

PEMBUATAN ASAM OKSALAT DARI PELEPAH KELAPA SAWIT MENGUNAKAN METODE PELEBURAN ALKALI

Seri Maulina, M Hidayat Hasibuan*

Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sumatera Utara
Jl. Almamater Kampus USU Medan, 20155 Indonesia

*Email: mhidayaths91@gmail.com

Abstrak

Pelepah kelapa sawit merupakan salah satu limbah padat dari perkebunan kelapa sawit yang mengandung bahan berlignoselulosa yaitu selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Selulosa dari limbah pelepah kelapa sawit dapat diolah lebih lanjut menjadi produk yang bermanfaat dan bernilai ekonomis, salah satunya dengan dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan asam oksalat. Tujuan penelitian ini adalah mengkaji pengaruh temperatur dan waktu reaksi pada hidrolisis pelepah kelapa sawit dengan metode peleburan alkali dalam menghasilkan asam oksalat. Penelitian ini terdiri dari dua tahap, yaitu tahap preparasi pelepah kelapa sawit dan tahap sintesis asam oksalat yang meliputi proses peleburan alkali dan kristalisasi. Analisis yang dilakukan terhadap bahan baku meliputi analisis kadar air dan kadar selulosa pelepah kelapa sawit. Dari hasil penelitian ini diperoleh kadar air sebesar 53,7% dan kadar selulosa sebesar 30,9%. Pada penelitian ini analisis kuantitatif yang dilakukan berupa konversi selulosa dan *yield* asam oksalat. Dari hasil penelitian ini diperoleh kondisi optimum pada temperatur reaksi 90 °C dan waktu reaksi 60 menit dengan konversi selulosa sebesar 79,2% dan *yield* asam oksalat sebesar 59,6%. Untuk analisis kualitatif meliputi analisis kemurnian menggunakan FTIR dan analisis titik leleh. Hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa gugus telah mendekati asam oksalat standar dan titik leleh sebesar 101,8 °C menunjukkan bahwa asam oksalat yang diperoleh berupa asam oksalat dihidrat.

Kata kunci: pelepah kelapa sawit, asam oksalat dihidrat, peleburan alkali

Abstract

Palm frond is one of the solid waste from oil palm plantations which contains lignocellulose namely cellulose, hemicellulose, and lignin. Cellulose from waste palm fronds can be further processed into useful products and economic value, one of which is used as raw material for making oxalic acid. The purpose of this research is assess the effect of temperature and reaction time in the hydrolysis of palm fronds with alkali fusion method of producing oxalic acid. The research consisted of two stages that is the stage of preparation of palm fronds and the stage of oxalic acid synthesis, which include alkali fusion and crystallization processes. Analysis of the raw materials include the analysis of water content and cellulose content of palm fronds. From the results of this study showed water content is 53.7% and cellulose content is 30.9%. At this research for quantitative analysis includes the conversion of cellulose and yield oxalic acid. From these results obtained optimum conditions at a reaction temperature of 90 °C and a reaction time of 60 minutes the cellulosic conversion is 79.2% and a yield is 59.6% oxalic acid. For qualitative analysis includes purity analysis using FTIR and melting point analysis. FTIR analysis results indicate that the group has approached the standard of oxalic acid and melting point of 101.8 °C which indicates that the oxalic acid is obtained in the form of oxalic acid dihydrate.

Keywords: palm fronds, oxalic acid dihydrate, alkali fusion

Pendahuluan

Perkebunan kelapa sawit yang terus berkembang di hampir seluruh provinsi di Indonesia menempatkan Indonesia sebagai penghasil minyak kelapa sawit terbesar di dunia yang diikuti oleh Malaysia sebagai pesaing utama Indonesia [10]. Perkembangan perkebunan kelapa sawit berdampak pada peningkatan limbah dari perkebunan tersebut yang belum dimanfaatkan secara optimal. Limbah yang dihasilkan dari tanaman kelapa sawit mulai dari pra panen hingga

proses pemanenan, salah satunya adalah pelepah kelapa sawit. 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 [1].

Teori

Kelapa sawit (*elaeis guineensis*) adalah tanaman pohon tropis yang terutama ditanam untuk produksi industri minyak nabati. Habitat asli kelapa sawit adalah hutan hujan tropis dengan curah hujan 1780 – 2280 mm³ per tahun dengan kisaran suhu 24 – 30 °C. Kelapa sawit juga toleran dengan berbagai jenis tanah asalkan mendapat pasokan air yang cukup [6]. Untuk pertumbuhan dan produksi yang optimal, tanaman kelapa sawit membutuhkan curah hujan yang tinggi dan suhu yang stabil sepanjang tahun, tanah harus dalam dan berdrainase baik. Tanaman kelapa sawit tumbuh terutama di dataran rendah daerah tropis di bawah ketinggian 400 m [12]. Total potensi jumlah limbah pelepah kelapa sawit di Indonesia sebanyak 81.887.936 ton/tahun [11]. Nutrisi pelepah kelapa sawit meliputi 5,8 % protein kasar, 48,6 % serat kasar, dan 3,3 % abu [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, dan lignin.

Tabel 1. Komposisi Kimia Pelepah Kelapa Sawit [4]

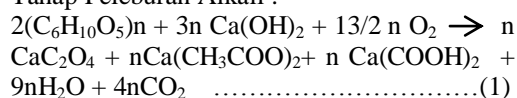
Komponen Kimia	Kadar (%)
Selulosa	31,5 ± 0,3
Hemiselulosa	19,2 ± 0,1
Lignin	14,0 ± 0,5
Abu	12,3 ± 0,2
Protein	9,4 ± 0,1

Selulosa adalah senyawa berbentuk benang-benang serat, terdapat sebagai komponen terbesar dalam dinding sel pepohonan, jerami, rumput, enceng gondok, dan tanaman lainnya. Selulosa pada tanaman merupakan serat-serat panjang yang bersama-sama hemiselulosa membentuk 5 dan 6 karbon gula dan lignin. Molekul-molekul tersebut berikatan dan membentuk rantai panjang dari kesatuan D-glukose yang dihubungkan oleh rantai β glukosidal,4.

Asam oksalat disintesis untuk pertama kali pada tahun 1776 oleh Scheele melalui oksidasi gula dengan asam nitrat. Asam oksalat banyak digunakan dalam industri sebagai bahan pembuatan seluloid, rayon, bahan peledak, penyamakan kulit, pemurnian gliserol dan pembuatan zat warna. Selain itu asam oksalat juga dapat digunakan sebagai pembersih peralatan dari besi, katalis, dan reagen laboratorium [5]. Asam oksalat dapat dihasilkan dari bahan-bahan berselulosa dengan metode peleburan alkali. Pembuatan asam oksalat dengan proses peleburan alkali dilakukan menggunakan bahan baku yang mengandung

selulosa tinggi seperti serbuk gergaji, sekam padi, tongkol jagung, dan lain-lain. Bahan ini dilebur dengan alkali hidroksida seperti natrium hidroksida atau kalsium hidroksida pada suhu 240 – 285 °C. Produk yang diperoleh direaksikan dengan asam sulfat untuk membentuk asam oksalat dan kalsium sulfat [2]. Berikut reaksi-reaksi yang terjadi pada proses peleburan alkali menggunakan alkali Ca(OH)₂ dimana tidak digunakan CaCl₂ pada tahap pengendapan, karena senyawa oksalat hasil dari proses peleburan telah diikat oleh ion Ca²⁺ dari Ca(OH)₂ yang berlangsung secara simultan dengan proses peleburan tersebut.

Tahap Peleburan Alkali :



Tahap Pengasaman :



Metodologi Penelitian

Bahan dan Peralatan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu pelepah kelapa sawit, kalsium hidroksida (Ca(OH)₂), asam sulfat (H₂SO₄), etanol (C₂H₅OH) dan *aquadest* (H₂O). Peralatan yang digunakan adalah Erlenmeyer, *beaker glass*, refluks kondensor, oven, *ball mill*, dan *hot plate*.

Preparasi Pelepah Kelapa Sawit

Pelepah kelapa sawit dipotong kecil-kecil kemudian dikeringkan di oven dengan temperatur 105 °C selama 30 menit. Selanjutnya dimasukkan kedalam desikator selama 10 menit dan ditimbang. Dilakukan pengeringan sampai berat pelepah kelapa sawit konstan. Pelepah kelapa sawit yang telah kering dihaluskan menggunakan *ball mill* dan diayak dengan ayakan 50 mesh.

Sintesis Asam Oksalat

Pelepah kelapa sawit kering sebanyak 15 gram yang telah diayak dengan ayakan 50 *mesh* dimasukkan ke dalam labu *beaker glass* dan ditambahkan dengan 250 ml larutan Ca(OH)₂ 3,5 N. Lalu dipanaskan di atas *hot plate* pada T (70, 80, 90, 100, 110) °C selama t (40, 50, 60, 70, 80) menit dengan kecepatan pengadukan 225 rpm. Bahan didinginkan selama 10 menit, lalu disaring dan dicuci dengan *aquadest* panas ±150 ml. Filtrat ditambahkan dengan H₂SO₄ 4N sebanyak 100

ml, dan didiamkan hingga terbentuk endapan kalsium sulfat. Kemudian campuran disaring dan dicuci menggunakan etanol 96% hingga didapat filtrat berupa larutan asam oksalat. Filtrat dipanaskan dengan *waterbath* pada suhu 70 °C selama 1 jam. Filtrat didinginkan selama 24 jam sampai terbentuk endapan asam oksalat yang berupa kristal jarum berwarna putih. Hasil yang diperoleh dimurnikan dengan proses rekristalisasi menggunakan pelarut etanol 96%.

Analisis Bahan Baku dan Asam Oksalat

Analisis bahan baku pelepah kelapa sawit berupa analisis kadar air dengan metode oven dan analisis kadar selulosa dengan metode Chesson Datta. Untuk analisis asam oksalat meliputi analisis kuantitatif berupa *yield* dan analisis kualitatif berupa FTIR dan titik leleh.

Hasil

Analisis Kadar Air dan Kadar Selulosa Pelepah Kelapa Sawit

Bahan baku pelepah kelapa sawit yang digunakan dalam penelitian ini mengandung kadar air sebesar 53,7 %. Pelepah kelapa sawit yang digunakan dalam penelitian ini diambil pada kondisi cuaca cukup panas sehingga kadar air tidak terlalu tinggi. Sedangkan hasil analisis kadar selulosa pelepah kelapa sawit mengandung selulosa sebesar 30,9 %. Semakin tinggi kadar selulosa maka *yield* asam oksalat yang dihasilkan akan semakin besar [7].

Analisis Konversi Selulosa Pelepah Kelapa Sawit

Konversi selulosa bertujuan untuk mengetahui banyaknya selulosa yang terkonversi menjadi kristal asam oksalat. Berikut Persamaan 1 cara penentuan konversi selulosa.

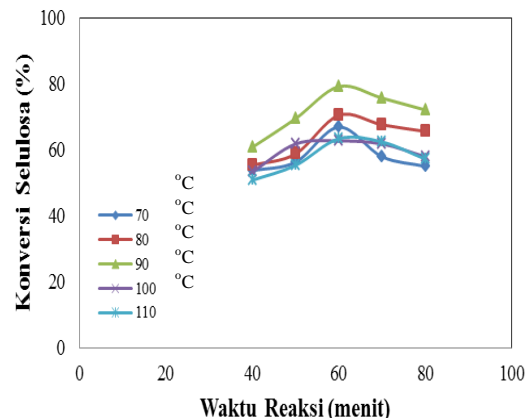
$$X = \frac{S_1 - S_2}{S_1} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

Dimana:

- X : Konversi selulosa
- S₁ : Kadar selulosa pada bahan baku
- S₂ : Kadar selulosa pada residu yang sudah direaksikan dengan Ca(OH)₂ pada temperatur dan waktu reaksi yang telah direaksikan

Gambar 1 menunjukkan kurva fluktuasi konversi selulosa terhadap pengaruh temperatur dan waktu reaksi menunjukkan profil konversi selulosa secara umum yang berfluktuasi seiring dengan naiknya temperatur dan waktu reaksi. Konversi selulosa paling optimum diperoleh pada temperatur reaksi 90 °C dengan waktu reaksi 60

menit. Hal ini kemungkinan disebabkan energi yang diberikan kepada reaktan untuk saling bereaksi lebih besar sehingga lebih cepat selulosa terkonversi menjadi asam oksalat. Tetapi setelah waktu reaksi 60 menit konversi selulosa mengalami penurunan. Konversi selulosa pelepah kelapa sawit yang dihasilkan disajikan dalam gambar 1.



Gambar 1. Pengaruh Temperatur dan Waktu Reaksi terhadap Konversi Selulosa Pelepah Kelapa Sawit

Penurunan konversi selulosa terjadi disebabkan selulosa yang bereaksi dengan Ca(OH)₂ yang berupa basa kuat menghasilkan asam oksalat. Kemudian terjadi reaksi lanjut dari asam oksalat berupa reaksi penguraian asam oksalat yang dikenal dengan istilah dekarboksilasi asam oksalat. Reaksi ini menguraikan asam oksalat yang terbentuk menjadi asam formiat, CO₂, CO dan air [7]. Berikut reaksi dekomposisi asam oksalat:



Analisis Yield Asam Oksalat

Yield asam oksalat didefinisikan sebagai:

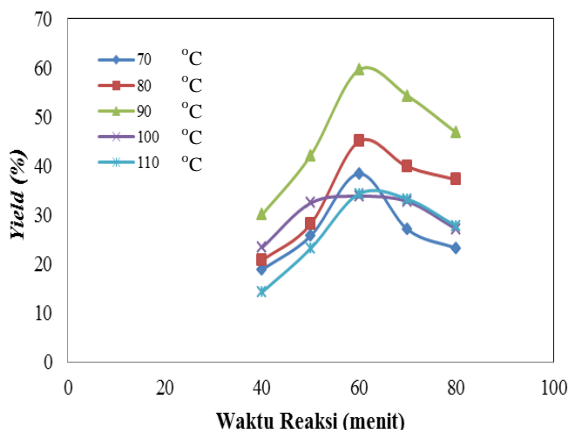
$$Yield = \frac{W_{\text{asam oksalat}}}{W_{\text{pelepah kelapa sawit}}} \times 100\% \dots\dots(2)$$

Dimana:

- W_{asam oksalat} : Berat asam oksalat hasil sintesis
- W_{pelepah kelapa sawit} : Berat pelepah kelapa sawit

Gambar 2 menunjukkan pengaruh temperatur dan waktu reaksi terhadap *yield* asam oksalat yang dihasilkan. Secara umum terjadi kenaikan dan penurunan *yield* dengan naiknya temperatur dan waktu reaksi. Terdapat juga titik optimum pada setiap temperatur reaksi dan waktu reaksinya. Titik optimum

pada analisis *yield* asam oksalat yakni pada temperatur 90 °C dengan waktu reaksi 60 menit. Peningkatan *yield* disebabkan karena terjadinya fenomena peningkatan energi kinetik pada molekul-molekul reaktan seiring dengan adanya kenaikan temperatur dan waktu reaksi sampai pada titik optimum 60 menit. Hasil analisis *yield* asam oksalat disajikan pada gambar 2.



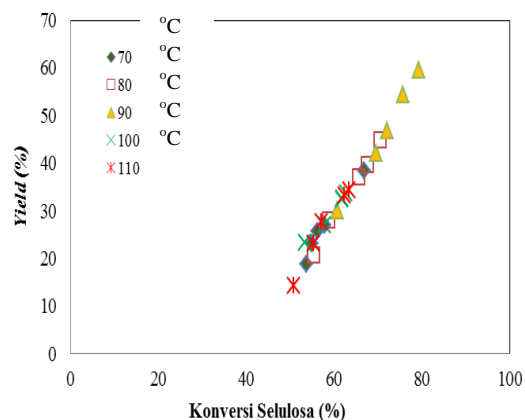
Gambar 2. Pengaruh Temperatur dan Waktu Reaksi terhadap *Yield* Asam Oksalat

Dengan semakin meningkatnya energi kinetik pada molekul-molekul reaktan, maka semakin besar pula terjadinya tumbukan antar molekul reaktan, sehingga mengakibatkan laju reaksi pembentukan produk juga semakin besar. Kemudian setelah melewati titik optimum pada waktu reaksi 60 menit terjadi penurunan *yield* yang signifikan. Hal ini kemungkinan juga disebabkan terjadinya reaksi penguraian atau dekarboksilasi asam oksalat. Reaksi ini menguraikan asam oksalat yang terbentuk menjadi asam formiat, CO₂, CO, dan air [7].

Hubungan antara *Yield* Vs Konversi Selulosa

Hubungan antara konversi selulosa dengan *yield* asam oksalat yang dihasilkan yaitu persentase konversi selulosa yang menjadi asam oksalat. Gambar 3 menunjukkan bahwa jika konversi selulosa semakin tinggi maka *yield* yang dihasilkan juga semakin tinggi. Tetapi pada hasil penelitian ini konversi selulosa tidak secara keseluruhan menghasilkan asam oksalat sehingga *yield* yang diperoleh menurun setelah konversi selulosa mencapai titik optimum pada temperatur 90 °C dan waktu reaksi 60 menit. Persamaan reaksi 3 merupakan penyebab konversi selulosa mengalami penurunan sehingga selulosa yang disintesis untuk menghasilkan asam oksalat terurai oleh reaksi lanjut yang dikenal dengan istilah reaksi dekarboksilasi asam oksalat sehingga hasil konversi selulosa menjadi asam oksalat terhambat

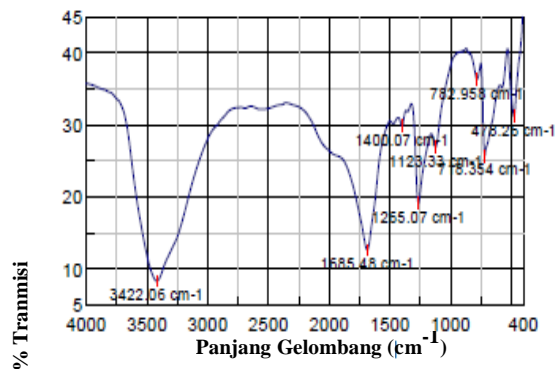
dan tidak sesuai dengan grafik diatas dimana semakin tinggi konversi selulosa maka semakin tinggi pula *yield* yang dihasilkan.



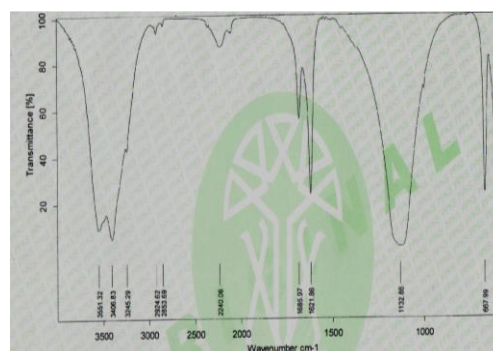
Gambar 3. Konversi Selulosa vs *Yield*

Analisis FTIR

Dapat dilihat perbandingan karakteristik antara asam oksalat standar dengan asam oksalat hasil sintesis pada gambar 4 dan 5.



Gambar 4. Spektrum Infra Merah Asam Oksalat Standar [6]



Gambar 5. Spektrum FTIR Asam Oksalat Hasil Sintesis

Tabel 2. Perbandingan Setiap Gugus Antara Asam Oksalat Standar Dengan Asam Oksalat Hasil Sintesis.

Gugus Fungsional	Asam Oksalat Standar	Asam Oksalat Sintesis
O-H	3422,06	3406,83
C=O	1685,48	1685,97
C-O	1123,33	1132,86
C-H	718,35	667,99

Vibrasi regangan antara asam oksalat standar dengan asam oksalat hasil sintesis pelepah kelapa sawit memiliki puncak yang tidak jauh berbeda seperti yang terlihat pada Tabel 2. Hal ini membuktikan bahwa dalam penelitian ini, senyawa yang dihasilkan merupakan asam oksalat. Puncak-puncak lain yang terdapat pada hasil analisis FTIR asam oksalat sintesis menunjukkan bahwa asam oksalat yang diperoleh masih belum murni karena masih adanya pengotor pada kristal asam oksalat.

Analisis Titik Leleh

Analisis titik leleh dilakukan untuk menentukan kemurnian dan juga untuk mengidentifikasi suatu bahan padat [8]. Kristal asam oksalat yang dihasilkan memiliki titik leleh sebesar 101,8 °C. Asam oksalat murni memiliki titik leleh sebesar 101,5 °C [9]. Dari hasil analisis tersebut asam oksalat hasil sintesis memiliki karakteristik yang sama dengan asam oksalat dihidrat (C₂H₂O₄.2H₂O), maka dapat disimpulkan bahwa produk yang dihasilkan dari penelitian ini merupakan asam oksalat dihidrat.

Kesimpulan

1. *Yield* asam oksalat dan konversi selulosa pada penelitian ini memiliki titik optimum pada temperatur 90 °C dan waktu reaksi 60 menit dengan *yield* sebesar 59,6% dan konversi selulosa sebesar 79,2%.
2. Analisis fisik yang dilakukan terhadap kristal asam oksalat meliputi analisis kemurnian menggunakan FTIR dan titik leleh. Hasil analisis titik leleh yang diperoleh yakni 101,8 °C. Hasil ini menyatakan bahwa kristal asam oksalat yang didapat berupa kristal asam oksalat dihidrat.

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.

[2] Iriany, Andrew Faguh S, Rahmad Dennie A Pohan, Pembuatan Asam Oksalat Dari Alang-Alang (*Imperata Cylindrica*) Dengan Metode Peleburan Alkali, Skripsi, Universitas Sumatera Utara, Medan, 2015.

[3] Jenny Elisabeth dan Simon P. Ginting, Pemanfaatan Hasil Samping Industri Kelapa Sawit Sebagai Bahan Pakan Ternak Sapi Potong, Skripsi, Medan : Pusat Penelitian Kelapa Sawit, 2003.

[4] Lim Sheh Hong, Darah Ibrahim, Ibrahim Che Omar, Oil Palm Frond for The Production of Bioethanol, International Journal of Biochemistry and Biotechnology, 1 Maret 2012.

[5] Retno Dewati, Kinetika Reaksi Pembuatan Asam Oksalat dari Sabut Siwalan dengan Oksidator H₂O₂, Jurnal Penelitian Ilmu Teknik, Vol. 10, No.1 Juni 2010.

[6] Sheila Douglas, Anne Casson, The Impacts and Opportunities of Oil Palm in Southeast Asia, International Forestry Research, Indonesia, 2009.

[7] Seri Maulina, Iloan Pandang, Yos Pawan Ambarita, Comparative Study Of Utilization Of Oil Palm Frond to Produce Oxalic Acid by Using Alkali Fusion and Oxidation Method, Prosiding ICCS, 2015.

[8] Stew Dent, Purity and Identification of Solids Using Melting Points, Department of Chemistry Portland State University Portland, 2006.

[9] SJC Compliance Education, Inc, Safety Data Sheet : Oxalic Acid Dihydrate, 2015.

[10] Tuti Ermawati, Kinerja Ekspor Minyak Kelapa Sawit Indonesia, Pusat Penelitian Ekonomi LIPI, Jakarta, 2013.

[11] Widiatmini Sih Winanti, Pengembangan dan Alih Teknologi untuk Mitigasi dan Adaptasi Perubahan Iklim, Dewan Nasional Perubahan Iklim, 2014.

[12] Willy Verheye, Growth and Production of Oil Palm, Soils, Plant Growth and Crop Production, Vol 2, Encyclopedia of Life Support Systems (EOLLS), 2011.