

PEMBUATAN ASAM OKSALAT DARI PELEPAH KELAPA SAWIT (*Elaeis guineensis*) MELALUI REAKSI OKSIDASI ASAM NITRAT

Yos Pawan Ambarita, Iloan Pandang H M, Seri Maulina
Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sumatera Utara,
Jl. Almamater Kampus USU, Medan 20155, Indonesia
Email : pawera_yos@yahoo.com

Abstrak

Asam oksalat merupakan asam dikarboksilat dengan rumus molekul $H_2C_2O_4$ yang memiliki berbagai aplikasi dalam industri. Asam oksalat dapat digunakan sebagai zat pemutih serat, reagen dalam analisis kimia, dan digunakan dalam pemurnian mineral dari logam. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh temperatur dan waktu reaksi terhadap kuantitas dan kualitas dari asam oksalat yang dihasilkan melalui reaksi oksidasi asam nitrat terhadap serbuk pelepah kelapa sawit. Pada metode ini serbuk pelepah kelapa sawit direaksikan dengan asam nitrat 40 % pada rasio 1 : 6 (w/v) dengan temperatur 65, 70, 75, 80, dan 85 °C serta waktu reaksi 40, 50, 60, 70 dan 80 menit, untuk memperoleh asam oksalat. Penelitian ini dilaksanakan dalam beberapa tahapan yaitu tahap reaksi oksidasi, filtrasi, pengendapan dengan $CaCl_2$, pengasaman dengan H_2SO_4 dan pengkristalan. Kualitas dari asam oksalat yang diperoleh dianalisa menggunakan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* dan *Plate Melting Point Apparatus*. Kondisi terbaik untuk pembuatan asam oksalat dari serbuk pelepah kelapa sawit melalui reaksi oksidasi asam nitrat yaitu pada waktu reaksi 50 menit, temperatur 80 °C, dengan *yield* asam oksalat sebesar 23,20%.

Kata kunci: asam oksalat, pelepah kelapa sawit, oksidasi asam nitrat, temperatur

Abstract

*Oxalic acid is a dicarboxylic acid with the molecular formula $H_2C_2O_4$ which has a wide range of applications in industry. Oxalic acid can be used as fiber bleaching agents, reagents in chemical analysis, and also used in mineral purification of metals. This study aims to determine the effects of temperature and reaction time to quantity and quality of oxalic acid produced by nitric acid oxidation from palm frond powder. The method used for the manufacture of oxalic acid in this study is oxidation method. In this method palm frond powder will be reacted with nitric acid 40 % in the ratio 1: 6 (w/v) at temperature 65, 70, 75, 80, and 85 °C and reaction time 40, 50, 60, 70 and 80 minutes, thus obtained oxalic acid. The research was conducted in several stages: oxidation reaction stage, filtration, precipitation with $CaCl_2$, acidification with H_2SO_4 and efflorescence. Oxalic acid product quality analyzed using *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* and *Plate Melting Point Apparatus*. The maximum yield of oxalic acid was about 23.20 % which obtained at 80 °C and at reaction time 50 minutes.*

Keywords: oxalic acid, palm frond, nitric acid oxidation, temperature

Pendahuluan

Asam oksalat disintesa untuk pertama kali pada tahun 1776 oleh Schleele melalui oksidasi gula dengan asam nitrat. Metode oksidasi dengan asam nitrat juga telah dilakukan oleh beberapa peneliti dengan berbagai bahan baku antara lain, sintesis asam oksalat dari batang rami dengan perolehan sebesar 25,4 % [7], dari biomassa tebu diperoleh massa asam oksalat sebesar 4,606 gram [4], dari limbah sabut kelapa diperoleh massa asam oksalat sebesar 13,826 gram [11], dari sekam padi diperoleh *yield* sebesar 81 % dan dari bahan baku padi diperoleh *yield* sebesar 79,9 % [10]. Penelitian - penelitian terdahulu tersebut menggunakan limbah yang mengandung selulosa sebagai bahan baku pembuatan asam oksalat. Limbah yang mengandung selulosa di Indonesia saat ini sangat melimpah, antara lain pelepah kelapa sawit.

Pelepah kelapa sawit merupakan limbah yang dihasilkan dari tanaman kelapa sawit mulai dari pra panen hingga proses pemanenan. Limbah pelepah kelapa sawit dihasilkan dari proses *pruning* kelapa sawit dimana untuk satu pohon kelapa sawit dapat dihasilkan 22 – 26 pelepah setiap tahunnya [1], limbah pelepah kelapa sawit hasil *pruning* biasanya dibuang begitu saja dan dibiarkan membusuk di bawah pohon kelapa sawit. Pemanfaatan limbah pelepah kelapa sawit mulai dikembangkan misalnya sebagai pakan ternak dan pupuk kompos, namun ditinjau dari komposisi kimianya limbah pelepah kelapa sawit mempunyai potensi yang cukup besar untuk diolah lebih lanjut menjadi produk yang bermanfaat dan bernilai ekonomis, salah satunya dengan memanfaatkan limbah pelepah kelapa sawit sebagai bahan baku pembuatan asam oksalat.

Pelepah kelapa sawit merupakan limbah perkebunan kelapa sawit yang mengandung polisakarida dalam bentuk selulosa, hemiselulosa dan lignin [13]. Kandungan selulosa pada pelepah kelapa sawit yang tinggi yaitu 31,7 % [3] memberi peluang untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku pada pembuatan asam oksalat.

Teori

Pelepah kelapa sawit merupakan salah satu limbah padat dari perkebunan kelapa sawit yang dapat diperoleh sepanjang tahun bersamaan dengan panen tandan buah segar. Total potensi jumlah limbah pelepah kelapa sawit di Indonesia sebanyak 81.887.936 ton/tahun [14]. Elisabeth dan Ginting (2003) melaporkan bahwa nutrisi pelepah kelapa sawit adalah 5,8 % protein kasar, 1,07 % lemak, 48,6 % serat kasar, 3,3 % abu dan 29,8 % total digestible nutrient [3]. Dari data tersebut dapat diketahui bahwa komponen penyusun terbesar dari pelepah kelapa sawit adalah serat kasar, serat kasar pelepah kelapa sawit terdiri dari selulosa, hemiselulosa, lignin dan silika. Komposisi kimia pelepah kelapa sawit dapat dilihat pada tabel 1 [8].

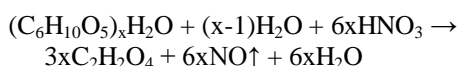
Tabel 1. Kandungan Kimia Pelepah Kelapa Sawit [8]

Komponen Kimia	Kandungan (%)
Selulosa	35,88
Lignin	18,9
Hemiselulosa	26,47
Zat ekstraktif	9,05
Air	9,7

Selulosa adalah polimer β -glukosa dengan ikatan β -1,4 di antara satuan glukosanya [9]. Menurut Marbun, selulosa mempunyai sifat-sifat sebagai berikut [2] :

1. Dapat terdegradasi oleh hidrolisa, oksidasi, fotokimia maupun secara mekanis sehingga berat molekulnya menurun.
2. Tidak larut dalam air maupun pelarut organik, tetapi sebagian larut dalam larutan alkali.
3. Dalam keadaan kering, selulosa bersifat higroskopis, keras dan rapuh. Bila selulosa cukup banyak mengandung air maka akan bersifat lunak. Jadi fungsi air di sini adalah sebagai pelunak.
4. Selulosa dalam kristal mempunyai kekuatan lebih baik jika dibandingkan dengan bentuk amorfnya

Selulosa dapat disintesis menjadi asam oksalat melalui reaksi oksidasi menggunakan asam nitrat menurut reaksi berikut [4] :



Asam oksalat adalah senyawa organik dengan rumus $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$. Senyawa ini memiliki sifat-sifat sebagai berikut [11]:

1. Larut dalam air panas maupun dingin serta larut dalam alkohol.
2. Keasamannya lebih kuat dari asam metanoat ataupun asam cuka.
3. Garam-garam alkali oksalat semuanya mudah larut dalam air kecuali kalsium oksalat hanya dapat larut dalam asam kuat.
4. Mudah untuk dioksidasi oleh KMnO_4 dalam suasana pada temperatur 60 – 70 °C.

Asam oksalat dan garamnya dapat digunakan sebagai zat pemutih serat, reagen dalam analisis kimia, dalam pembuatan zat warna untuk kain, di pemurnian logam dalam mineral. Asam oksalat juga digunakan dalam bubuk pembersih sebagai agen penghilang karat dan pemoles logam [12].

Isolasi dan pemurnian asam oksalat dari bahan limbah pertanian dan serbuk kayu sangat layak. Pemanfaatan limbah ini sebagai bahan baku asam oksalat akan membantu dalam penurunan senyawa beracun yang dibuang ke lingkungan dan dapat memenuhi jumlah asam oksalat yang diimpor ke suatu negara [6].

Metodologi Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Pelepah Kelapa sawit, Asam Nitrat (HNO_3), Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) 96 %, *Aquadest*, Kalsium klorida (CaCl_2) dan Asam Sulfat (H_2SO_4)

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Beaker glass*, Corong, Erlenmeyer, Gelas ukur, *Magnetic stirrer*, *Hot Plate*, Neraca analisis, Neraca analisis, Oven, *Waterbath*, Termometer, Kertas saring dan Labu leher tiga.

Tahap Preparasi Pelepah Kelapa Sawit

Pelepah kelapa sawit dipotong kecil-kecil untuk mempercepat proses pengeringan. Kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 30 menit. Selanjutnya dimasukkan ke dalam desikator selama 10 menit dan ditimbang. Pengeringan dilakukan hingga berat pelepah kelapa sawit konstan. Pelepah kelapa sawit yang telah kering kemudian dihaluskan dengan *ball mill* dan diayak menggunakan ayakan 50 *mesh*.

Tahap Pembuatan Asam Oksalat

Pelepah kelapa sawit direaksikan dengan asam nitrat. Hasil disaring dan dicuci hingga filtratnya menjadi jernih. Filtrat ditambahkan dengan larutan CaCl_2 sampai terbentuk endapan kalsium oksalat kemudian disaring. Endapan dilarutkan dalam H_2SO_4 , kemudian disaring dan dicuci menggunakan air panas. Filtrat diuapkan menggunakan *waterbath* kemudian didinginkan

sampai terbentuk endapan asam oksalat yang berupa kristal jarum berwarna putih. Hasil yang diperoleh dimurnikan dengan proses rekristalisasi menggunakan pelarut etanol.

Analisis Bahan Baku dan Produk

Analisis terhadap bahan baku meliputi analisis kadar air dan selulosa. Sedangkan analisis terhadap asam oksalat yang dihasilkan meliputi analisis *yield*, titik leleh dan FTIR.

Hasil dan Pembahasan

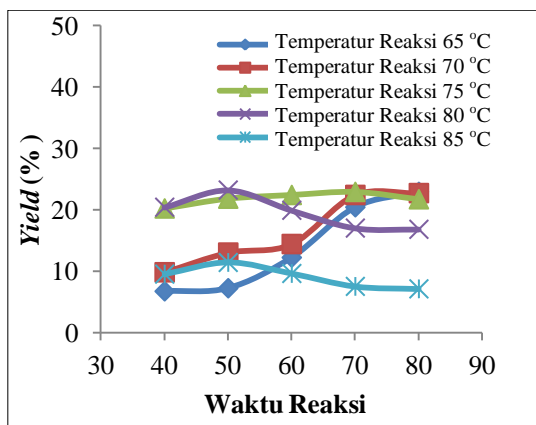
Pelepah kelapa sawit yang menjadi bahan baku dalam penelitian ini memiliki kandungan kadar air sebesar 81 % dan kadar selulosa sebesar 31 %.

Analisis *Yield* Asam Oksalat

Yield asam oksalat dihitung menggunakan persamaan berikut :

$$\text{yield} = \frac{\text{massa kristal asam oksalat}}{\text{massa serbuk pelepah kelapa sawit}} \times 100\%$$

Hasil penelitian pembuatan asam oksalat dari pelepah kelapa sawit melalui reaksi oksidasi asam nitrat dengan pengaruh semua peubah (temperatur dan waktu reaksi) disajikan dalam grafik dibawah ini.



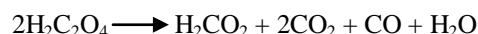
Gambar 1. Grafik Pengaruh Temperatur dan Waktu Reaksi Terhadap *Yield* Asam Oksalat

Pada Gambar 1 dapat dilihat bahwa secara umum terjadi peningkatan *yield* dengan naiknya temperatur dan waktu reaksi. Tetapi akan terjadi penurunan *yield* dengan terjadinya oksidasi lanjut. Kondisi ini berbeda-beda untuk tiap variabel. *Yield* asam oksalat akan mencapai titik maksimum pada 80 °C hanya dengan waktu 40-50 menit. Sementara untuk kondisi temperatur di bawahnya akan mencapai titik maksimum lebih lama dan akan menurun secara perlahan dengan bertambahnya waktu reaksi.

Pada temperatur reaksi yang tinggi yaitu temperatur 80 dan 85 °C, *yield* maksimum dapat

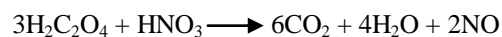
diperoleh dengan waktu reaksi yang lebih singkat yaitu pada waktu 50 menit. Penambahan waktu reaksi pada temperatur ini akan mengakibatkan penurunan *yield* asam oksalat. Sedangkan untuk temperatur 65, 70 dan 75 °C, *yield* maksimum diperoleh pada waktu reaksi yang lebih lama. Untuk temperatur 65 °C *yield* maksimum diperoleh pada waktu 80 menit, sedangkan untuk temperatur 70 dan 75 °C, *yield* maksimum diperoleh pada 70 menit. Dengan membandingkan reaksi pada waktu yang sama dan temperatur yang berbeda, maka temperatur yang lebih tinggi akan menghasilkan *yield* yang lebih besar. Hal ini disebabkan karena terjadinya fenomena peningkatan energi kinetik pada molekul-molekul reaktan seiring dengan adanya kenaikan temperatur. Dengan semakin meningkatnya energi kinetik pada molekul-molekul reaktan, maka semakin besar pula kemungkinan terjadinya tumbukan antar molekul reaktan, sehingga mengakibatkan laju reaksi pembentukan produk juga semakin besar.

Perolehan asam oksalat akan menurun apabila temperatur dan waktu reaksi telah melebihi batas optimumnya. Apabila temperatur reaksi terlalu tinggi maka produk asam oksalat akan mengalami dekarboksilasi mengikuti reaksi berikut [5] :



Hal ini terjadi pada temperatur 85 °C, dimana *yield* asam oksalat yang diperoleh cenderung kecil pada setiap variasi waktu.

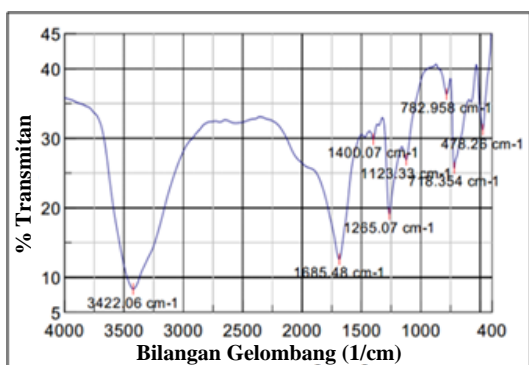
Pada masing-masing temperatur, penambahan waktu reaksi yang melebihi waktu reaksi optimum akan mengakibatkan penurunan *yield*. Dari grafik dapat dilihat bahwa pada waktu reaksi 40 menit, *yield* terbesar diperoleh pada temperatur 80 °C. Penambahan waktu reaksi menjadi 50 menit, pada temperatur yang sama dapat meningkatkan *yield* dari asam oksalat yang diperoleh. Namun apabila waktu reaksi ditambahkan menjadi 60 menit pada temperatur yang sama maka *yield* akan menurun. Hal ini disebabkan karena untuk waktu reaksi yang semakin lama, *yield* asam oksalat yang dihasilkan akan semakin tinggi, akan tetapi jika waktu reaksi terlalu lama maka *yield* akan terus menurun. Penurunan *yield* tersebut disebabkan oleh adanya reaksi oksidasi lanjut antara produk asam oksalat dengan asam nitrat sisa. Hal ini dapat dihindari dengan mengatur waktu reaksi yang optimum dengan mengurangi *resident time* sehingga diperoleh asam oksalat sebanyak-banyaknya. Reaksi oksidasi lanjut yang terjadi mengikuti persamaan berikut [11] :



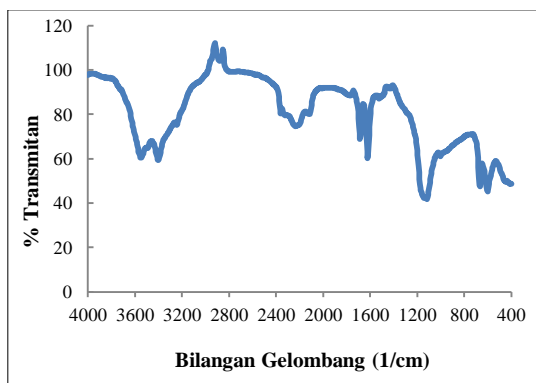
Berdasarkan uraian di atas, metoda oksidasi akan memberikan *yield* sebesar 23,20% dengan waktu reaksi 50 menit, lebih tinggi dibanding metoda peleburan alkali dengan *yield* sebesar 6,07% dengan waktu reaksi 60 menit.

Analisis Spektrofotometer Infra Merah

Analisa ini dilakukan untuk membandingkan antara asam oksalat hasil sintesis dari alang-alang dengan asam oksalat standar. Spektrum infra merah asam oksalat standar dan asam oksalat hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 2 dan 3.



Gambar 2. Spektrum Infra Merah Asam Oksalat Standar



Gambar 3. Spektrum Infra Merah Asam Oksalat Hasil Sintesis dari Pelepah Kelapa Sawit

Dari Gambar 2 menunjukkan vibrasi regangan gugus hidroksil (O-H) asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 3200 - 3700 cm^{-1} . Gugus hidroksil dikarakterisasi pada serapan kuat dan tajam pada 3422,06 cm^{-1} . Sementara gambar 3 menunjukkan bahwa asam oksalat hasil sintesis dari pelepah kelapa sawit memiliki vibrasi regangan gugus hidroksil pada bilangan gelombang 3402,43 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 1685,79/1620,21.

Vibrasi regangan gugus C-O asam oksalat standar terdapat pada bilangan gelombang 1123,33, sedangkan untuk asam oksalat sintesis terdapat pada 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 667,37.

Dari vibrasi rentangan antara asam oksalat standar dengan asam oksalat hasil sintesis pelepah kelapa sawit memiliki puncak yang tidak jauh berbeda. Hal ini membuktikan bahwa dalam penelitian ini, senyawa yang dihasilkan merupakan asam oksalat.

Analisa Titik leleh

Berdasarkan analisis di laboratorium, kristal asam oksalat yang dihasilkan memiliki titik leleh sebesar 101,5 °C. Asam oksalat murni memiliki titik leleh sebesar 101,5 °C [5].

Kesimpulan

Pelepah kelapa sawit mengandung kadar selulosa sebesar 31 % sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam pembuatan asam oksalat. Pada reaksi oksidasi tersebut, temperatur dan waktu reaksi memiliki pengaruh terhadap *yield* asam oksalat yang diperoleh. *Yield* akan meningkat dengan naiknya temperatur dan waktu reaksi, sampai pada satu titik maksimum dan kemudian menurun. Persen *yield* terbesar diperoleh pada kondisi temperatur reaksi 80 °C dan waktu reaksi 50 menit yaitu sebesar 23,2 % dan untuk operasional disarankan menggunakan temperatur 75 %. Hasil analisis fisik yang dilakukan terhadap kristal asam oksalat menyatakan bahwa sifat kristal asam oksalat yang dihasilkan telah sesuai dengan sifat kristal asam oksalat standar.

Daftar Pustaka

- [1] Darni Subari, "Utilization of Oil Palm Midrib Waste for Particleboard with an Adhesive Mixture of Phenol Formaldehyde and Acacia Tannin", *IOSR Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology (IOSR-JESTFT)*, Volume 8 (Januari 2014), hal : 10 – 15.
- [2] Eldo Sularto Marbun. "Sintesis Bioplastik dari Pati Ubi Jalar Menggunakan Penguat Logam ZnO dan Penguat Alami Selulosa". Skripsi, Program Sarjana Fakultas Teknik Universitas Indonesia, Depok, 2012.
- [3] Jenny Elisabeth dan Simon P. Ginting, *Pemanfaatan Hasil Samping Industri Kelapa Sawit Sebagai Bahan Pakan Ternak Sapi Potong* (Medan : Pusat Penelitian Kelapa Sawit, 2003).

- [4] Jyoti D Mane, et al., "Utilisation of Sugarcane Trash and Other Cellulosic Wastes for Production of Oxalic Acid", *Biological Waste* 25 (1988), hal : 171-176.
- [5] Kirk Othmer, *Encyclopedia of Chemical Technology, Volume 1. Fourth Edition* (2007).
- [6] Kuponiyi, Theresa I Edewor dan Omotayo S Amuda. "Evaluation of the Production of Oxalic Acid from Some Solid Industrial Wastes in Nigeria". *International Journal of Basic and Applied Science*. Vol. 02, No. 01. July 2013. E-ISSN : 2301-4458; P-ISSN : 2301-8038, hal : 91-97.
- [7] M. D Mathew, M. Gopal, S. K. Banerjee, "Preparation of Oxalic Acid from Jute Stick, an Agrowaste", *Indian Council of Agricultural Research. Agricultural Wastes* 11 (1984), hal : 47-59.
- [8] Medonna Febrina Putri, Dita Permata Sari, Adisty Caesari, Gilda Miranda (2013). *Biobleaching Pelepah Sawit Sebagai Bahan Baku Pembuatan Nitroselulosa Menggunakan Enzim Xylanase*. <http://artikel.dikti.go.id>
- [9] Ni Ketut Sari, "Vapor - Liquid Equilibrium (VLE) Water - Ethanol from Bulrush Fermentation", *Jurnal Teknik Kimia, Volume 5, No. 1, (September 2010)*.
- [10] P. I. Oghome, K. O. Amanze, C. I. O. Kamalu, A. C. Nkwocha, S. O. Opebiyi, "Comparative Analysis of Oxalic Acid Produced from Rice Husk dan Paddy", *International Journal of Engineering Science and Technology (IJEST)*, IV (September 2012).
- [11] Pamilia Coniwanti, Oktarisky, Rangga Wijaya, "Pemanfaatan Limbah Sabut Kelapa Sebagai Bahan Baku Pembuatan Asam Oksalat dengan Reaksi Oksidasi Asam Nitrat", *Jurnal Teknik Kimia*, 4(15) 2008.
- [12] Podgorski, Waldemar dan Wladyslaw Lesniak. "Oxalic Acid Production by *Aspergillus Niger*". *Food Biotechnology Department, Institute of Chemistry and Food Technology, Wroclaw University of Economics*. 2003.
- [13] Silvia Asri Padil dan Yelmida Aziz. "Penentuan Temperatur Terhadap Kemurnian Selulosa- α Batang Sawit Menggunakan Ekstrak Abu TKS". Skripsi, Program Sarjana Fakultas Teknik Universitas Riau, Pekanbaru, 2010.
- [14] Widiatmini Sih Winanti (2014). *Pengembangan dan Alih Teknologi untuk Mitigasi dan Adaptasi Perubahan Iklim*, Dewan Nasional Perubahan Iklim.