

Sintesis Asam Oksalat dari Limbah Serbuk Kayu Jati (*Tectona Grandis L.F.*) dengan Proses Hidrolisis Alkali

Mufid Mufid^{*}, Agung Ari Wibowo, Ade Sonya Suryandari, An Nisaa' Fithriasari, Pravianti Anindita Nastiti

Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Malang, Jl. Soekarno-Hatta No.9, 65141, Malang, Indonesia

*E-mail: mufid@polinema.ac.id

ABSTRAK

Selulosa adalah polisakarida rantai panjang penyusun serat pada tumbuhan. Hidrolisis selulosa dengan alkali kuat menghasilkan asam oksalat, asam asetat dan asam formiat. Limbah serbuk kayu jati berpotensi untuk dijadikan bahan baku pembuatan asam oksalat karena kandungan selulosa yang cukup tinggi. Hidrolisis yang dilakukan pada penelitian ini menggunakan natrium hidroksida (NaOH) sebagai zat penghidrolisis. Purifikasi asam oksalat dilakukan dengan penambahan kalsium klorida dan asam sulfat. Penelitian ini mempelajari pengaruh konsentrasi natrium hidroksida dan waktu reaksi terhadap yield asam oksalat. Produk tertinggi dengan yield 20% dicapai pada penggunaan serbuk kayu jati kasar dengan waktu hidrolisis 60 menit dan konsentrasi NaOH 1 N.

Kata kunci: asam oksalat, hidrolisis, selulosa, serbuk kayu jati

ABSTRACT

Cellulose is a long chain fiber polysaccharide contained in plants. Hydrolysis of cellulose with strong alkali produces oxalic acid, acetic acid and formic acid. Waste from teak wood in powder form has the potential to be used as raw material for the manufacture of oxalic acid because the content of cellulose is high enough. Sodium hydroxide (NaOH) as a hydrolysis agent was used in this study. Purification of formed oxalic acid was carried out by addition of calcium chloride and sulfuric acid. Our research studied the effect of sodium hydroxide concentration and reaction time on oxalic acid yield. The highest product with a yield of 20% was achieved on the use of coarse powder of teak wood waste with a hydrolysis time of 60 minutes and the concentration of NaOH 1 N.

Keywords: oxalic acid, hydrolysis, cellulose, teak wood powder

1. PENDAHULUAN

Asam oksalat digunakan pada berbagai kegiatan industri di Indonesia antara lain sebagai bahan pewarna pada industri tekstil, anodizing, bleaching agent, zat penetral alkali pada proses pencucian, dan sebagainya [1]. Salah satu bahan baku yang dapat digunakan dalam pembuatan asam oksalat adalah biomassa yang mengandung selulosa. Selulosa merupakan senyawa karbon rantai panjang yang bisa direngkahkan menjadi senyawa karbon yang lebih sederhana menggunakan alkali kuat atau dikenal dengan hidrolisis alkali [2-3].

Penelitian terdahulu menggunakan limbah dengan kandungan selulosa tinggi seperti ampas tebu, sekam padi, alang – alang, serta serbuk gergaji kayu jati sebagai bahan baku pembuatan asam oksalat [1–4]. Disisi lain, limbah dalam industri kayu seperti serbuk kayu jati juga berpotensi kuat sebagai bahan baku pembuatan asam oksalat. Pada penelitian yang dilakukan oleh Bendiyasa [5], serbuk gergaji kayu jati diproduksi menjadi asam oksalat dengan menggunakan asam nitrat sebagai agen hidrolisa. Pohon jati merupakan tanaman

yang memiliki serat halus dengan arah lurus dan terpadu dengan panjang serat rata – rata 1316 μm berdiameter 24,8 μm dan tebal dinding 3,3 μm . Struktur pori sebagian besar soliter dalam susunan tata lingkaran berdiameter 20-40 μm dengan frekuensi 3-7 per mm^2 [6]. Kandungan selulosa limbah serbuk kayu jati berpotensi dijadikan bahan baku pembuatan asam oksalat sehingga nilai ekonomis limbah serbuk kayu jati dapat meningkat.

Selulosa memiliki dua gugus reaktif, yaitu gugus hidroksil dan gugus pereduksi. Setiap molekul monosakarida memiliki 3 gugus hidroksil. Gugus pereduksi berperan pada reaksi yang melibatkan alkali [7]. Pembuatan asam oksalat melalui proses hidrolisis terdiri dari 4 tahapan yaitu, tahap hidrolisis, tahap pengendapan, tahap pengasaman, dan tahap pengkristalan. Tahap hidrolisis selulosa menggunakan larutan NaOH sebagai zat penghidrolisis. Lignin didalam serbuk kayu jati akan terlepas dari ikatannya dengan selulosa, sedang pada pemanasan lebih lanjut mengalami oksidasi dan perombakan menjadi garam-garam oksalat, asetat dan format. Tahap pengendapan dilakukan dengan penambahan CaCl_2 jenuh ke dalam filtrat hasil hidrolisis sehingga didapatkan endapan kalsium oksalat berwarna putih. Asam sulfat encer ditambahkan ke dalam endapan kalsium oksalat sehingga endapan terurai menjadi asam oksalat dan kalsium sulfat [8]. Beberapa faktor yang mempengaruhi laju reaksi diantaranya konsentrasi reaktan dan waktu reaksi [9]. Penelitian ini bertujuan mempelajari pengaruh konsentrasi larutan NaOH dan waktu reaksi terhadap yield asam oksalat.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan

Serbuk kayu jati halus dan kasar dengan kadar air sebesar 17% (gambar 1), NaOH, CaCl_2 , dan KMnO_4 diperoleh dari Merck, larutan H_2SO_4 72% diperoleh dari Fischer Scientific, dan aquadest. Untuk pengukuran

massa dipergunakan timbangan digital dengan ketelitian 3 angka dibelakang koma.

2.4 Hidrolisis Serbuk Kayu Jati

Reaksi hidrolisis dilakukan didalam labu leher tiga dengan penambahan pada berbagai konsentrasi NaOH yaitu 1 N, 2 N dan 3 N sebanyak 200 mL. Campuran 15 g serbuk kayu jati berbagai ukuran dipanaskan pada suhu 100°C . Tahap hidrolisis dilakukan pada berbagai waktu pemanasan yaitu 50, 60, 70 dan 80 menit. Setelah reaksi hidrolisis dihentikan maka larutan didinginkan hingga mencapai suhu ruang kemudian disaring. Pencucian menggunakan aquadest. Selanjutnya dilakukan proses pengkristalan terhadap filtrat.

2.5 Kristalisasi Asam Oksalat

Pengkristalan asam oksalat dilakukan dengan penambahan larutan CaCl_2 dengan rasio volume 1:1 terhadap filtrat hasil reaksi hidrolisis. Endapan yang terbentuk disaring kemudian dilakukan penambahan larutan H_2SO_4 dengan rasio volume 4:1 terhadap volume filtrat awal. Sehingga endapan kalsium oksalat terurai. Filtrat diambil dari hasil penyaringan larutan kalsium oksalat yang terurai. Filtrat dipanaskan pada suhu 70°C kemudian didinginkan dengan air es selama 24 jam sehingga terbentuk kristal asam oksalat. Kristal tersebut dikeringkan menggunakan oven untuk dianalisa massa yang tertinggal. Yield asam oksalat dihitung dengan persamaan berikut :

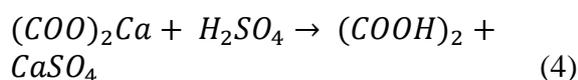
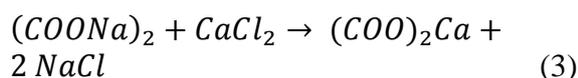
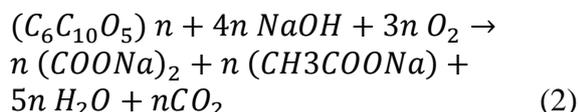
$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{massa asam oksalat}}{\text{massa serbuk kayu jati}} \times 100\% \quad (1)$$

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 SINTESIS ASAM OKSALAT

Serbuk kayu jati dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan asam oksalat melalui proses hidrolisis menggunakan larutan alkali NaOH. Selulosa yang terkandung dalam serbuk kayu jati mengalami pemecahan molekul sehingga terbentuk natrium oksalat yang kemudian dilakukan proses

pengendapan oleh CaCl_2 dan pengasaman oleh H_2SO_4 untuk menghasilkan asam oksalat. Konsentrasi larutan NaOH akan berpengaruh terhadap hasil asam oksalat, dengan konsentrasi yang semakin tinggi maka akan didapatkan yield yang tinggi, akan tetapi setelah tercapai pada kondisi optimum, yield asam oksalat akan menurun. Reaksi pada proses tersebut dituliskan sebagai berikut [1]:



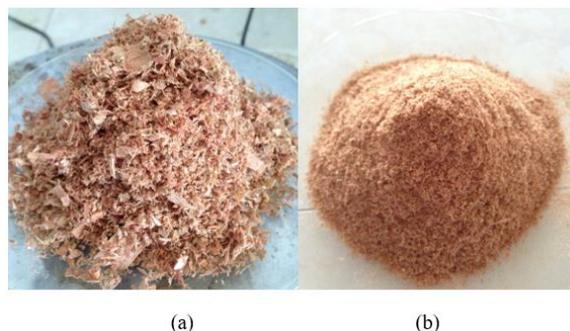
Penggunaan NaOH akan menghasilkan senyawa natrium oksalat yang diperoleh dari penyaringan larutan sampel. Hasil penyaringan ditambahkan larutan CaCl_2 jenuh, dimana hasil dari penambahan tersebut didapatkan endapan kalsium oksalat. Endapan kemudian direaksikan dengan larutan H_2SO_4 4N untuk menghasilkan produk asam oksalat [2-3]. H_2SO_4 yang digunakan harus dalam keadaan berlebih / *excess* (untuk memastikan pembebasan sempurna asam oksalat) karena kekuatan komparatifnya (konstanta disosiasi dari hidrogen asam oksalat adalah $3,8 \times 10^{-2}$ sedangkan hidrogen asam sulfat adalah 2×10^{-2}) [12]. Hasil yang diperoleh dari proses sintesis ini disajikan dalam tabel 1 dan 2.

3.2 Pengaruh Waktu Hidrolisis dan Konsentrasi Larutan NaOH

Dalam penelitian ini digunakan bahan baku serbuk kayu halus dan kasar dengan jumlah 15 gram untuk setiap variabel waktu dan konsentrasi NaOH . Hasil yang diperoleh dari waktu hidrolisis pada konsentrasi larutan NaOH 1N, 2N, dan 3N dengan

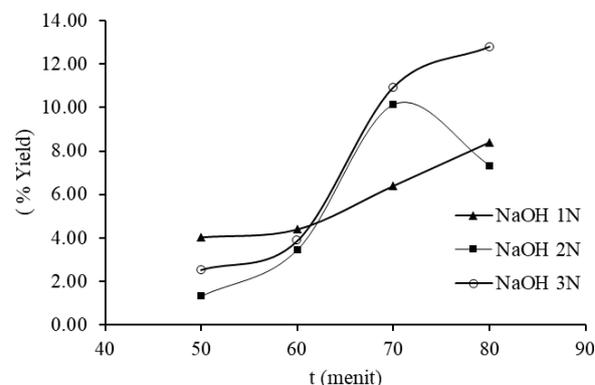
volume larutan NaOH 200 ml dapat dilihat pada gambar 1 dan 2.

Gambar 2 menunjukkan pada konsentrasi larutan NaOH 1 dan 3N, % yield asam oksalat meningkat dengan meningkatnya waktu hidrolisa yang digunakan. Sedangkan pada konsentrasi 2N mengalami penurunan yield setelah mencapai keadaan optimum pada waktu hidrolisa 70 menit



Gambar 1. Serbuk Kayu Jati: (a) kasar, (b) halus.

Hal serupa juga dijumpai pada penelitian yang dilakukan oleh Nurfadila [10], dimana untuk pembuatan asam oksalat dengan bahan baku kulit pisang diperoleh kondisi optimum yaitu menggunakan NaOH 3N dan waktu hidrolisa 60 menit dengan yield 3.72%. Tetapi ketika waktu hidrolisa dinaikan menjadi 80 menit terjadi penurunan yield menjadi 2.01% hal ini bisa disebabkan karena terjadinya penguraian lanjut dari natrium Oksalat menjadi CO_2 [13].



Gambar 2. Pengaruh waktu hidrolisa dan konsentrasi NaOH terhadap % yield Asam Oksalat dengan bahan baku serbuk kayu halus.

Table 1. Data hasil sintesis asam oksalat menggunakan serbuk kayu halus.

Waktu Hidrolisa (menit)	Konsentrasi NaOH (N)	Masa Asam Oksalat (gram)		Rata-rata Hasil As.Oksalat (gram)	Rata-rata % Yield
		Sampel I	Sampel II		
50	1	0.61	0.6	0.61	4.04
	2	0.2	0.196	0.20	1.32
	3	0.36	0.4	0.38	2.53
60	1	0.64	0.68	0.66	4.40
	2	0.52	0.52	0.52	3.47
	3	0.56	0.6	0.58	3.87
70	1	1	0.92	0.96	6.40
	2	1.52	1.52	1.52	10.13
	3	1.6	1.68	1.64	10.93
80	1	1.24	1.28	1.26	8.40
	2	1.12	1.08	1.10	7.33
	3	1.92	1.92	1.92	12.80

Table 2. Data hasil sintesis asam oksalat menggunakan serbuk kayu kasar.

Waktu Hidrolisa (menit)	Konsentrasi NaOH (N)	Masa Asam Oksalat (gram)		Rata-rata Masa AsamOksalat (gram)	Rata-rata % Yield
		Sampel I	Sampel II		
50	1	0.8	0.88	0.84	5.60
	2	0.48	0.56	0.52	3.47
	3	0.76	0.8	0.78	5.20
60	1	2.96	3.04	3	20.00
	2	2.88	2.8	2.84	18.93
	3	1.24	1.2	1.22	8.13
70	1	2.44	2.44	2.44	16.27
	2	2.08	2.08	2.08	13.87
	3	1.6	1.56	1.58	10.53
80	1	2.04	2.08	2.06	13.73
	2	2.2	2.2	2.2	14.67
	3	2.04	2.08	2.06	13.73

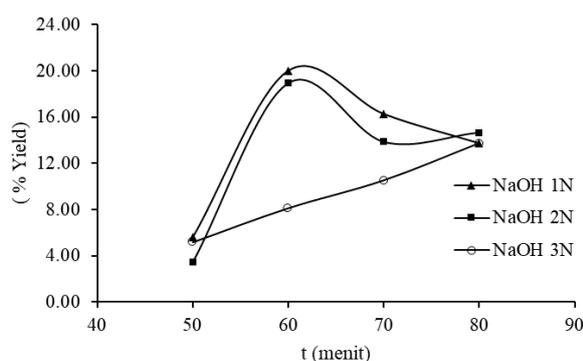
Berbeda dengan serbuk kayu halus, asam oksalat dengan % yield terbesar dihasilkan dari serbuk kayu kasar pada proses hidrolisis selama 60 menit dengan konsentrasi NaOH 1N dan menghasilkan yield 20%. Keadaan yang sama dengan variabel serbuk kayu

halus juga dijumpai pada variabel serbuk kayu kasar yaitu terjadi penurunan yield setelah tercapai keadaan optimum.

Hal ini dapat pada gambar 3, hidrolisa menggunakan larutan NaOH 1N dan 2N memiliki waktu hidrolisa optimum pada 60

menit dengan yield 20% dan 18.93%, ketika waktu hidrolisa diperpanjang maka yield akan terus mengalami penurunan.

Pada konsentrasi larutan NaOH 3N, % yield asam oksalat meningkat dengan naiknya waktu hidrolisa tapi yield yang dihasilkan jauh di bawah hidrolisa menggunakan NaOH 1 dan 2N, hal ini bisa disebabkan karena terjadinya degradasi asam oksalat akibat terlalu pekatnya NaOH yang digunakan [13].



Gambar 3. Pengaruh waktu hidrolisa dan konsentrasi NaOH terhadap % yield Asam Oksalat dengan bahan baku serbuk kayu kasar

3.2 Uji Titik Leleh

Berdasarkan Othmer [7] asam oksalat mempunyai sifat-sifat sebagai berikut :

- (1) Berwarna putih, berbentuk kristal dan tidak berbau
- (2) Melting point : 101,5°C
- (3) ΔH_f (18°C) : -1422 kJ/mol
- (4) Berat molekul : 126 gr/mol

Kristal yang diperoleh dari percobaan dianalisa dengan *Melting Point Aparatus* dan diperoleh titik leleh $T=101,3^\circ\text{C}$ (untuk sintesa pada kondisi NaOH 3N, waktu hidrolisa 60 menit, dan bahan baku serbuk kayu kasar).

4. KESIMPULAN

Serbuk kayu jati (*Tectona Grandis L. F*) dapat diolah menjadi asam oksalat dengan proses hidrolisis NaOH. Konsentrasi NaOH dalam proses hidrolisis berpengaruh dalam pembuatan asam oksalat, apabila konsentrasi semakin tinggi maka yield asam oksalat

yang dihasilkan juga semakin tinggi, pada beberapa kasus setelah mencapai titik optimum yield akan turun atau menjadi lebih kecil. Hasil tertinggi diperoleh pada kondisi penggunaan NaOH 1N, waktu proses hidrolisis 60 menit dengan bahan baku serbuk kayu jati (20% yield).

DAFTAR PUSTAKA

- [1] F. Asip, R. Febrianti, dan T. Novitasari, Pengaruh Konsentrasi Naoh Dan Waktu Peleburan Pada Pembuatan Asam Oksalat Dari Ampas Tebu, *J. Tek. Kim.*, vol. 21, no. 3, hal. 9–15, 2015.
- [2] A. Chesson, Effects Of Sodium Hydroxide On Cereal Straws In Relation To The Enhanced Degradation Of Structural Polysaccharides By Rumen Microorganism, *J. Sci. Food Agric.*, vol. 32, hal. 745–758., 1981.
- [3] P. Mardina, N. N, dan D. Triutami, Pembuatan Asam Oksalat Dari Sekam Padi Dengan Hidrolisis Berkatalisator Naoh Dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ Primata, *J. Bahan Alam Terbarukan*, vol. 2, no. 2, hal. 1–6, 2013.
- [4] A. F. Sitanggang dan R. D. A. Pohan, Pembuatan Asam Oksalat Dari Alang-Alang (*Imperata Cylindrica*) Dengan Metode Peleburan Alkali, *J. Tek. Kim. USU*, vol. 4, no. 1, hal. 16–19, 2015.
- [5] I. M. Bendiyasa dan P. C. Sumardi, Asam Oksalat Dari Grajen Kayu Jati Dengan Proses Oksidasi Memakai Asam Nitrat, In Seminar Pembinaan Profesi Staf Pengajar Fakultas Teknik, Yogyakarta, Maret 1983.
- [6] U. Malik, Alternatif Pemanfaatan Limbah Industri Pengolahan Kayu Sebagai, *J. Aptek*, vol. 5, no. 1, hal. 63–70, 2013.
- [7] K. Othmer, Encyclopedia Of Chemical Technology, Volume 1., 4th Edition. 2007.

- [8] E. Mastuti W, Pembuatan Asam Oksalat Dari Sekam Padi, *Ekulilibrium*, vol. 4, no. 1, hal. 13–17, 2005.
- [9] A. Chalim, A. A. Wibowo, A. S. Suryandari, M. Syarifuddin, dan M. Tohir, Studi Kinetika Reaksi Metanolisis Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) Menggunakan Reaktor Batch Berpengaduk, *J. Tek. Kim. Ling.*, vol. 1, no. 1, hal. 28–34, 2017.
- [10] A. Nurfadila, Pembuatan Asam Oksalat ($H_2C_2O_4$) Dari Limbah Batang Pisang Kepok (*Musa Paradisiacal L.*), Dengan Metode Peleburan Alkali, Skripsi, Jurusan Kimia, UIN Alauddin Makassar, 2017.
- [11] J. R. Alcock, A Method For The Preparation Of Oxalic Acid From Sawdust, B.Sc Thesis, Dept. of Chemical Engineering, California Institute Of Technology, 1923.
- [12] D. F. Othmer, J. Joseph, dan C. H. Gamer, Oxalic Acid From Sawdust, *Ind. Eng. Chem*, vol. 34, no. 3, hal. 262–267, 1942.
- [13] S. Sunarti, Variasi Konsentrasi Alkali Dalam Produksi Asam Oksalat ($H_2c_2o_4$) Dari Limbah Kertas Dengan Peleburan Alkali, Skripsi, Jurusan Kimia, UIN Alauddin Makassar, Indonesia, 2016.