

PENGARUH ASAM OKSALAT DARI SEKAM PADI SEBAGAI AGEN PEREDUKSI ION Hg (II) DAN DESINFEKSI BAKTERI *E. Coli* SECARA FOTOKATALITIK

Rosyid Ridho

¹ Universitas PGRI Banyuwangi.

*E-mail: rosyidridho@gmail.com

Abstract

Pada penelitian ini telah dilakukan proses ekstraksi asam oksalat dari sekam padi yang meliputi peleburan dengan NaOH, pengendapan dengan penambahan CaCl₂, pengasaman dengan menggunakan H₂SO₄ dan kristalisasi sehingga terbentuk kristal oksalat. Kristal oksalat yang dihasilkan digunakan untuk mereduksi larutan Hg(II) dengan variasi massa oksalat dan konsentrasi awal Hg(II). Selain itu kristal oksalat juga digunakan untuk mendegradasi bakteri *E. Coli* di ruang gelap dan dengan penyinaran UV.

Dari hasil penelitian didapatkan massa oksalat optimum yang digunakan untuk mereduksi ion Hg(II) sebesar 75 mg dengan efektivitas fotoreduksi 74,77%, sedangkan untuk variasi konsentrasi Hg(II) awal menunjukkan semakin tinggi konsentrasi merkuri maka semakin kecil efektivitas fotoreduksinya. Pada penambahan asam oksalat dengan sinar UV, menunjukkan jumlah bakteri *E. Coli* yang terdegradasi mencapai 98,9%, sedangkan jika diruang gelap hanya mencapai 80,55 %.

Kata kunci : asam Oksalat, Bakteri *E. Coli*, fotoreduksi, ion Hg(II).

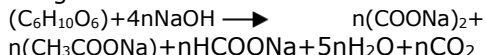
1. Introduction

Asam Oksalat merupakan salah satu anggota dari golongan asam dikarboksilat yang mempunyai rumus molekul C₂H₂O₄, tidak berbau, higroskopis, berwarna putih dan mempunyai berat molekul 90,04 gr/mol. Pembuatan asam oksalat dari bahan - bahan limbah pertanian telah banyak dilakukan dengan cara pemecahan memakai larutan alkali dan oksidasi dengan menggunakan larutan nitrat pekat. Peleburan zat- zat buangan yang berasal dari hasil-hasil pertanian seperti sekam padi memakai larutan Natrium Hidroksida menghasilkan asam oksalat, asam asetat dan asam format. (Agra dkk,1970).

Tahapan pembuatan Asam Oksalat melalui metode peleburan alkali yaitu (Kirk and Othmer,1981). :

1. Tahap peleburan.

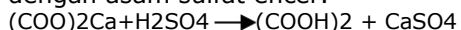
Pada tahap ini terjadi peleburan antara selulosa yang terkandung dalam bahan dengan larutan NaOH.



2. Tahap Pengendapan dan penyaringan Filrat yang dihasilkan dari reaksi peleburan ditambahkan CaCl₂ untuk mendapatkan endapan kalsium oksalat (COONa)₂+CaCl₂ → (COO)₂Ca + 2 NaCl

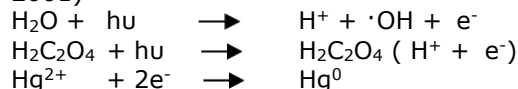
3. Tahap Pengasaman

Endapan yang terjadi diasamkan dengan asam sulfat encer.



4. Tahap Pengkristalan Filrat dipekatkan dengan pemanasan yang dilanjutkan pendinginan supaya terbentuk asam oksalat, yang kemudian digunakan sebagai agen fotokatalitik untuk mereduksi merkuri (II) dan bakteri *E. Coli*

Proses fotoreduksi ion Hg(II) dalam larutan dapat berlangsung karena ion tersebut menangkap elektron yang disediakan oleh molekul air maupun fotokatalis setelah menyerap cahaya atau energy foton. Ion Hg(II) dapat tereduksi karena memiliki potensial standar (E⁰) positif sebesar 0,85 volt. Reaksinya dapat dituliskan sebagai berikut (Chen dan Ray, 2001)



Efektivitas fotoreduksi ion Hg(II) yang dikatalis H₂C₂O₄ secara umum ditentukan oleh jumlah elektron yang terbentuk dan efektivitas interaksi antara elektron dengan ion Hg(II) tersebut. Banyaknya elektron yang tersedia dipengaruhi oleh efektivitas kontak antara molekul air dan fotokatalis dengan sinar. Efektivitas kontak antara molekul air dan fotokatalis dengan sinar tergantung pada waktu kontak antara spesies-spesies tersebut. Semakin lama penyinaran maka semakin banyak energy foton yang diserap oleh molekul air dan fotokatalis sehingga akan semakin banyak jumlah elektron yang terbentuk untuk

mereduksi Ion Hg (II). Selain elektron, H^+ yang dikeluarkan oleh asam oksalat merupakan oksidator kuat yang mampu untuk mengoksidasi air menjadi radikal hidroksil ($\cdot OH$). Radikal hidroksil merupakan spesi pengoksidasi kuat yang dapat mengoksidasi kebanyakan zat organik menjadi air, asam mineral dan karbon dioksida (Gunzulardi, 2001; Slamet dkk, 2007).

Penelitian fotokatalisis dikembangkan untuk menguji kemampuannya dalam mereduksi virus, bakteri, fungi, alga, dan sel kanker (Huang dkk, 2000). Ketika diterangi dengan sinar ultraviolet-dekat, fotokatalis menunjukkan aktivitas anti bakteri yang baik (Huang dkk, 2000; Lu dkk, 2003).

Kematian sel bakteri oleh fotokatalisis disebabkan berkurangnya permeabilitas sel. Kontak pertama fotokatalis dengan sel terjadi pada dinding sel, dimana reaksi oksidasi oleh fotokatalis akan merusak dinding sel bakteri. Bakteri dengan dinding sel yang rusak masih merupakan bakteri yang sehat, namun tanpa perlindungan. Setelah menghilangkan perlindungan dinding sel, selanjutnya reaksi oksidasi terjadi di membran sitoplasma, Kerusakan oksidatif yang terjadi akan semakin meningkatkan permeabilitas sel, dan menyebabkan isi dalam sel mengalir bebas keluar sel yang menyebabkan kematian sel. Partikel fotokatalis yang bebas juga dapat mencapai membran sel yang sudah rusak, dan serangan langsung tersebut dapat mempercepat kematian sel. (Huang dkk, 2000)

2. Methodology

Materials

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Sekam padi dari limbah pertanian, $HgCl_2$, $CaCl_2$, H_2SO_4 , NaOH yang semuanya buatan Merck. Pelet buffer pH 4 dan 7 buatan BDH Analar, kertas saring Whatman 42 ($\Phi = 110$ nm), bakteri *E. Coli*, dan akuades. Peralatan yang digunakan adalah alat gelas laboratorium seperti erlenmeyer, Labu leher 3, pipet volum, corong gelas, labu ukur, gelas beker, pH meter Orion Research Model 601, neraca analitik Mettler AE 200, Centrifuge IEC(International Equipment Company) AGIMATIC-N, Cold Vapor Atomic Absorption Spectrometry GBC HG 3000 dan reaktor yang dilengkapi dengan satu

set alat pengaduk magnetik merk spinbar ukuran 2 cm dan lampu UV tipe *black light blue* (BLB) 40 Watt, 220 Volt dengan panjang gelombang 300-390 nm.

2. 2 Cara Penelitian

Penelitian ini terdiri dari sintesis Asam oksalat serta uji fotokatalitik untuk detoksi ion $Hg(II)$ melalui reaksi fotoreduksi dan desinfeksi *E. coli* melalui reaksi fotodegradasi terkatalisis asam oksalat.

2. 2.1 Pembuatan Asam Oksalat

Pembuatan asam oksalat dengan cara memasukkan 15 gram sekam padi dalam labu leher tiga kemudian menambah NaOH dengan konsentrasi 2 M tertentu sebanyak 250 ml, kemudian dipanaskan serta diaduk dengan kecepatan konstan sampai mendidih. Setelah pemanasan selesai larutan didinginkan dan disaring. Endapan yang terbentuk dicuci dengan aquadest panas. Hasil penyaringan dan filtrat hasil pencucian dicampur sampai 400 ml sebagai larutan induk.

Pengkristalan Asam Oksalat dilakukan dengan mengambil 25 ml sampel larutan induk kemudian menambahkan ($CaCl_2$) jenuh sehingga akan terjadi endapan putih kalsium oksalat. Endapan putih yang terbentuk ditambahkan H_2SO_4 0,1 M sebanyak 100 ml sehingga endapan akan terurai menjadi asam oksalat berbentuk cairan dan endapan kalsium sulfat. Setelah disaring, diambil filtrat 25 ml dan dipanaskan sampai 70 °C. Kemudian didinginkan dalam air es 24 jam sehingga terbentuk endapan asam oksalat yang berupa kristal jarum berwarna putih (Mastuti, 2005).

Uji fotokatalitik Asam Oksalat untuk fotoreduksi larutan $Hg(II)$

Proses fotoreduksi ion $Hg(II)$ dilakukan dengan sistem *batch* dalam reaktor yang dilengkapi dengan lampu UV 40 watt dan *plate magnetic stirer*. Untuk itu, campuran yang terdiri dari larutan $Hg(II)$ dan Asam Oksalat dimasukkan ke dalam reaktor dan disinari dengan lampu UV sambil diaduk dengan pengaduk magnet dalam waktu 24 jam. Pemisahan filtrat dari padatnya dilakukan dengan cara penyaringan dengan kertas Whatman 42. Filtrat yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan AAS teknik uap dingin (di Laboratorium Kimia Analitik UGM) untuk menentukan konsentrasi ion $Hg(II)$ sisa atau tidak tereduksi.

Langkah yang sama dilakukan untuk mempelajari pengaruh massa

fotokatalis, konsentrasi ion Hg(II), dan pH larutan dengan waktu penyinaran tetap (24 jam), terhadap efektivitas fotoreduksi ion Hg(II). Untuk mempelajari pengaruh massa fotokatalis dilakukan proses dengan menggunakan sekam padi dengan massa yang bervariasi yaitu 5, 10, 25, 50, dan 75 mg untuk 50 mL larutan Hg(II) 5 ppm dengan waktu penyinaran selama 24 jam. Pengaruh konsentrasi larutan Hg(II) dipelajari dengan cara yang sama, konsentrasi larutan yang bervariasi yaitu 2,5; 5; 10; 20 dan 25 ppm pada waktu 24 jam dan massa fotokatalis optimum.

Uji fotokatalitik Asam Oksalat untuk fotodegradasi Bakteri *E. Coli*.

Uji Fotokatalis asam oksalat dalam proses degradasi *E. Coli* dilakukan tiga tahapan:

1. Larutan yang mengandung *E. Coli* umur 24 jam dengan konsentrasi tertentu ditambah dengan fotokatalis asam oksalat dengan massa optimum dari percobaan 2.2.2 yang disinari lampu UV selama 24 jam
2. Larutan yang mengandung *E. Coli* umur 24 jam dengan konsentrasi tertentu ditambah dengan fotokatalis asam oksalat dengan massa optimum dari percobaan 2.2.2 yang tanpa disinari lampu UV selama 24 jam
3. Larutan yang mengandung *E. Coli* umur 24 jam dengan konsentrasi tertentu yang disinari lampu UV selama 24 jam, tanpa penambahan fotokatalis.

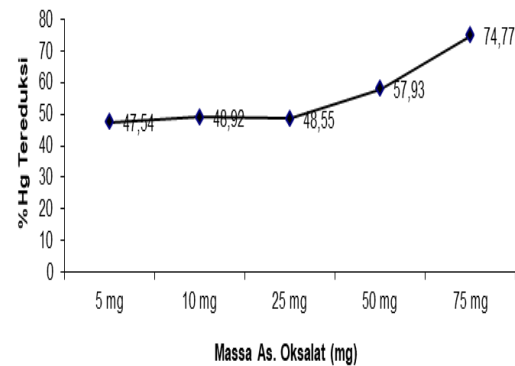
3 Result and Discussion

Uji fotokatalitik Asam Oksalat untuk fotoreduksi larutan Hg(II)

Pada proses fotoreduksi Ion Hg (II) terkatalisis asam oksalat dilakukan tiga macam variasi yaitu: pengaruh massa asam oksalat, pengaruh konsentrasi merkuri dan Uji fotokatalis asam oksalat secara semimikro menggunakan sinar matahari.

Pengaruh massa Asam Oksalat terhadap proses fotoreduksi Ion Hg(II)

Pada penelitian ini dilakukan pengaruh massa asam oksalat pada proses fotoreduksi merkuri dengan konsentrasi Awal ion Hg (II) sebesar 5 ppm. Hasil kajian pengaruh massa fotokatalis asam oksalat terhadap fotoreduksi ion Hg(II) disajikan pada gambar 3.1 berikut:

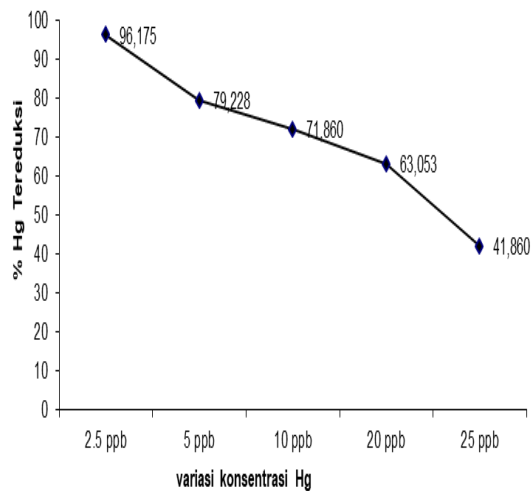


Gambar 3.1 Pengaruh variasi massa asam oksalat terhadap fotoreduksi Ion Hg (II)

Gambar 3.1 memperlihatkan secara umum bahwa kenaikan massa asam oksalat yang digunakan, dapat meningkatkan jumlah ion Hg(II) yang tereduksi dari 47,54-74,77 %. Hal ini dikarenakan dengan semakin banyaknya massa oksalat maka jumlah elektron dalam larutan juga semakin besar, dengan semakin banyaknya elektron dalam larutan mengakibatkan terjadinya kontak antara elektron dengan Ion Hg^{2+} sehingga mengakibatkan ion Hg^{2+} tereduksi menjadi semakin tinggi. Pada penelitian ini efektivitas fotoreduksi tertinggi dicapai pada 75 mg asam oksalat dengan efektivitas fotoreduksi 74,77%.

Pengaruh Variasi konsentrasi Ion Hg (II) terhadap massa asam oksalat optimum dalam proses fotoreduksi ion Hg(II)

Pengaruh konsentrasi awal larutan ion Hg(II) perlu dipelajari untuk mendapatkan informasi tentang konsentrasi ion Hg(II) maksimal yang dapat direduksi secara efektif dengan menggunakan sejumlah tertentu Asam Oksalat. Untuk menyelidiki pengaruh konsentrasi awal ion Hg(II) dilakukan dengan menyinari 50 mL larutan ion Hg(II) dengan konsentrasi bervariasi selama 24 jam dan berat Asam Oksalat 75 mg. Hasil penelitian disajikan pada gambar 3.2



Gambar 3.2 Pengaruh variasi konsentrasi terhadap persen Hg (II) tereduksi

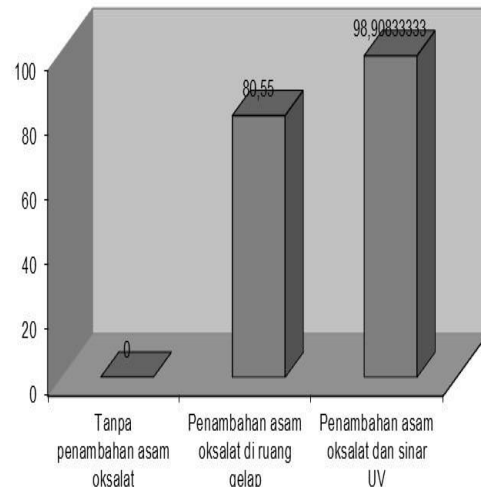
Gambar 3.2 memperlihatkan secara umum bahwa kenaikan konsentrasi awal larutan Hg(II) dari 2,5 – 25 ppm menyebabkan penurunan % reduksi Hg(II). Penurunan ini terjadi karena persen tereduksi dihitung dengan cara membandingkan konsentrasi ion Hg(II) yang tereduksi dengan konsentrasi ion Hg(II) awal. Pada konsentrasi awal ion Hg(II) 2,5 – 10 mg/L terlihat bahwa ion Hg(II) tereduksi sangat tinggi yaitu sebesar 96,175% - 71,86 %. Hal ini menunjukkan bahwa pada interval konsentrasi yang rendah kenaikan konsentrasi awal ion Hg(II) memberikan hasil fotoreduksi yang relatif besar terhadap jumlah ion Hg(II) mula-mula.

Namun untuk konsentrasi awal larutan ion Hg(II) yang cukup besar yaitu 20-25 mg/L, ternyata kenaikan konsentrasi memberikan persen ion Hg(II) tereduksi yang lebih rendah, yaitu berkisar dari 63,05 % - 41,86 %. Pada konsentrasi yang relatif besar, kenaikan konsentrasi menyebabkan meningkatnya kekentalan yang diakibatkan kenaikan spesies Hg(II) dalam larutan, sehingga akan menghalangi tumbukan antara ion Hg(II) dengan elektron sehingga efektivitas fotoreduksi menjadi berkurang. Selain itu karena elektron yang tersedia pada sistem relatif tetap, maka meskipun jumlah ion Hg(II) dalam larutan meningkat, efektivitas fotoreduksi relatif tidak berubah (Ridho, 2008). Hal tersebut menyebabkan ion Hg(II) yang mengalami fotoreduksi relatif lebih kecil jika dibandingkan konsentrasi awal ion Hg(II), sehingga menghasilkan

persen ion Hg(II) yang tereduksi relatif rendah.

Uji fotokatalitik Asam Oksalat untuk fotodegradasi Bakteri *E. Coli*.

Hasil dari uji fotokatalitik asam oksalat untuk fotodegradasi *E. Coli* dengan penambahan massa optimum yaitu 75 mg/50 mL ditunjukkan pada gambar IV.3.:



Gambar 3.3. Variasi Perlakuan pada asam oksalat dan larutan terhadap persen (%) Bakteri *E. Coli* yang terdegradasi

Pada gambar 3.3 menunjukkan bahwa jumlah *E. Coli* yang terdegradasi hanya terjadi pada penambahan asam oksalat di ruang gelap dan yang disinari UV, sedangkan perlakuan dengan penyinaran saja (tanpa adanya asam oksalat) tidak menunjukkan adanya bakteri yang terdegradasi, hal ini dikarenakan pada proses penyinaran saja hanya terjadi proses fotolisis, dimana jumlah elektron dan radikal hidroksil yang dilepaskan oleh air cukup kecil sehingga tidak mampu merusak dinding sel bakteri, yang mengakibatkan bakteri mampu bertahan dan proses fotodegradasi tidak terjadi. Pada penambahan asam oksalat di ruang gelap bakteri *E. Coli* yang terdegradasi sebesar 241.650 cell/unit (80, 55 %) atau hanya sisa 58.360 cell/unit dari konsentrasi awal yaitu sebesar 300.000 cell/unit bakteri *E. Coli* . Dalam hal ini asam oksalat sebagai agen fotokatalitik untuk mendegradasi *E. Coli* tidak bekerja, melainkan sifat asam oksalat yang mempunyai gugus H^+ yang dapat merusak dinding sel bakteri.

Perlakuan penambahan oksalat dan dengan penyinaran UV mendegradasi

bakteri *E. Coli* sebesar 98,91 %. Apabila diberikan penyinaran dari lampu UV maka akan bekerja proses fotokimia pada bakteri yang menyebabkan kerusakan struktur DNA sel dan proses replikasinya akibat penetrasi sinar UV ke dalam inti sel bakteri *E. Coli*. Sedangkan apabila diberikan katalis asam oksalat lampu UV maka berlaku kombinasi proses fotokimia dan katalis pada bakteri dimana asam oksalat sebagai agen fotokatalitik yang tersinari oleh lampu UV akan melepaskan *hole* yang bereaksi dengan air membentuk radikal hidroksil. Radikal hidroksil tersebut menyerang dinding sel bakteri dan masuk ke dalam membran sitoplasma. Kerusakan oksidatif yang terjadi akan semakin meningkatkan permeabilitas sel, dan menyebabkan isi dalam sel mengalir bebas keluar sel sehingga terjadi kematian bakteri (Huang dkk, 2000).

4. Conclusion

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Kenaikan massa fotokatalis asam oksalat dapat meningkatkan efektivitas fotoreduksi ion Hg(II), Efektivitas fotoreduksi optimum didapatkan pada massa asam oksalat 75 mg, dengan efektivitas fotoreduksi ion Hg(II) sebesar 74,77 %..
2. Kenaikan konsentrasi awal ion Hg(II) pada proses fotoreduksi menggunakan asam oksalat menghasilkan efektivitas yang semakin rendah
3. Proses desinfeksi *E. Coli* menggunakan asam oksalat dengan menggunakan sinar UV dan matahari mempunyai efektivitas fotodegradasi yang sangat tinggi yaitu sebesar 98 %, sedangkan mengalami penurunan efektivitas fotodegradasi pada ruang gelap yang ditambahkan asam oksalat sebesar 80%. Selain itu pada proses penyinaran sinar UV tanpa adanya

asam oksalat tidak menunjukkan penurunan bakteri *E. Coli* (0%).

DAFTAR PUSTAKA

- Agra, I.B, Warnijati, S dan Suhendro, B. 1970. *Pembuatan asam oksalat dan formiat dari zat-zat buangan*. Forum teknik
- Asip, Faisol, Febrianti, R., Novitasari, T. 2015, *Pengaruh Konsentrasi NaOH Dan Waktu Peleburan Pada Pembuatan Asam Oksalat Dari Ampas Tebu*, *Jurnal Teknik Kimia* No. 3, Vol 21.
- Gunlazuardi, J., 2001, *Fotokatalis pada permukaan TiO₂: Aspek Fundamental dan Aplikasinya*, Prosiding Seminar Nasional Kimia Fisika II, 1-15.
- Huang, Z., Maness, P.C., Blake, D.M., Wolfrum, E.J., Smolinski, S.L., and Jacoby, W.A., (2000), "Bactericidal Mode of Titanium Dioxide Photocatalysis", *J. Photochem. Photobiol. A: Chemistry*, 130 (2-3), hal. 163-170.
- Kirk, RE and Othmer, DF, 1983, *Encyclopedia of Chemical Technology*, vol 5, 3ed, a Wiley
- Lu, Z. H., Zhou, L., Zhang, Z. L., Shi, W. L., Xie, Z. X., Xie, H. Y., Peng, D. W. and Shen, P., (2003), "Cell Damage Induced by Photocatalysis of TiO₂ Thin Films", *Langmuir*, 19, hal. 8765-8768.
- Mastuti, 2005, "Pembuatan Asam Oksalat dari Sekam Padi" *Ekuilibrium* Vol. 4, No. 1, 13-17
- Slamet, Bismo, S. dan Rita, A., (2007), "Modifikasi Zeolit Alam dan Karbon Aktif dengan TiO₂ serta Aplikasinya sebagai Bahan Adsorben dan Fotokatalis untuk Degradasi Polutan Organik", *Laporan Penelitian Hibah Bersaing*, Universitas Indonesia.
- Ridho, 2008, "Imobilisasi TiO₂ kedalam resin penukar kation dan aplikasinya sebagai fotokatalis dalam proses fotoreduksi ion Hg (II)", Tesis S-2, Jurusan FMIPA, UGM