

OPTIMASI PEREAKSI NATRIUM HIDROKSIDA DAN ASAM NITRAT PADA ISOLASI ASAM OKSALAT DARI ALANG-ALANG

Euis Yuliani¹, Dede Darsini¹, Dedi Kurnia², Mira Aprilani²

¹ Program Studi S-1 Kimia, Sekolah Tinggi Analis Bakti Asih, Jalan Padasuka Atas No. 233 Bandung 40192, Indonesia

² Program Studi D-III Analis Kesehatan, Sekolah Tinggi Analis Bakti Asih, Jalan Padasuka Atas No. 233 Bandung, Indonesia

Email : yuliani.euis@gmail.com

ABSTRAK

Alang-alang merupakan suatu tanaman liar yang memiliki nilai ekonomi rendah, namun mengandung kadar selulosa yang tinggi. Oleh karena itu alang-alang berpotensi untuk dijadikan bahan baku pembuatan asam oksalat. Asam oksalat merupakan asam dikarboksilat dengan rumus molekul $C_2H_2O_4$ yang memiliki fungsi dalam laboratorium sebagai larutan standar primer untuk standarisasi NaOH dan membersihkan lumut pada lantai. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan optimasi pereaksi. Hasil penelitian menunjukkan asam oksalat bisa dibuat dari batang dan daun alang-alang dengan melalui reaksi oksidasi asam nitrat dan metode peleburan alkali dengan volume pereaksi divariasikan 50 dan 100 mL yang ditunjang oleh identifikasi menggunakan makroskopis, titik leleh dan spektrofotometri UV. Hasil yang paling optimum pereaksi NaOH 4N 100 mL yaitu menghasilkan kadar 27,00 %, dari kontrol gula pasir, 27,50 % dari sampel batang alang-alang dan 27, 32 % dari sampel daun alang-alang.

Kata Kunci : Alang-alang, Asam Nitrat, Natrium Hidroksida, Asam Oksalat

ABSTRACT

Imperata grassland is one of the wild plant which have a low economic value but containing high cellulose. Therefore it is potentially to be used as raw material for oxalic acid manufacturing. Oxalic acid is a dicarboxylic acid with a molecular formula $H_2C_2O_4$ molecule which has a function in the laboratory as a primary standard solution for NaOH standardization and cleanin moss on the floor. The results showed that oxalic acid can be made from stems and leaves of Alang-alang by oxidation reaction of nitric acid and alkaline smelting method with reagent volume varied 50 and 100 mL supported by idntifikasi using macroscopic, melting point and UV spectrophotometry. The optimum result of NaOH 4N 100 mL was yield 27,00% content, from sugar sample, 27,5% from Alang-alang and 27,32% from Alang-alang leaf sample.

Keywords: Imperata, Nitric Acid, Sodium Hydroxide, Oxalic Acid.

1. Pendahuluan

Alang-alang bernama latin *Imperata cylindrica* merupakan salah satu gulma penting yang perlu dikendalikannya oleh para petani. Gulma ini sangat merugikan karena selain menimbulkan persaingan dengan tanaman dalam memperoleh unsur hara dan air, Alang-alang juga mengeluarkan zat Alelopati atau zat racun dan bisa bertunas melalui rhizoma serta berkembang melalui bijinya. Hal ini membuat

perkembangannya sangat cepat dan sangat merugikan bagi dunia pertanian (Categories. 2012)

Penelitian yang telah dilakukan oleh Istikowati, dkk (2012) menunjukkan di dalam Alang-alang terkandung Ekstraktif, Lignin, Hemoselulosa, Alfa Selulosa dan Pentosa / Hemiselulosa

Selulosa merupakan polimer glukosa dengan ikatan β -1,4 glukosida dalam rantai yang lurus. Selulosa mempunyai rumus molekul $(C_6H_{10}O_5)_n$, dengan n sebagai derajat polimerisasi. Selulosa bila direaksikan

dengan alkali kuat akan menghasilkan asam oksalat, asam asetat dan asam formiat.

Pada penelitian Iryani dkk (2015) “ Pembuatan Asam Oksalat Dari Alang-Alang (*Imperata cylindrica*) dengan Metoda Peleburan Alkali “ dari 25 gram Alang-alang dengan perbedaan waktu destruksi kadar asam oksalat yang didapat dengan hasil tertinggi 44,39%.

Asam oksalat dapat digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan zat pewarna, keperluan analisa laboratorium, industri lilin .Selain itu dalam rumah tangga yaitu sebagai pemutih logam dan pemutih bahan tekstil. Asam oksalat merupakan turunan. dari asam karboksilat yang mengandung 2 gugus karboksil yang terletak pada ujung-ujung rantai karbon yang lurus yang mempunyai rumus molekul $C_2H_2O_4$ dan bersifat tidak berbau, higroskopik, berwarwa putih sampai tidak berwarna dan mempunyai berat molekul 90 gram/mol (Merck Indeks,2013).

2. Metode Penelitian

Sampel penelitian

Sampel alang-alang yang digunakan pada penelitian ini adalah bagian batang dan daun alang-alang dari Puncak Caringin Tilu Kecamatan Cimenyan, Bandung. Control yang digunakan adalah gula pasir.

Preparasi Sampel

Daun dan batang Alang-alang yang telah diambil dan dikumpulkan dipotong-potong ± 1 cm, dikumpulkan pada satu wadah, ditimbang .

Isolasi Asam Oksalat Melalui Oksidasi HNO_3

Ditimbang 5 gram gula pasir (control), sampel daun dan batang Alang-alang, dimasukkan kedalam masing-masing erlenmeyer, didestruksi dengan 50 mL HNO_3 pekat sampai timbul uap coklat, reaksi dilanjutkan tanpa pemanasan selama 15 menit, dituangkan hasil reaksi kedalam gelas kimia 100 mL, dan bilas dengan 10 mL aquadest, ditambahkan 10 mL HNO_3 pekat, diuapkan dengan waterbath ($70^\circ C$) sampai volume tersisa 20 mL, ditambahkan 20 mL aquadest dan diuapkan lagi sampai volume tersisa 20 mL, didinginkan didalam air Es sambil diaduk sampai terbentuk kristal, disaring kristal yang terbentuk dan di rekristalisasi dengan air panas lalu dinginkan, disaring,kemudian dikeringkan untuk dilakukan analisis lebih lanjut. (Yuliani, 2012)

$$\text{Hasil} = \frac{\text{Massa kristal asam oksalat}}{\text{Massa awal}} \times 100 \%$$

Isolasi Asam Oksalat Dengan Peleburan Alkali

Ditimbang 5 gram gula pasir (control), sampel daun dan batang Alang-alang, dimasukkan kedalam masing-masing erlenmeyer tutup asah, ditambahkan 50 mL dan 100 mL NaOH, dipasang alat refluks sederhana

dan dipanaskan sampai sampel larut, d idinginkan disaring dan dibilas sampai filtrat 400 mL sebagai larutan induk, dipipet 25 mL dimasukan kedalam erlenmeyer, ditetesi $CaCl_2$ 50 % sampai terbentuk endapan, disaring dan endapan dilarutkan dengan 100 mL H_2SO_4 4N, disaring dan uapkan dengan waterbth ($70^\circ C$) sampai terbentuk kristal oksalat, didiamkan selama 24 jam sampai kristal oksalat terbentuk sempurna, disaring dan kristal dikeringkan selanjutnya ditimbang. (Iryani dkk 2015).

$$\text{Hasil} = \frac{\text{Massa kristal asam oksalat}}{\text{Massa awal}} \times 100 \%$$

Pembuatan Larutan Baku Asam Oksalat murni 100 ppm.

Ditimbang 0,1 g asam oksalat, dimasukan ke dalam labu ukur 100 ml secara kuantitatif, dilarutkan dengan akuadest sampai tanda batas dan homogenkan. Dilakukan pengenceran 25, 20, 16, 13, 10, 7, 5 dan 3 ppm. Deteksi absorbansi larutan standar pada rentang panjang gelombang 190-380 nm dengan menggunakan instrument spektrofotometer UV. Dibuat kurva standar yang menghubungkan absorbansi dengan konsentrasi dari masing-masing larutan standar (AOAC, 2000).

3. Hasil dan Pembahasan

Tabel.1 Data Kadar Asam Oksalat

Pereaksi dan Pengulangan		Rendemen (%)		
		Gula Pasir	Batang Alang-alang	Daun Alang-alang
A	1	26,03	26,27	26,06
	2	25,17	26,32	25,98
	3	25,16	25,73	26,01
	4	25,09	25,62	25,65
Rata-rata		25,09	25,99	25,93
B	1	26,09	26,91	27,1
	2	26,23	27,12	26,93
	3	26,44	27,31	26,79
	4	26,01	27,07	26,85
Rata-rata		26,19	27,35	26,92
C	1	26,75	27,64	27,47
	2	26,71	27,39	27,3
	3	26,79	27,67	27,3
	4	27,73	27,3	27,22
Rata-rata		27,00	27,50	27,32

Ket : A = Pereaksi HNO_3 pekat

B = Pereaksi NaOH 4N 50 mL
C = Pereaksi NaOH 4N 100 mL

$$\text{Hasil} = \frac{\text{Massa kristal asam oksalat}}{\text{Massa awal}} \times 100 \%$$

Data Titik Leleh Kontrol 101°C

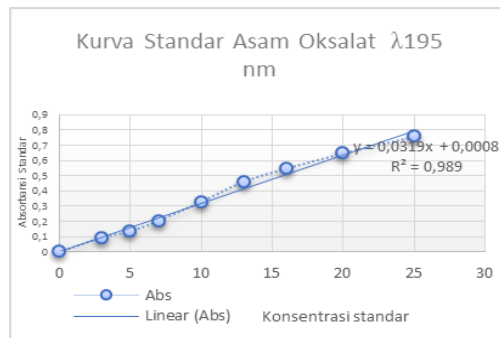
Tabel.2 Data Penentuan Titik Leleh Sampel

Pereaksi dan pengulangan		Suhu (°C)		
		Gula Pasir	Batang Alang-alang	Daun Alang-alang
A	1	104	105	105
	2	104	104	105
	3	103	104	105
	4	104	105	104
Rata-rata		103.75	104.5	104.75
B	1	103	104	105
	2	103	103	104
	3	104	103	104
	4	104	104	104
Rata-rata		103.5	103.5	104.25
C	1	104	104	104
	2	104	103	105
	3	103	103	103
	4	103	103	105
Rata-rata		103.5	103.25	104.25

Ket : A = Pereaksi HNO₃ pekat
B = Pereaksi NaOH 4N 50 mL
C = Pereaksi NaOH 4N 100 mL

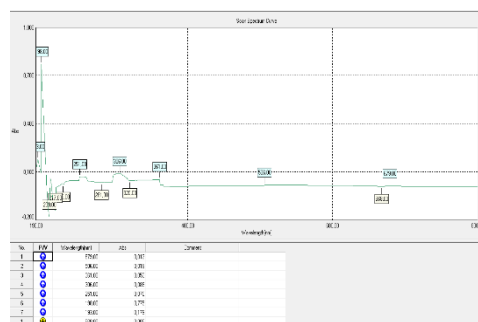
Tabel 3. Penentuan Kurva Standar

No.	Conc [ppm]	Absorbansi
1	3	0,091
2	5	0,136
3	7	0,203
4	10	0,328
5	13	0,459
6	16	0,546
7	20	0,645
8	25	0,755

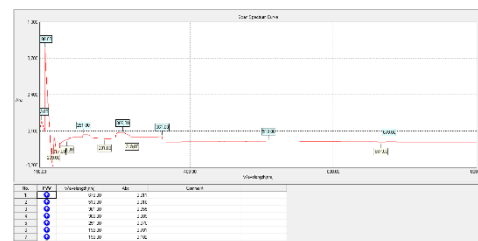


Gambar 2. Kurva standar asam oksalat pada panjang gelombang (λ) 195 nm

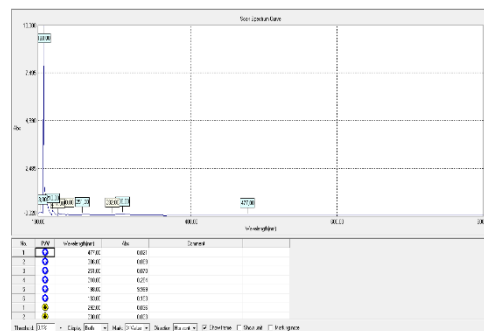
Data Penentuan Panjang Gelombang dari Larutan Sampel 10 ppm. Terdapat pada



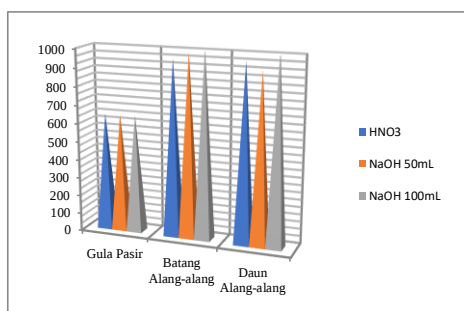
Gambar3. Panjang gelombang sampel Gula Pasir 1 ppm



Gambar 4. Panjang gelombang sampel Daun Alang-alang 1 ppm



Gambar 5. Panjang gelombang sampel Batang Alang-alang 1 ppm.



Gambar 6. Histogram Uji ANOVA

Pembahasan

Pada penelitian ini, asam oksalat disintesis dari gula pasir (kontrol), sampel batang dan daun Alang-alang, karena mengandung selulosa yang dapat diubah menjadi asam oksalat dengan menggunakan metode oksidasi dengan HNO₃ dan peleburan alkali menggunakan NaOH 4N.

Hasil uji fisik secara makroskopis dan mikroskopis menunjukan kristal yang didapat sama dengan kontrol (asam oksalat p.a). Hasil pengukuran dengan menggunakan spektrofotometri UV digunakan untuk menentukan hasil spektrum (kromatogram) dari sampel sama dengan standar (asam oksalat p.a) yaitu pada panjang gelombang 198 nm. Perbedaan panjang gelombang sampel dengan standar kemungkinan diakibatkan karena standar yang digunakan berupa garam oksalat. Hasil absorbansi yang didapat menunjukan kadar terbesar pada sampel batang alang-alang dengan pereaksi NaOH 4N 100 mL. Karena absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi (kadar), semakin besar absorbansi maka semakin besar konsentrasi (kadar) yang didapat.

Setelah dilakukan uji homogenitas dilakukan uji ANOVA yang bertujuan untuk mengetahui apakah perlakuan memberi pengaruh terhadap kadar asam oksalat dalam sampel. Dimana Sig < 0,05 ; perlakuan memberikan pengaruh terhadap kadar asam oksalat pada sampel, dan Sig > 0,05 ; perlakuan tidak memberikan pengaruh terhadap kadar asam oksalat pada sampel. Kadar sig. yang didapat dari sampel gula pasir 0,007 dan daun Alang-alang 0,038 jadi perlakuan memberi pengaruh terhadap kadar sedangkan kadar sig. dari sampel batang Alang-alang 0,429 sehingga perlakuan tidak memberi pengaruh terhadap kadar.

Dari hasil penelitian kadar asam oksalat paling banyak didapat dari sampel batang alang-alang dibandingkan dengan sampel daun alang-alang dan kontrol gula pasir karena didalam alang-alang tidak hanya terdapat selulosa tetapi mengandung banyak jenis karbohidrat yang lain yang dapat diubah menjadi asam oksalat. Dan pereaksi yang paling optimum yaitu NaOH 4N 100 mL dibandingkan dengan NaOH 4 N 50 mL dan

HNO₃ pekat karena dapat mengestrak asam oksalat lebih banyak dan lebih murni ditunjang dari hasil titik leleh yang paling mendekati control dan absorbansi yang paling besar.

4. Simpulan

Pereaksi optimum untuk isolasi asam karboksilat dari Batang dan Daun Alang-alang yaitu NaOH 4N 100 mL menghasilkan 27,00 %, dari sampel gula pasir, 27,50 % dari sampel batang Alang-alang dan 27,32 % dari sampel daun Alang-alang.

Daftar Pustaka

1. Association of Official Analytical Chemist (AOAC). (2000). Official Method 960.38 Benzoic Acid in Nonsoil Food and Beverages Spectrophotometric Method. USA : AOAC INTERNATIONAL.
2. Ambarita, Y.P., Mauliana, S. Dan Pandang H.M.I. (2015). Pembuatan Asam Oksalat Dari Pelelepah Kelapa Sawit (*Elaeis guineensis*) Melalui Reaksi Oksidasi Asam Oksalat. Sumatra Utara: Jurnal Teknik Kimia USU. Vol. 4. No. 4, Desember 2015.
3. Categories, P (2012). Manfaat Alang-alang Untuk Pengobatan dan Kesehatan . [Online]. Tersedia: <http://disehat.com/manfaat-akar-alang-alang-untuk-pengobatan-dan-kesehatan/> (12 Februari 2017).
4. Iryani, Pohan, D.A & Sitanggang, A.P (2015). Pembuatan Asam Oksalat Dari Alang-Alang (*Imperata CyLindrica*) dengan metoda peleburan Alkali. Sumatra Utara: Jurnal Teknik Kimia USU. Vol. 4. No. 1, Maret 2015.
5. Istikowati, W.T., Rahmadi, A. & Sutiya, B. (2012) " Kandungan Kimia Dan Sifat Alang-alang (*Imperata cylindrica*) Sebagai Gambaran Bahan Baku Pulp Dan Kertas. Kalimantan Selatan: BIOSCIENTIAE. Vol. 9. No. 1:8-19, Januari 2012.
6. Yuliani, E., (2012) . "Sintesis Asam Oksalat Dari Gula Pasir". Modul Pratikum Kimia Organik 2. Sekolah Tinggi Analisis Bakti Asih Bandung. Hal 25-28.