Jurnal KONSTRUKSI : teKNik, infraSTRUKtur, dan SaIns
Program Pascasarjana UMI

Vol. 01, No. 10 Tahun 2022
E-ISSN: XXXX-XXXX

Pengaruh Suhu dan Waktu Peleburan Alkali pada Pembuatan Asam Oksalat dari Batang Eceng Gondok (Eichornia Crassipes)

Astri Wiyani [1*], Ruslan Kalla [2], Andi Suryanto [3]

1*) Magister Teknik Kimia, Universitas Muslim Indonesia, Kota Makassar
2) Teknik Kimia, Universitas Muslim Indonesia, Kota Makassar
3) Teknik Kimia, Universitas Muslim Indonesia, Kota Makassar

Abstract

Oxalic acid is also known as a dicarboxylic compound whose C atoms are able to bind more than one hydroxyl group which can be synthesized from waste containing high cellulose. In this study, water hyacinth stem waste was used as a material to be synthesized into oxalic acid using the alkaline smelting method by varying the melting temperature (80ºC and 140ºC) and smelting time (60, 70, 80, 90) minutes in order to determine the effect of temperature and time. optimum melting for the formation of oxalic acid. In this study, 10 grams of finely ground water hyacinth stems and 150 ml of alkaline solvent (NaOH) obtained the optimum conditions at a concentration of 4.5 N with a melting time of 70 minutes and a temperature of 80ºC with a weight or yield of oxalic acid of 0.6665 gr (6 ,65%). Characteristics of oxalic acid produced has a melting point of 102.3ºC and standard oxalic acid has a melting point of 101.7ºC.

Keywords: Alkaline Fusion, Cellulose, Hyacinth Stem, Oxalid Acid, Sodium Hydroxide.

Abstrak

Asam oksalat disebut juga sebagai senyawa dikarboksilat yang atom–atom C nya mampu mengikat lebih dari satu gugus hidroksil yang dapat disintesis dari limbah yang mengandung selulosa yang tinggi. Pada penelitian ini digunakan limbah batang eceng gondok sebagai bahan yang di sintesis menjadi asam oksalat dengan menggunakan metode peleburan alkali dengan memvariasikan suhu peleburan (80ºCdan 140ºC) dan waktu peleburan (60, 70, 80, 90) menit dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh suhu dan waktu peleburan optimum pada pembentukan asam oksalat. Pada penelitian ini menggunakan 10 gram serbuk halus batang eceng gondok dan 150 ml pelarut alkali (NaOH) yang memperoleh kondisi optimum pada konsentrasi 4,5 N dengan waktu peleburan 70 menit dan suhu 80ºC dengan berat atau yield asam oksalat sebesar 0,6665 gr (6,65%). Karakteristik asam oksalat yang dihasilkan memiliki titik leleh sebesar 102,3ºC dan asam oksalat standar memiliki titik leleh sebesar 101,7ºC.

Kata Kunci: Asam Oksalat, Batang Eceng Gondok, Natrium Hidroksida (NaOH), Peleburan Alkali, Selulosa.

1. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara kepulauan yang luas wilayah daratan hampir sama dengan luas wilayah perairan. Indonesia diperkirakan memiliki sekitar 0,25% luas daratan di Indonesia yang sebagian perairannya telah tercemar oleh limbah dan tanaman yang menyebabkan pendangalan yaitu tanaman eceng gondok (Utomo, 2018). Eceng gondok merupakan jenis gulma yang dapat tumbuh hingga 1,9% per hari pada ketinggian 0,3 - 0,5 m (Atidhira dkk., 2017), tanaman ini mudah beradaptasi sehingga dapat tumbuh menyebar dengan mudah dan mencemari lingkungan disekitarnya. Tempat yang ideal untuk menumbuhkan eceng gondok adalah di perairan yang dangkal dan keruh dengan suhu 28 - 30°C dan tingkat pH 4-12. Jadi tanaman ini tumbuh dan hidup di daerah tropis dan subtropis (Atidhira dkk., 2017).

Eceng gondok (Eichornia crassipes) tumbuh hingga ketinggian 520 m di tepi perairan, sehingga mengurangi volume air dan membuat sungai menjadi pendangkalan karena sifat tanaman ini yang banyak menyerap air. Air yang ditumbuhi eceng gondok (Eichornia crassipes) tidak dapat dimanfaatkan secara optimal oleh manusia. Karena dapat menyebabkan peningkatan penguapan dan kehilangan air melalui daun tanaman karena daun yang lebar dan pertumbuhan yang sangat cepat (Arham, 2013). Menurunnya jumlah cahaya yang masuk kedalam perairan sehingga menyebabkan penurunan tingkat kelarutan oksigen dalam air. Tanaman Eceng gondok memiliki kandungan selulosa, lignin, dan hemiselulosa yang tinggi pada tangkai daunnya yaitu sebesar 66,6% yang dapat dikonversi menjadi asam oksalat. Selulosa dapat dimanfaatkan Selulosa murni dapat digunakan secara luas di bidang industry (Dewati, 2010)

Salah satu penggunaannya adalah sebagai bahan baku, harganya yang tidak mahal dan juga teknik pemakaiannya yang telah berkembang.selulosa dapat direaksikan dengan senyawa alkali kuat sehingga menghasilkan asam oksalat, asam formiat, dan asam asetat, proses ini disebut dengan hidrolisis atau peleburan (Mastuti, 2005).. Asam Oksalat yang dihasilkan akan mengalami reaksi oksidasi lanjut untuk menghasilkan gas karbon dioksida (CO_2), gas nitrogen monoksida (NO) dan air. Reaksi diatas diharapkan terjadi seminimal mungkin (Retnawati dkk., 2017), karena asam oksalat yang dihasilkan akan semakin kecil. Asam oksalat mudah teroksidasi total dan dapat dengan mudah terurai menjadi CO_2 dan asam formiat.

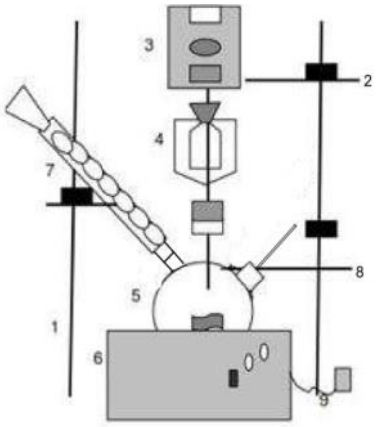
Secara alami asam oksalat terdapat dalam tumbuhan dan dapat dibuat dengan ekstraksi alkali dari limbah-limbah tertentu.Kebutuhan asam oksalat di Indonesia setiap tahun selalu meningkat (Wulandari dkk., 2021). Saat ini Indonesia masih mengimpor kebutuhan asam oksalat untuk memenuhi kebutuhan dalam negeri sehingga perlu dilakukan alternatif lain untuk menghasilkan asam oksalat melalui sintesis dari limbah yang mengandung selulosa. Asam oksalat juga digunakan dalam industri minyak dan gas serta pabrik gula Asam oksalat juga digunakan dalam bubuk pembersih sebagai agen penghilang karat Asam oksalat juga dapat membantu menghasilkan kontrol pH yang baik(Ambarita dkk., 2015).

Beberapa tahap yang dilakukan dalam peleburan alkali yaitu proses hidrolisis selulosa dengan menggunakan pelarut basa kuat (Natrium Hidroksida), kemudian dilakukan pengendapan dengan calcium clorida dan penyaringan, selanjutkan diasamkan denagn asam sulfat encer dan dilakukan kembali penyaringan lalu dilakukan pemanasan hingga pendinginan secara tiba tiba dengan mengunakan bantuan es batu. Lalu dilakukan karakterisasi dengan FTIR (Nurfadila, 2017). Fourier Transform Infra Red (FTIR) Merupakan salah satu instrument yang menggunakan prinsip spektroskop. Instrumen ini memberi informasi dalam hal kimia, seperti struktur dan konformasional pada polimer dan polipaduan, perubahan induksi tekanan dan reaksi kimia (Silviyah dkk., 2019). Pada penelitian ini menghasilkan kondisi optimum pada suhu 80oC dengan waktu 70 menit pada kosentrasi 4,5N. Penelitian terdahulu telah dilakukan oleh Iriany,dkk.(2015) dengan melakukan Pembuatan asam oksalat dari alang-alang dengan metode peleburan alkali dimana Variabel tetap: Volume pelarut, Berat Sampel, suhu dan Variabel Bergerak: waktu peleburan, konsentrasi menghasilkan Asam oksalat sebesar 44,39% dengan kondisi optimum Suhu peleburan 98^{o}C selama 60 menit pada konsentrasi pelarut 4N.

2. METODE

A. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian inii yaitu; Limbah batang eceng gondok (Eichornia crassipes), asam sulfat (H_2SO_4), Aquadest (H_2O), etanol (C_2H_5OH) 96%.. Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu; alat-alat gelas dan serangkaian alat refluks,



Gambar 1 Alat Refluks

B. Prosedur Kerja;

a) Proses Peleburan Alkali

Metode peleburan alkali yaitu batang eceng gondok dibersihkan dam dikeringkan kemudian dihaluskan. Serbuk batang eceng gondok ini ditimbang sesuai sebanyak 10 gram dan dimasukkan kedalam labu leher tiga dan ditambahkan larutan Natrium Hidroksida (NaOH) sebanyak 150 mL dengan konsentrasi optimum 4,5N kemudian dipanaskan dengan waktu sesuai dengan variabel yang dijalankan (60,70,80,90) menit pada suhu sesuai dengan variabel bergerak (80,140) ^{o}C. Selanjutnya didinginkan selama beberapa menit, disaring dan endapan yang terbentuk dicuci dengan aquadest panas, kemudian filtrat hasil penyaringan dan filtrat hasil pencucian dicampurkan sampai 160 mL sebagai larutan induk sampel.

b) Pembuatan Asam Oksalat

Pembuatan Asam Oksalat yaitu larutan induk sampel dipipet 10 mL kemudian ditambahkan dengan larutan $CaCl_2$ 10% sehingga terbentuk endapan kalsium oksalat. Endapan kalsium oksalat yang terbentuk ditambahkan dengan H_2SO_4 4N sebanyak 40 ml dan didiamkan selama 24 jam hingga terbentuk endapan kalsium sulfat. Kemudian endapan disaring dan dicuci dengan 30 mL etanol 96%. Filtrat dipanaskan pada temperatur 70 ^{o}C selama ±1 jam. Fitrat didiamkan selama 24 jam ke dalam wadah yang berisi es batu hingga terbentuk endapan asam oksalat. Kemudian endapan disaring dan dikeringkan pada udara terbuka lalu ditimbang dan dihitung *yield* asam oksalat

$$\text{Yield } (\%) = \frac{\text{Berat Hasil}}{\text{Berat Sampel}} \times 100\% \qquad (1)$$

C. Analisa Asam Oksalat Batang Eceng Gondok

Analisis asam oksalat yang dihasilkan dari batang eceng gondok yaitu:

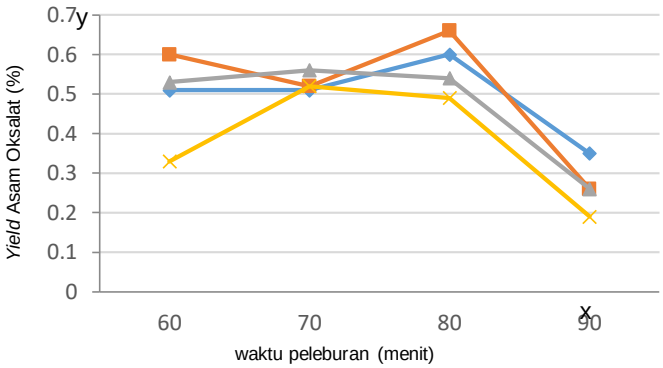
1. Analisa FTIR (*Fourier Transform Infrared)*
2. Titrasi Asam basa dengan analisis metode standar yaitu dengan melarutkan 0,1 gram asam oksalat dengan aquadest sebanyak 100 mL. Kemudian sebanyak 10 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer 25 mL ditambahkan 3 tetes indikator fenolftaelin dan dititrasi dengan NaOH 0,1 N sampai larutan timbul warna merah muda dan pengujian titik leleh dengan menggunakan melting point

3. Penentuan titik leleh

3. PEMBAHASAN

A. Hasil Penelitian

Pengaruh suhu peleburan dan waktu peleburan terhadap berat dan *yield* asam oksalat yang dihasilkan (**Gambar 2**)



Gambar 2 Hubungan Suhu dan Waktu Peleburan terhadap Berat dan Yield Asam Oksalat

Berdasarkan tabel hasil penelitian dan grafik maka dapat diketahui berat maksimum dan *Yield* maksimum asam oksalat yang diperoleh sebesar 0,6665 gr (*Yield* 6,66%) pada konsentrasi 4,5 N dan waktu peleburan 70 menit.

B. Analisa FTIR (Fourier Transform infrared)

Dibawah ini merupakan tabel karakteristik FTIR dari asam oksalat standar dan hasil sintesis asam oksalat dari batang eceng gondok

Sumber asam oksalat	Hasil Serapan (cm^{-1})			
	O-H	C=O	C-O	C-C
Standar	3304,17	1612,54	1180,47	1010,73
Batang Eceng Gondok	3406,40	1685,84/1622,19	1114,89	1114,89

Gambar 3 Katakteristik FTIR Dari Asam Oksalat Standard dan Hasil Sintesis Batang Eceng Gondok

C. Pembahasan

Penelitian ini menggunakan limbah batang eceng gondok (*Eichornia Crassipes)* sebagai bahan dasar dalam pembuatan asam oksalat dengan metode peleburan alkali. Kemudian asam oksalat yang diperoleh, ditentukan jumlahnya (kuantitatif). Selain itu dilakukan pengujian *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), pengujian titrasi asam basa dan pengujian titik leleh asam oksalat yang dihasilkan.

Asam oksalat dapat dihasilkan dari bahan atau limbah yang memiliki kandungan selulosa yang tinggi dengan metode peleburan alkali. Pemanfaatan bahan ini guna membantu dalam penurunan senyawa beracun yang dibuang ke lingkungan dan dapat memenuhi jumlah

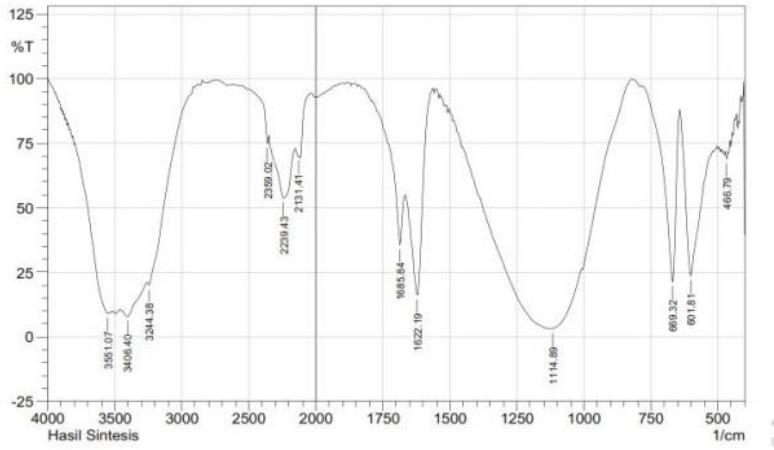
asam oksalat yang diimpor ke suatu negara.Salah satu bahan yang memiliki kandungan selulosa tinggi adalah limbah batang eceng gondok, dimana kandungan selulosa tertinggi terdapat di batang daun eceng gondok yaitu sebesar 60%. Dimana, batang eceng gondok ini hanya menjadi limbah di sungai-sungai dan dapat mencemari lingkungan sekitar. Asam oksalat memiliki *melting* point 101,5^{o}C (Cinantya,2015). Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk memanfaatkan limbah batang eceng gondok dan upaya mengurangi impor asam oksalat ke suatu Negara dan untuk mengetahui kondisi optimum untuk membuat asam oksalat

Penelitian ini dilakukan dengan memvariasikan suhu peleburan dan waktu peleburan yaitu (60, 70, 80, dan 90 menit) dan suhu peleburan (80 dan 140^{o}C) yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu peleburan, dan suhu peleburan terhadap *yield* asam oksalat yang dihasilkan. Kemudian hasil dari asam oksalat dilakukan pengujian FTIR, titrasi asam basa dan pengujian titik leleh. Proses peleburan dilakukan dengan menimbang 10 gram serbuk eceng gondok dan dilarutkan dengan larutan alkali kuat yang berfungsi sebagai pelarut dan memecah lignoselulosa kemudian dipanaskan dengan suhu sesuai dengan variable yang dijalankan (80 dan 140^{o}C) dan menghasilkan warna larutan induk hijau keruh (natrium asetat dan natrium formiat)

Variasi suhu ini awalnya divariasikan dengan tujuan untuk melihat kondisi optimum suhu peleburan. Namun, setelah dilakukan beberapa percobaan pada suhu tinggi yaitu 140 ^{o}C, larutan sampel meluap hingga ke kondensor namun belum mencapai suhu dan waktu peleburan yang diinginkan sehingga hasil larutan sampel yang diinginkan tidak sesuai. Berdasarkan penelitian pembuatan asam oksalat dengan sekam padi yang telah dilakukan oleh (Mastuti, 2005), suhu peleburan dilakukan pada kisaran 80 ^{o}C hingga 110 ^{o}C. Menurut (Nurul dkk., 2017), suhu berpengaruh ada kecepatan reaksi. Apabila suhu tinggi konstanta kecepatan reaksi akan semakin besar sehingga reaksi akan semakin besar pula tetapi suhu yang terlalu tinggi akan mengurai asam oksalat sehingga mengurangi hasil asam oksalat.

Produk samping dalam reaksi peleburan diatas dapat dihilangkan dengan tahap pengendapan dengan $CaCl_2$ dan penyaringan. Adanya pengendapan ini berfungsi agar natrium oksalat dapat dipisahkan dengan produk sampingnya sehingga akan membentuk kalsium oksalat $(COO)_2Ca$ dan larutan Natrium Clorida (NaCl) berdasarkan reaksi berikut:

Endapan kalsium oksalat dan larutan natrium klorida ini kemudian dipisahkan dengan tahap penyaringan sehingga hanya akan terbentuk kalsium oksalat. Setelah kalsium oksalat terbentuk, dilakukan tahap pengasaman dengan menggunakan asam sulfat dan menghasilkan asam oksalat dan endapan kalsium sulfat. Asam Oksalat ini dapat terbentuk karena larutan asam oksalat diberi perlakuan sehingga larutan asam oksalat dalam keadaan lewat jenuh *(supersaturated)*. Hal ini terjadi karena pelarut sudah tidak lagi mampu melarutkan zat terlarut di dalamnya. Maka dari itu, untuk mengurangi jumlah pelarut dapat dilakukan penguapan dan pendinginan. Berdasarkan data dan hasil penelitian maka dapat disimpulkan bahwa konsentrasi dan waktu peleburan optimum pada penelitian ini adalah pada konsentrasi 4,5 N dan waktu peleburan 70 menit dengan berat atau *yield* sebesar 0,6665 gr (6,65%). Hal ini dapat diketahui dengan melihat konsentrasi pelarut (NaOH) dan waktu peleburan yang menghasilkan produksi asam oksalat dan *yield* yang maksimum. asam oksalat yang telah mencapai kondisi optimum akan terurai menjadi CO_2 dan H_2O. Adapun hasil FTIR dari asam oksalat standar dan asam oksalat sintesis dari batang eceng gondok dapat dilihat pada **Gambar 4**



Gambar 4 Hasil serapan inframerah (IR) asam oksalat hasil sintesis dari batang eceng gondok

D. Pengujian titrasi asam basa

Analisa kuantitatif pada penelitian ini dimaksudkan untuk mengetahui konsentrasi asam oksalat yang terbentuk. Setelah ditambahkan indikator PP, larutan kemudian dititar dengan NaOH 0,1004 N (telah distandarisasi). Titrasi dilakukan sebanyak 3 kali (triplo) sehingga diperoleh volume titran berturut-turut 2.1 ml, 1.9 ml, dan 2,3 ml. Nilai yang diperoleh tersebut dapat diketahui bahwa konsentrasi asam oksalat pada penelitian ini adalah 0,2 N.

E. Pengujian Titik Leleh

Titik leleh suatu temperatur dimana suatu zar berubah wujud menjadi zat cair pada tekanan satu atmosfer. Pengujian ini merupakan analisis kuantitatif yang sangat sederhana yang dilakukan untuk mengidentifikasi zat kimia yang terbentuk sehingga memberi informasi mengenai sifat fisika dan kemurnian suatu bahan kimia. Titik leleh asam oksalat dari hasil sintesis batang eceng gondok pada penelitian ini adalah sebesar 102,3 ^{0}C dan asam oksalat standar memiliki titik leleh sebesar 101,7 ^{0}C. perbedaan titik leleh ini disebabkan masih adanya zat pengotor dalam asam oksalat yang disintesis dengan batang eceng gondok.

4. KESIMPULAN

Suhu peleburan dan waktu peleburan yang optimum berpengaruh terhadap berat atau yield asam oksalat yan dihasilkan. Semakin tinggi suhu peleburan, dan waktu peleburan maka semakin banyak berat asam oksalat yang dihasilkan. Namun apabila terlalu tinggi akan menyebabkan asam oksalat terurai kembali menjadi CO2 dan H2O. Konsentrasi dan waktu peleburan yang optimum pada penelitian ini adalah pada konsentrasi 4,5 N dengan waktu peleburan 70 menit dan suhu 80oC dengan berat atau yield asam oksalat sebesar 0,6665 gr (6,65%).

Karakteristik asam oksalat yang diperoleh pada kondisi optimum dari hasil sintesis dari batang eceng gondok dengan metode peleburan alkali yaitu memiliki titik leleh sebesar 102,3 0C dan asam oksalat standar memiliki titik leleh sebesar 101,7 0C dan hasil sintesis asam oksalat memiliki bilangan gelombang gugus O-H sebesar 3406,40 cm-1, gugus C=O sebesar 1685,84/1622,19 cm-1, gugus C-O sebesar 1114,89 cm-1 dan gugus C-C sebesar 1114,89 cm-1.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Allah SWT, Kedua Orang tua dan Keluarga serta kepada pihak-pihak yang membantu pelaksanaan penelitian

6. DAFTAR PUSTAKA

Atidhira, Y., & Noviansyah, A. (2017). Pengembangan Metode Pretreatment Melalui Proses Fisik dan Kimia Untuk Optimasi Produksi Biogas dari Eceng Gondok (Eichhornia crassipes) Sebagai Alternatif Energi Listrik - Biogas. In Skripsi (Vol. 6, Nomor 2). Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

I. Arham, "Pengendalian eceng gondok pada berbagai tingkat salinitas media tumbuh," Universitas Hasanuddin, 2013.

Y. P. Ambarita, I. P. H. M, dan S. Maulina, "Pembuatan Asam Oksalat dari Pelepah Kelapa Sawit (Elaeis guineensis) Melalui reaksi oksidasi Asam Nitrat," J. Tek. Kim. USU, vol. 4, no. 4, hal. 46–50, 2015.

R. Putera, "Ekstraksi Serat Selulosa Dari Tanaman Eceng Gondok (Eichornia Crassipes) Dengan Variasi Pelarut," Universitas Indonesia, 2012.

Dakshene, M., Rani, A., & Sharma, P. D. (2013). International Journal of Chemical Studies Removal and Kinetics of Oxalic Acid Adsorption from Aqueous Waste over Alkali Activated Power Plant Fly Ash. 1(4), 114–120.

R. Dewati, "Kinetika Reaksi Pembuatan Asam Oksalat dari Sabut Siwalan dengan Oksidator H2O2," J. Penelit. Ilmu Tek., vol. 10, no. 1, hal. 29–37, 2010.

E. Mastuti, "Pembuatan Asam Oksalat dari Sekam Padi," J. Ekuilibrium, vol. 4, no. No 1, hal. 13–17, 2005, doi: Surakarta.

A. Nurfadila, "Pembuatan Asam Oksalat dari Limbah Batang Pisang Kepok (Musa Paradisiacal L) Dengan Metode Peleburan Alkali," Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar, 2017.

Nurul, N., Chadijah, S., & Ramadani, K. (2017). Waktu Dan Suhu Optimum Dalam Produksi Asam Oksalat (H2C2O4) Dari Limbah HVS Dengan Metode Peleburan Alkali. Al-Kimia, 5(1), 39–47. https://doi.org/10.24252/al-kimia.v5i1.2847

Iriany, A. . Sitanggang, dan D. Pohan, R, "Pembuatan Asam Oksalat dari Alang alang (Imperata Cylindrica) dengan metode peleburan alkali," J. Tek. Kim. USU, vol. 4, no. 1, hal. 16–19, 2015, doi: 10.32734/jtk.v4i1.1454.

S. Silviyah, C. S, dan Masruroh, "Penggunaan Metode FT-IR untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada proses pembaluran penderita mioma," Pharm. Res., no. 0274, hal. 1–9, 2019.

Utomo, W. (2018). Pola-Pola Pemanfaatan Bengok (Eceng Gondok) Di Sekitar Danau Rawa Pening Dalam Perspektif Pembangunan Berkelanjutan . Jurnal Cakrawala, ISSN 1693, 191–216.

P. Cinantya, "Ekstraksi Asam Oksalat dari Tongkol Jagung dengan Pelarut HNO3," Universitas Negeri Semarang, Semarang, 2015.