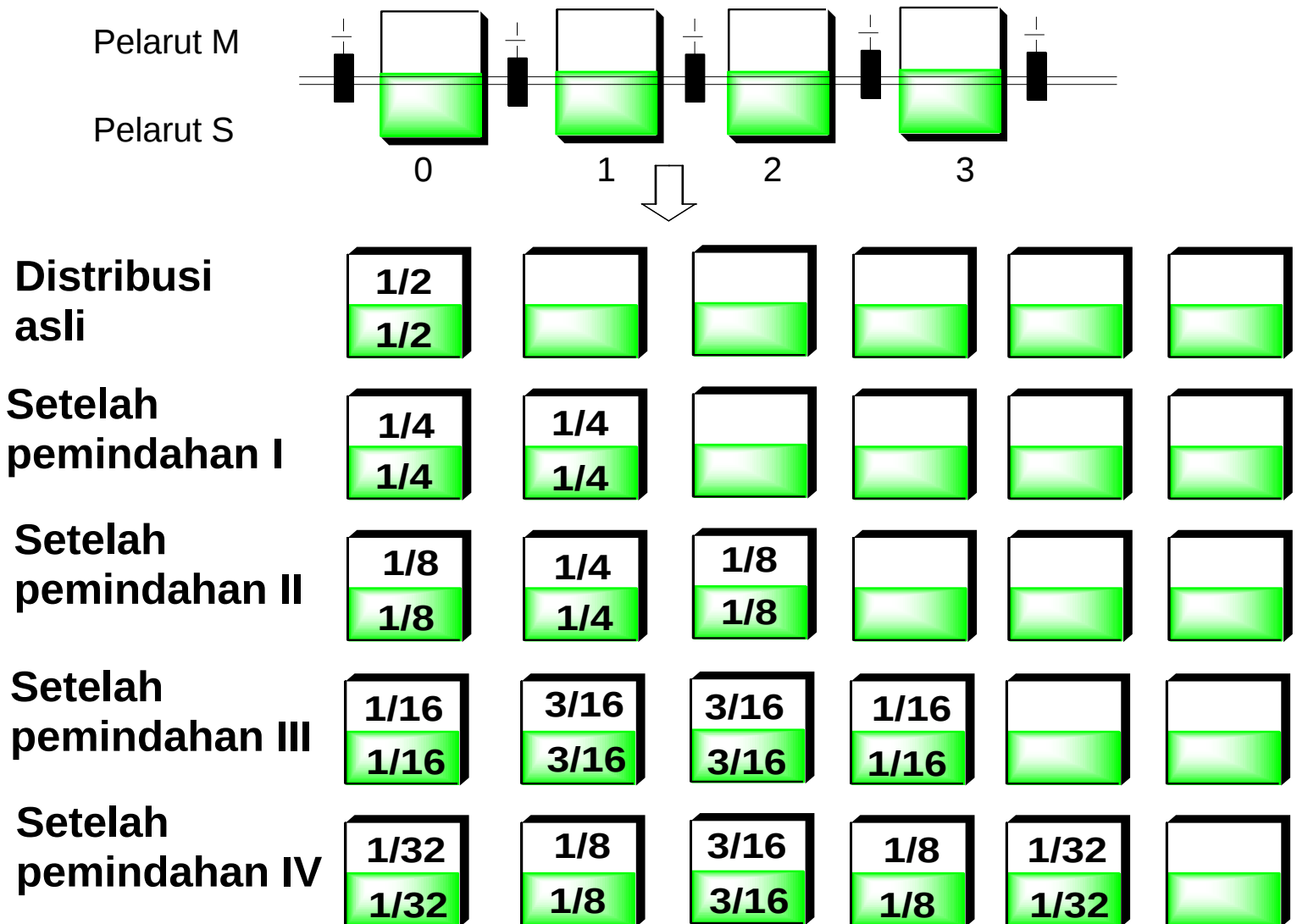
Penyarian Berulang kali dengan Metode Craig



Prosedur Umum :

- Masukkan pelarut (BJ berat) melalui **A** sehingga mengisi **B** setengah isi
- Cuplikan (pelarut BJ yang ringan) dimasukkan juga ke dalam tabung **B**
- Bejana digoyang-goyang dengan sudut 35° terhadap poros
- Setelah terjadi 2 lapisan, alat ini diputar 90° sesuai arah jarum jam
- Pelarut yang ringan mengalir ke tabung **D** melalui **C**
- Alat diputar kembali pada kedudukan semula, pelarut ringan di **D** akan mengalir ke tabung **B** tingkat berikutnya melalui **E**.

Distribusi senyawa terlarut pada proses Craig, $K_D = 1$; dan $V_m = V_s$



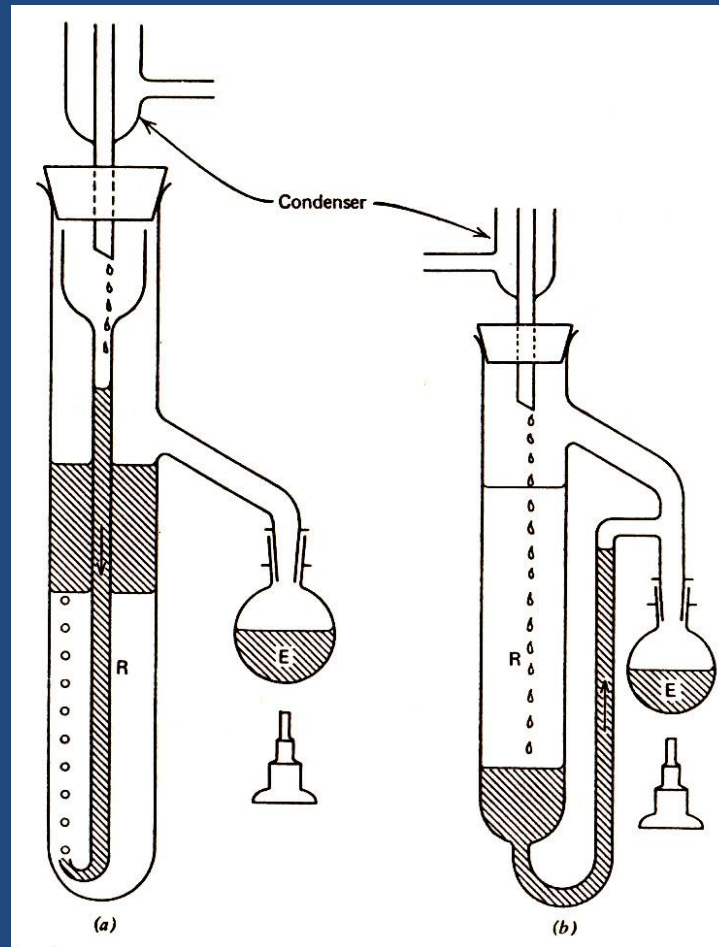
2. ECC sinambung (*continuous*)

Dalam prosedur umum laboratorium volume ekstraktan dipertahankan konstan dan berulang (*held constant and recycled*).

Ada dua macam peralatan (perforator Jalade) untuk ECC sinambung yaitu :

- 1) untuk ekstraktan (pelarut organik) lebih berat dari air (rafinat)
- 2) ekstraktan lebih ringan dari air (rafinat)

Gambar alat 1:
untuk ekstraktan
lebih berat dari air
(rafinat)



Gbr alat 2:
Eksktraktan lebih
ringan dari air
(rafinat)

Gambar 2: Perforator Jalade