

IDENTIFIKASI ASAM OKSALAT DARI KELOBOT (KULIT JAGUNG)

Rika Kemuning Retnawati, Iis Sarliana, Novy Pralisa Putri

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Mulawarman

Jl. Sambaliung No.09 Kampus Gunung Kelua, Kota Samarinda, 75119

Email: rikakemuning@gmail.com sarlianaiis@gmail.com np.putri@ft.unmul.ac.id

INTISARI

Kulit jagung merupakan limbah padat yang memiliki kandungan selulosa tinggi. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh waktu terhadap *yield* asam oksalat dari kulit jagung dengan ekstraksi dengan menggunakan pelarut HNO₃ pada berbagai suhu dan mengetahui karakteristik asam oksalat yang dihasilkan. Penelitian ini dilakukan dalam tiga tahap. Tahap pertama adalah preparasi kulit jagung sehingga siap untuk digunakan. Tahap kedua adalah tahap pelaksanaan yang meliputi proses peleburan, dan kristalisasi. Analisis terhadap asam oksalat yang dihasilkan meliputi analisis kuantitatif berupa dengan metode permanagometri dan analisis kualitatif menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Dari hasil penelitian diperoleh *yield* maksimum asam oksalat waktu peleburan 70 menit sebesar 0,4086 gram.

Kata Kunci : Kulit Jagung, Ekstraksi, Asam Oksalat.

ABSTRAK

Corn skin is a solid waste that has high cellulose content. The purpose of this study was to determine the effect of time on the yield of oxalic acid from corn skin by extraction by using HNO₃ solvent at various temperatures and knowing the resulting oxalic acid characteristics. This study was conducted in three stages. The first stage is the preparation of corn husk so it is ready for use. The second stage is the implementation stage that includes the melting process, and crystallization. The analysis of oxalic acid produced includes quantitative analysis in the form of permanagometric method and qualitative analysis using Fourier Transform Infra Red (FTIR). From the research result obtained maximum yield of oxalic acid when 70 minute fusing 0,4086 gram.

Keywords: Corn Skin, Extraction, Oxalic Acid.

1. PENDAHULUAN

Asam oksalat adalah senyawa kimia yang memiliki rumus H₂C₂O₄ dengan nama sistematis asam etanadioat. Asam dikarboksilat paling sederhana ini biasa digambarkan dengan rumus HOOC-COOH. Asam oksalat merupakan asam organik yang relatif kuat, 10.000 kali lebih kuat dari pada asam asetat. Dianionnya, dikenal sebagai oksalat juga agen peredukor (Kirk, 2007). Asam oksalat digunakan sebagai bahan reagen di laboratorium, pada industri kulit dalam proses penyamakan digunakan sebagai asam pencuci untuk menghilangkan kotoran yang disebabkan oleh ion ferri dan pemutih, sebagai bahan pembersih radiator motor, *bleaching agent*, untuk industri lilin, industri tekstil, industri kimia lainnya digunakan untuk membuat seluloid, rayon, bahan warna, tinta, bahan kimia dalam fotografi, pemurnian gliserol, dibidang obat-

obatan dapat dipakai sebagai *hemostatik* dan anti septik luar.

Produk hidrolisa selulosa (glukosa) lebih mudah dioksidasi untuk menghasilkan asam oksalat dengan asam kuat. Hasil penelitian Puspita (2015) ekstraksi asam oksalat dari tongkol jagung dengan pelarut HNO₃ *yield* terbesar pada suhu 80 °C, waktu 90 menit, konsentrasi 60% sebesar 0,4575 gram. Beberapa penelitian mengenai pemungutan asam oksalat dari biomassa telah banyak dilakukan seperti Coniwanti, dkk (2008) telah melakukan penelitian mengenai pemanfaatan limbah sabut kelapa sebagai bahan baku pembuatan asam oksalat dengan reaksi oksidasi asam nitrat. Hasil yang didapat dari penelitian ini pada suhu 75 °C, waktu 60 menit, dengan ratio 1 : 6, konversi yang didapat sebesar 48,628%. Yenti R. (2011) telah melakukan penelitian mengenai kinetika proses

pembuatan asam oksalat dari ampas tebu. Hasil yang didapat dari penelitian dapat disimpulkan bahwa ampas tebu dapat diolah menjadi asam oksalat dengan melebur selulosa menggunakan NaOH. Dengan titik leleh pada suhu 106-108 °C konstanta kecepatan reaksi sebesar 0,0004 . Asip dkk, (2015) telah melakukan penelitian pengaruh konsentrasi NaOH dan waktu peleburan pada pembuatan asam oksalat dari ampas tebu. Hasil yang didapat dari penelitian ini untuk konsentrasi NaOH 3,5 N, waktu 60 menit asam oksalat yang dihasilkan sebesar 2,2892 dengan *yield* 17,93%. Menurut melwita (2014) tongkol jagung yang dihidrolisis selama 120 menit pada suhu 110 °C dengan pemakaian asam sulfat 50% dapat menghasilkan 49,845% asam oksalat.

Selain beras, indonesia juga mengkonsumsi jagung sebagai sumber karbohidrat. Beberapa daerah di Indonesia, seperti Madura dan Nusa Tenggara, bahkan menjadikan jagung sebagai makanan pokok mereka. Berdasarkan data dari Departemen Pertanian (2015), produksi jagung di Indonesia pada tahun 2014 sebesar 19.014 ton. Komposisi terbesar dari jagung, tentu saja adalah bijinya sebanyak 75,04%, diikuti dengan tongkol sebesar 14,4 % dan kulitnya sebesar 9,7% (Pusat Penelitian dan Pengembangan Peternakan, 2003). Pemanfaatan jagung tidak hanya terbatas pada bijinya saja, namun juga ke kulit dan tongkolnya. Tongkol jagung lebih banyak dimanfaatkan daripada kulit jagung atau kelobot. Tongkol jagung dapat digunakan untuk pakan ternak dan sumber energi alternatif. Sedangkan kelobot biasa digunakan untuk kerajinan, seperti dipaparkan oleh Ginting (2015).

Berdasarkan kandungan kimianya, kelobot memiliki selulosa hingga 42% dipaparkan oleh Huda (2008). Kandungan selulosa yang cukup tinggi pada kulit jagung dapat digunakan sebagai bahan terbarukan yang lebih bermanfaat misalnya diproses menjadi asam oksalat. Selulosa merupakan sebuah polisakarida yang tersusun dari polimer glukosa yang dihubungkan oleh ikatan glikoksida yang membentuk rantai lurus.

Menurut Fessenden (1984), selulosa merupakan senyawa polisakarida yang terdapat pada dinding sel tumbuhan. Disakarida akan dihasilkan dengan hidrolisa parsial dari selulosa dan pada hidrolisis yang sempurna akan dihasilkan D-glukosa. Produk hidrolisa selulosa (glukosa) lebih mudah dioksidasi untuk menghasilkan asam oksalat dengan asam kuat Puspita (2015).

Pada proses oksidasi dengan asam kuat seperti asam nitrat zat-zat pekat yang mengandung karohidrat, seperti gula, pati, dekstrin, dan selulosa diubah menjadi asam oksalat. Oksidasi karbohidrat dengan asam nitrat pekat menghasilkan asam oksalat dengan kemurnian yang cukup tinggi. Proses oksidasi dari selulosa yang terkandung didalam bahan buangan tersebut dengan asam nitrat akan menghasilkan asam oksalat, H₂O, dan gas NO. Sesuai dengan reaksi berikut ini :



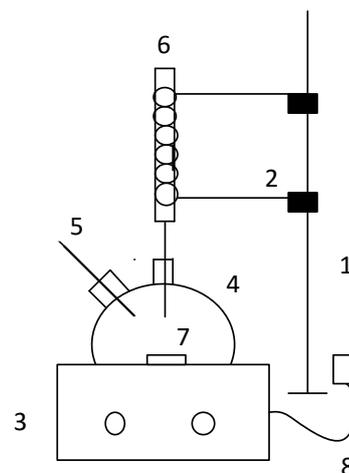
Asam oksalat yang dihasilkan akan mengalami reaksi oksidasi lanjut untuk menghasilkan gas CO₂, gas NO dan H₂O. Reaksi ini diharapkan dapat terjadi seminimal mungkin, karena asam oksalat yang dihasilkan akan semakin kecil.

Tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah mengetahui pengaruh waktu terhadap *yield* asam oksalat dari kulit jagung dengan proses ekstraksi menggunakan pelarut HNO₃ pada berbagai suhu dan mengetahui karakteristik asam oksalat yang dihasilkan.

2. METODOLOGI

Bahan yang digunakan adalah kulit jagung, *aquadest*, CaCl₂, asam sulfat 2M, asam nitrat, dan kalium permanganat.

Alat yang digunakan adalah seperangkat alat ekstraksi seperti pada Gambar 1:



Gambar 1. Rangkain Alat Ekstraksi

Keterangan gambar :

1. Statif
2. Klem
3. Hot plate
4. Labu dasar bulat
5. Termometer
6. Pendingin
7. Stirer
8. Arus listrik

Penelitian ini terdiri dari 3 tahap, yaitu persiapan kulit jagung, pelaksanaan dan analisa hasil. Langkah pertama yang dilakukan adalah kulit jagung dicuci menggunakan aquades untuk membersihkan kotoran yang masih menempel. Kemudian kulit jagung yang telah bersih tersebut dikeringkan dengan cara dijemur untuk menghilangkan kandungan airnya. Selanjutnya, kulit jagung yang telah kering tersebut dipotong-potong dan dihaluskan menggunakan blender hingga menjadi serabut. Serabut jagung diekstraksi menggunakan HNO₃ dengan konsentrasi tertentu untuk mendapatkan asam oksalat.

Proses ekstraksi dengan larutan HNO₃ terjadi didalam labu leher dua 250 ml yang dilengkapi dengan magnetic stirrer, kondensor balik, dan termometer. Mula-mula serabut jagung ditimbang sebanyak 5 gr dan dimasukkan kedalam labu leher dua 250 ml. Larutan HNO₃ dengan konsentrasi 50% sesuai variabel sebanyak 100 ml ditambahkan kedalam labu leher dua. Campuran tersebut diekstraksi pada suhu dan waktu tertentu sesuai dengan variabel. Hasil ekstraksi tersebut didinginkan dan disaring.

Filtrat hasil ekstraksi tersebut ditambahkan dengan larutan CaCl₂ jenuh dan didiamkan selama 12 jam. Lalu, campuran tersebut ditambahkan H₂SO₄ 2 M berlebih sampai terbentuk endapan. Endapan tersebut dicuci dengan air panas hingga bebas ion klor. Endapan yang terbentuk dipisahkan dari filtratnya. Filtrat yang diperoleh dikristalisasi untuk mendapatkan kristal asam oksalat. Analisa yang dilakukan yaitu analisa kuantitatif berupa yield dan gugus fungsi dan analisa kualitatif menggunakan FTIR (Fourier Transform Infra Red).

Analisis hasil asam oksalat dilakukan dengan metode titrasi permanganometri. Sebanyak 0,25 gr kristal asam oksalat dilarutkan dengan 30 ml aquadest. Larutan oksalat tersebut ditambahkan larutan H₂SO₄ 2 N sebanyak 3 ml.

Campuran tersebut dipanaskan hingga mencapai suhu 70 – 80 °C. Dalam keadaan panas, larutan berwarna bening dititrasi dengan KmnO₄ 0,1 N sampai larutan timbul warna merah muda yang tidak hilang selama 30 detik yang menandakan positif asam oksalat.

Perhitungan yield dilakukan untuk mengetahui perbandingan antara produk yang dihasilkan dengan bahan yang digunakan. Yield dapat dihitung dengan persamaan 2.

$$yield = \frac{massa\ produk\ (gr)}{massa\ bahan\ (gr)} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

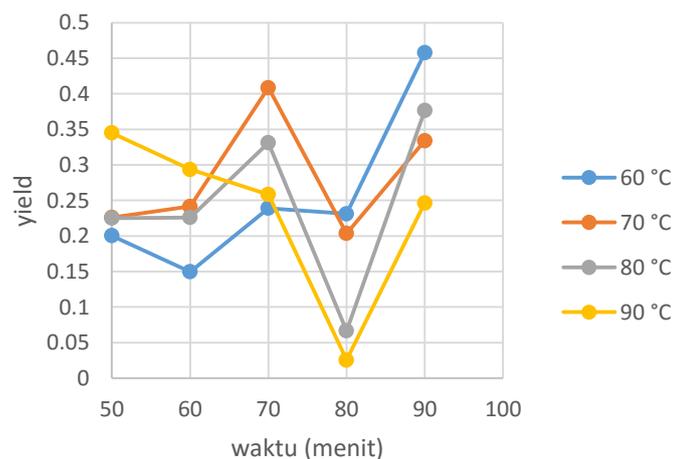
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka diperoleh data berupa yield asam oksalat pada berbagai suhu, waktu ekstraksi dan konsentrasi pelarut seperti pada Tabel 1 dan Gambar 2.

Tabel 1. Data Percobaan pada Konsentrasi 50%

Suhu (°C)	Yield pada waktu				
	50 menit	60 menit	70 menit	80 menit	90 menit
60	0,2003	0,1497	0,2391	0,2312	0,4578
70	0,2259	0,2415	0,4086	0,2035	0,3339
80	0,2252	0,2259	0,3312	0,0666	0,3764
90	0,3451	0,2935	0,2583	0,0255	0,2463

Dari Tabel 1.1 Data percobaan I konsentrasi HNO₃ 50% dapat dibuat dalam bentuk grafik seperti dibawah ini :



Gambar 2. Grafik Pengaruh Waktu Terhadap Yield Pada Konsentrasi 50% Dengan Berbagai Waktu.

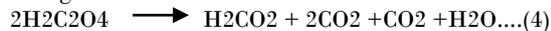
Gambar 2 menunjukkan pengaruh waktu pengadukan terhadap yield asam oksalat pada berbagai suhu. Yield asam

oksalat akan mencapai titik maksimum pada 70°C dengan waktu 70 menit. Pada waktu pengadukan 50 menit, 70 menit, 90 menit *yield* asam oksalat yang diperoleh besar pada suhu 90°C, 70°C, 60°C dikarenakan semakin tinggi waktu pengadukan maka *yield* yang dihasilkan akan semakin banyak. Namun menurut Coniwanti dkk, (2008). waktu reaksi yang terlalu lama juga mengakibatkan penurunan *yield* asam oksalat Hal ini terlihat semakin kecilnya *yield* asam oksalat yang diperoleh ketika waktu reaksi 80 menit. Penurunan asam oksalat kemungkinan disebabkan asam oksalat tersebut bereaksi dengan asam nitrat sisa reaksi sehingga membentuk gas CO₂, NO dan H₂O dipaparkan oleh Ambarita (2015). Reaksi oksidasi lanjut yang terjadi mengikuti persamaan berikut :



.....(3)

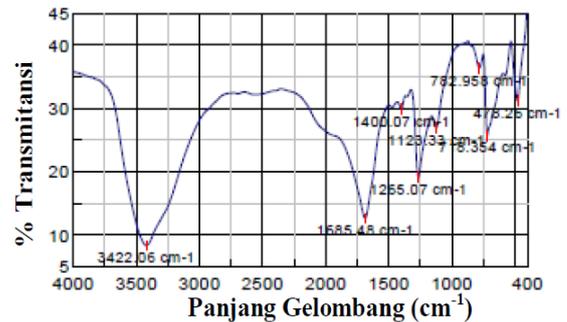
Pada penelitian ini, untuk masing-masing waktu peningkatan pada suhu 70°C dan 90°C kecuali pada waktu 70 menit dimana *yield* kembali menurun pada suhu 90 menit. Perolehan asam oksalat akan menurun apabila temperatur telah melebihi batas optimumnya. Apabila temperatur reaksi terlalu tinggi maka produk asam oksalat akan mengalami dekarboksilasi menurut Ambarita (2015). Persamaan reaksi sebagai berikut:



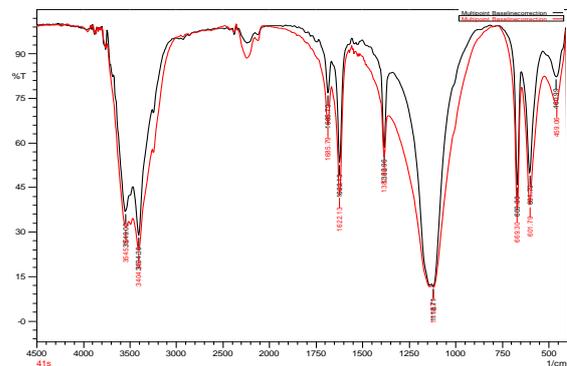
Hal ini terjadi pada temperatur 80°C dan 90°C, dimana *yield* asam oksalat yang diperoleh cenderung kecil pada waktu 80 menit. Penambahan waktu yang melebihi waktu reaksi optimum akan mengakibatkan penurunan *yield*.

Analisa FTIR (*fourier transform infra red*)

Berdasarkan Gambar 2, peningkatan yang maksimal terjadi pada suhu 70 °C sehingga dilakukan analisa *fourier transform infra red spectroscopy* untuk mengathui gugus fungsi suatu senyawa berdasarkan panjang gelombangnya dan membandingkannya dengan panjang gelombang yang dimiliki asam oksalat standar. Karakteristik FTIR asam oksalat standar dan hasil sintesis dapat dilihat pada gambar berikut.

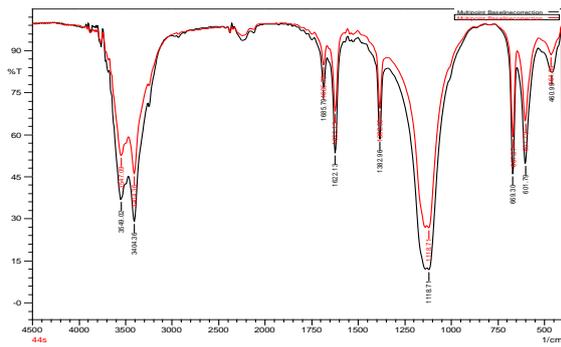


Gambar 3. Karakteristik FTIR Asam Oksalat Standar (Pandang,2016)



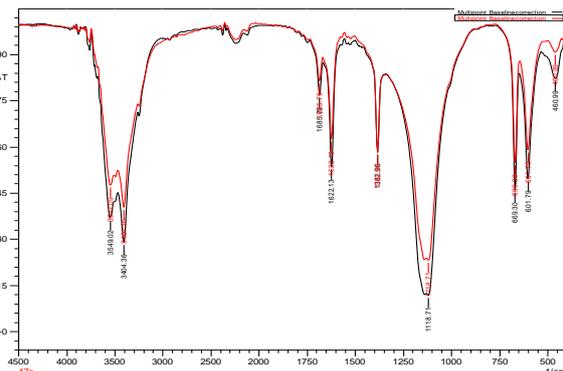
Gambar 4. Karakteristik FTIR pada waktu pengadukan selama 50 menit (hitam) dengan perbandingan waktu pengadukan 60 menit (merah).

Dari gambar 4 menunjukkan vibrasi regangan gugus hidroksil (O-H) asam oksalat standar 3200-3700 cm⁻¹. Gugus hidroksil dikarekterisasi pada serapan kuat dan tajam pada 3422,06 cm⁻¹. Sementara pada gambar 4 menunjukkan bahwa asam oksalat hasil sintesis dari kulit jagung memiliki vibrasi regangan gugus hidroksil pada bilangan gelombang 3404,36 cm⁻¹. Vibrasi regangan gugus C=C asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 1685,79 sedangkan untuk asam oksalat sintesis terdapat pada bilangan gelombang 1685,79. Vibrasi regangan gugus C-O asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 1123,33 sedangkan bilangan gelombang 1118,71. Vibrasi rgangan gugus C-H asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 718,35, sedangkan untuk asam oksalat sintesis terdapat pada bilangan gelombang 669,30.



Gambar 5. Karakteristik FTIR pada waktu pengadukan selama 50 menit (hitam) dengan perbandingan waktu pengadukan 70 menit (merah).

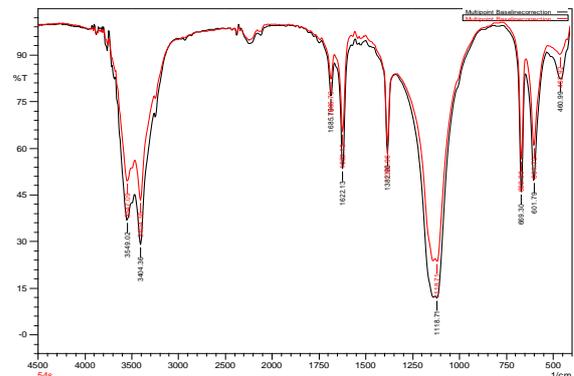
Dari gambar 5 menunjukkan vibrasi regangan gugus hidroksil (O-H) asam oksalat standar 3200-3700 cm^{-1} . Gugus hidroksil dikarakterisasi pada serapan kuat dan tajam pada 3422,06 cm^{-1} . Sementara pada gambar 5 menunjukkan bahwa asam oksalat hasil sintesis dari kulit jagung memiliki vibrasi regangan gugus hidroksil pada bilangan gelombang 3404,36 cm^{-1} . Vibrasi regangan gugus C=C asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 1685,48 sedangkan untuk asam oksalat sintesis terdapat pada bilangan gelombang 1685,79. Vibrasi regangan gugus C-O asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 1123,33 sedangkan bilangan gelombang 1118,71. Vibrasi regangan gugus C-H asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 718,35, sedangkan untuk asam oksalat sintesis terdapat pada bilangan gelombang 669,30.



Gambar 6. Karakteristik FTIR pada waktu pengadukan selama 50 menit (hitam) dengan perbandingan waktu pengadukan 80 menit (merah).

Dari gambar 6 menunjukkan vibrasi regangan gugus hidroksil (O-H) asam oksalat standar 3200-3700 cm^{-1} . Gugus hidroksil dikarakterisasi pada serapan kuat dan tajam pada 3422,06 cm^{-1} . Sementara pada gambar 6 menunjukkan bahwa asam oksalat hasil sintesis

dari kulit jagung memiliki vibrasi regangan gugus hidroksil pada bilangan gelombang 3404,36 cm^{-1} . Vibrasi regangan gugus C=C asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 1685,79 sedangkan untuk asam oksalat sintesis terdapat pada bilangan gelombang 1685,79. Vibrasi regangan gugus C-O asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 1123,33 sedangkan bilangan gelombang 1118,71. Vibrasi regangan gugus C-H asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 718,35, sedangkan untuk asam oksalat sintesis terdapat pada bilangan gelombang 669,30.



Gambar 7. Karakteristik FTIR pada waktu pengadukan selama 50 menit (hitam) dengan perbandingan waktu pengadukan 90 menit (merah).

Dari gambar 7 menunjukkan vibrasi regangan gugus hidroksil (O-H) asam oksalat standar 3200-3700 cm^{-1} . Gugus hidroksil dikarakterisasi pada serapan kuat dan tajam pada 3422,06 cm^{-1} . Sementara pada gambar 7 menunjukkan bahwa asam oksalat hasil sintesis dari kulit jagung memiliki vibrasi regangan gugus hidroksil pada bilangan gelombang 3404,36 cm^{-1} . Vibrasi regangan gugus C=C asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 1685,79 sedangkan untuk asam oksalat sintesis terdapat pada bilangan gelombang 1685,79. Vibrasi regangan gugus C-O asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 1123,33 sedangkan bilangan gelombang 1118,71. Vibrasi regangan gugus C-H asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 718,35, sedangkan untuk asam oksalat sintesis terdapat pada bilangan gelombang 669,30.

Dari vibrasi rentangan antara asam oksalat standar dengan asam oksalat hasil sintesis kulit jagung memiliki puncak yang tidak jauh berbeda. Hal ini membuktikan bahwa dalam penelitian ini, senyawa yang dihasilkan merupakan asam oksalat. Padang (2015) menyebutkan bahwa jika ada puncak lain selain

puncak spesifik dari asam oksalat maka asam oksalat tersebut tidak murni.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan analisis hasil penelitian yang telah dilakukan mengenai ekstraksi asam oksalat dari kulit jagung menggunakan pelarut HNO_3 , dapat disimpulkan sebagai berikut

1. *Yield* maksimum asam oksalat diperoleh pada waktu peleburan 70 menit sebesar 0,4086 gram
2. Asam oksalat yang dihasilkan belum murni.

5. SARAN

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh dapat disarankan sebagai bahwa:

1. Penelitian lebih lanjut mengenai asam oksalat dari kulit jagung menggunakan pelarut HNO_3 perlu dilakukan.
2. Variasi metode ekstraksi dapat digunakan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap *yield* asam oksalat yang diperoleh.

6. UCAPAN TERIMA KASIH

Pertama-tama penulis memanjatkan puji dan syukur kepada Allah SWT, karena berkat karunia-Nya penulis dapat menyusun dan menyelesaikan penelitian ini.

Terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Novi Pralisa Putri, S.T., M.Eng selaku pembimbing yang telah banyak memberikan masukan, saran ilmiah, dan bimbingan serta dorongan selama penulis menyelesaikan penelitian ini.

Terima kasih kepada orangtua tercinta yang telah memberikan dukungan, semangat serta do'a dan terima kasih teman-teman yang telah memberikan dukungan dan membantu dalam menyelesaikan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

Asip Faisol, (2015). Pengaruh Konsentrasi Naoh Dan Waktu Peleburan Pada Pembuatan Asam Oksalat Dari Ampas Tebu, Universitas Sriwijaya, Sumatera.

Yos Pauer, Pandang, Mauliana seri, (2015). Pembuatan Asam Oksalat Dari Pelepah Kelapa Sawit Melalui Reaksi Oksidasi Nitrat, Teknik Kimia, Universitas Sumatera Utara.

Cinantlya Puspita, (2015). Ekstraksi Asam Oksalat Dari Tongkol Jagung Dengan Pelarut HNO_3 . Jurusan teknik kimia. Universitas Negeri Semarang.

Coniwanti, Pamilia, Oktarisky, Rangga Wijaya, (2008). Pemanfaatan Limbah Sabut Kelapa Sebagai Bahan Baku Pembuatan Asam Oksalat dengan Reaksi Oksidasi Asam Nitrat. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik, Universitas Sriwijaya, Palembang.

Departement Pertanian. Outlook Komoditas Pertanian Tanaman Pangan Jagung, (2015). Pusat Data Sistem Informasi Dan Pertanian Kementerian Pertanian, Jakarta.

Ditjen POM, Parameter Standar Umum Ekstrak Tumbuhan Obat. Cetakan Pertama. Departemen Kesehatan RI. Jakarta 2000, Halaman. 10 – 12.

Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S., (1999). Kimia Organik, Edisi ke-3, Penerbit Erlangga, Jakarta

Ginting, Artatita, (2015). Pemanfaatan Limbah Kulit Jagung Untuk Produk Modular Dengan Teknik Pilin. Universitas Kristen Duta Wacana, Fakultas Arsitektur dan Desain. Yogyakarta

Huda, S.N. (2008). Composites from Chicken Feather and Cornhusk-Preparation and Characterization. University of Nebraska, Nebraska.

Kirk, R.E dan Orthmer D.F, (2007). Encyclopedia of Chemical Technology. 5th ed. New York.

Melwita, Elda, dan Effan Kurniadi, (2014) Pengaruh Waktu Hidrolisis dan Konsentrasi H_2SO_4 pada Pembuatan Asam Oksalat dari Tongkol Jagung. Universitas Sriwijaya, Fakultas Teknik, Jurusan Teknik Kimia, Palembang.

Pusat Penelitian Dan Pengembangan
Perternakan, (2003). Prospek
Pengembangan Tanaman Jagung
Sebagai Sumber Hijauan Pakan
Ternak. Balai Penelitian Ternak,
Bogor.