

## PEMBUATAN ASAM OKSALAT DARI SEKAM PADI

Endang Mastuti W.

Jurusan Teknik Kimia-Fakultas Teknik  
Universitas Sebelas Maret Surakarta

**Abstract:** Rice husk is one of the agricultural waste containing cellulose. The oxalic acid can be produced from this material through 4 steps: reaction, precipitation, acidification and crystallization. Rice husk contain 52,5% of cellulose and 12,03% of water, could be converted into oxalic acid by alkaline process. Experiments were carried out in a three necks glass equipped with a thermometer, mixer, heater and water cooler. Cooking solution were varied 0,5 1,0 1,5 2,5 3,5 4,5 and 5,5N of NaOH solution and cooking time were 30, 45, 60, 75, 90 and 105 minutes. A maximum oxalic acid conversion at about 0,8417 or 44,19% mass of rice husk was obtained from cooking of 25 gram rice husk in 250 ml of 3,5N NaOH solution at a solution boiling temperature for 75 minutes and 225 rpm mixer. Oxalic acid conversion increased at 30 to 75 minutes and at 0,5 to 3,5N of NaOH solution.

**Key word:** rice husk, cellulose, alkaline process, oxalic acid.

### PENDAHULUAN

Sekam padi adalah limbah hasil pertanian yang masih kurang dimanfaatkan. Selama ini bahan tersebut digunakan sebagai bahan bakar, penadah kotoran ternak, pupuk organik atau dibuang begitu saja.

Sekam padi mengandung karbon dalam bentuk selulosa dalam jumlah yang cukup besar. Selulose merupakan senyawa karbon rantai panjang yang bisa direngkai menjadi senyawa karbon yang lebih sederhana menggunakan alkali kuat.

Penelitian ini akan mempelajari pengaruh waktu dan konsentrasi larutan NaOH pada reaksi pembuatan asam oksalat dari sekam padi.

### TINJAUAN PUSTAKA

Sekam padi mempunyai kandungan karbohidrat yang cukup tinggi dengan selulose sebagai penyusun utamanya. Selulosa adalah penyusun utama kayu yang berwarna putih dan tidak larut dalam air maupun dalam pelarut organik. Selulosa merupakan polisakarida yang tersusun dari molekul-molekul anhidroglukosa. Molekul-molekul tersebut saling berkaitan dan membentuk rantai panjang, sehingga berat molekul selulosa sangat besar. Untuk itu, rumus molekul dapat ditulis dengan  $(C_6H_{10}O_5)_n$ . Selulosa dapat

mengadakan reaksi kimia karena mengandung gugus reaktif, yaitu :

1. Gugus hidroksil, setiap molekul monosakarida mengandung 3 gugus hidroksil
2. Gugus pereduksi, gugus ini dapat mengadakan reaksi dengan alkali kuat.

Selulosa bila direaksikan dengan alkali kuat akan menghasilkan asam oksalat, asam esetat dan asam formiat [3]. Reaksi dengan alkali kuat tersebut juga sering disebut hidrolisis atau peleburan.

Asam oksalat merupakan senyawa dikarboksilat yang atom-atom C nya mampu mengikat lebih dari satu gugus hidroksil. Asam ini mempunyai bentuk kristal rombis piramid, tidak berwarna dan transparan, tidak berbau dan higroskopis. Asam oksalat mudah teroksidasi total dan oleh pengaruh panas yang tinggi akan terurai menjadi  $CO_2$  dan asam formiat. Secara alami asam oksalat bisa terjadi dalam tumbuh-tumbuhan dan dapat dibuat dengan ekstraksi alkali dari limbah penggergajian.[4,5]

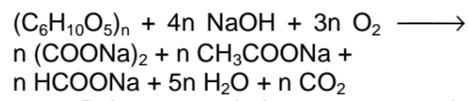
Berdasarkan zat penghidrolisis yang digunakan, reaksi hidrolisis dapat dikelompokkan sebagai berikut : [2]

1. Hidrolisis murni, hanya digunakan air.
2. Hidrolisis dengan larutan asam, encer atau pekat.
3. Hidrolisis dengan larutan alkali, encer atau pekat.
4. *Alkali fusion*, dengan sedikit atau tanpa air pada temperature tinggi.

5. Hidrolisis dengan enzim sebagai katalis.

Pada penggunaan larutan alkali sebagai larutan penghidrolisis, alkali yang efektif digunakan adalah alkali kuat misalnya NaOH dan Ca(OH)<sub>2</sub>.

Pada proses peleburan, lignin didalam sekam akan terlepas dari ikatannya dengan selulosa, sedang pada pemanasan lebih lanjut mengalami oksidasi dan perombakan menjadi garam-garam oksalat, asetat dan formiat. Reaksi yang terjadi pada peleburan adalah sebagai berikut:



Beberapa hal yang perlu diperhatikan pada proses hidrolisis yaitu konsentrasi zat penghidrolisis, waktu, suhu, perbandingan reaktan, ukuran bahan dan kecepatan pengadukan.

Dari kinetika reaksi kimia, semakin tinggi suhu, reaksi makin cepat karena tetapan kecepatan reaksi dipengaruhi oleh suhu seperti yang ditunjukkan oleh persamaan Arrhenius :

$$k = A \exp . \frac{-E}{Rt} \quad 2$$

Dengan demikian konversi akan naik dengan naiknya suhu. Semakin lama waktu hidrolisis, konversi yang dicapai semakin besar sampai batas waktu tertentu, dan bila waktu diperpanjang, penambahan konversi kecil sekali karena terjadi dekomposisi hasil. Agar persentuhan antara zat-zat pereaksi berlangsung baik, maka perlu diberikan pengadukan. Pengadukan juga akan meratakan suhu pemanasan sehingga reaksi berjalan sempurna. Ukuran bahan makin halus akan memperluas bidang kontak, kecepatan reaksi bertambah dan konversi akan naik. Peningkatan konsentrasi zat penghidrolisis akan memperbesar kecepatan reaksi, tetapi konsentrasi yang tinggi kadang-kadang dapat memberikan hasil samping yang tidak diinginkan. [2].

Pada umumnya, reaksi akan berjalan cepat pada awal reaksi dan setelah waktu tertentu menjadi semakin lambat, kemudian berhenti pada waktu

tak terhingga [7]. Agar reaksi sempurna, biasanya digunakan zat penghidrolisis secara berlebihan, sehingga reaksinya dianggap reaksi orde 1, yang akan mengikuti persamaan

$$\ln (1 - x) = - kt$$

x = konversi

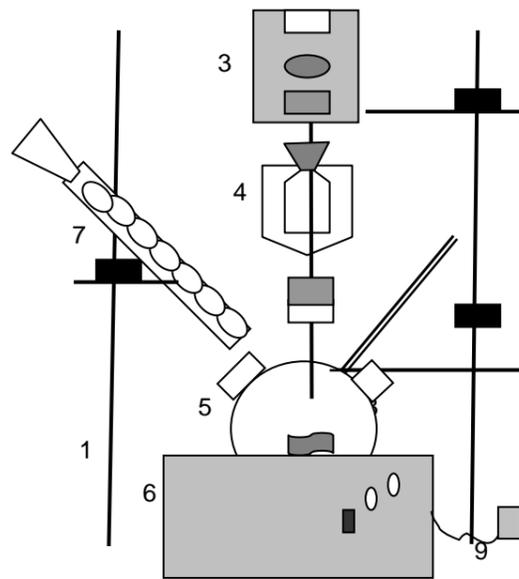
t = waktu

k = tetapan kecepatan reaksi

#### METODOLOGI PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi, NaOH, KMnO<sub>4</sub>, Asam Sulfat, Kalsium Klorida. .

Alat dan rangkaian alat terlihat pada Gambar 1.



Keterangan :

1. Statif
2. Klem
3. Motor pengaduk
4. Pengaduk merkuri
5. Labu leher tiga
6. Pemanas mantel
7. Pendingin bola
8. Termometer
9. Sumber arus

**Gambar 1. Rangkaian Alat**

Larutan NaOH konsentrasi tertentu direaksikan dengan sekam padi dalam labu leher tiga pada suhu didih larutan dalam

waktu tertentu disertai pengadukan. Larutan hasil reaksi didinginkan lalu disaring. Oksalat yang terjadi diendapkan sebagai kalsium oksalat kemudian dipisahkan menjadi asam oksalat menggunakan larutan asam sulfat. Endapan kalsium sulfat dipisahkan, filtratnya diuapkan sehingga terbentuk kristal asam oksalat. Analisa hasil dilakukan terhadap larutan hasil penyaringan dengan cara titrasi menggunakan larutan  $\text{KMnO}_4$  0,1 N.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

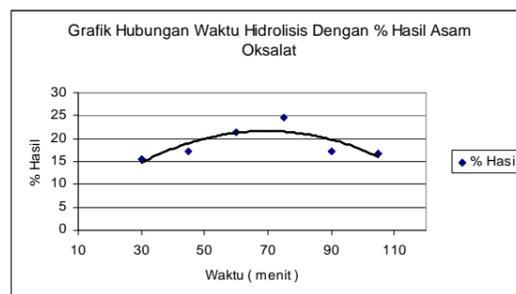
#### Pengaruh waktu hidrolisis

Hasil penelitian pengaruh waktu hidrolisis pada konsentrasi larutan NaOH 1 N, suhu didih larutan (98 °C) berat sekam padi 25 g, volume larutan penghidrolisis 250 ml dan kecepatan pengadukan 225 rpm, dapat dilihat pada Tabel 1 dan Gambar 2.

**Tabel 1. Pengaruh waktu terhadap % asam oksalat**

| No | Waktu (menit) | % hasil |
|----|---------------|---------|
| 1  | 30            | 15,5588 |
| 2  | 45            | 17,1763 |
| 3  | 60            | 21,3135 |
| 4  | 75            | 24,5167 |
| 5  | 90            | 17,1280 |
| 6  | 105           | 16,7410 |

$$\% \text{ hasil} = \frac{\text{gram asam oksalat}}{\text{gram sampel}} \times 100\%$$

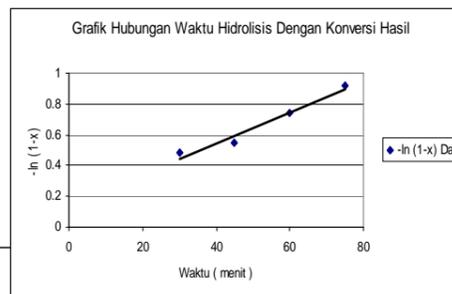


**Gambar 2. Grafik Hubungan Waktu Hidrolisis Dengan % Hasil Asam Oksalat**

Berdasarkan Tabel 1 dan Gambar 2 dapat dilihat bahwa semakin lama waktu hidrolisis, % hasil semakin naik dan mencapai hasil yang maksimum pada waktu 75 menit. Kemudian pada variable waktu di atas 75 menit, hasil yang didapatkan menurun. Hal ini menunjukkan, semakin lama waktu hidrolisis maka tumbukan antara molekul zat pereaksi semakin banyak sehingga hasil yang didapatkan semakin besar. Di atas 75 menit jumlah reaktan sudah menurun dan akan terjadi reaksi lanjut menjadi formiat atau asetat sehingga menurunkan hasil. Hubungan waktu proses dengan hasil asam oksalat dapat dinyatakan dengan persamaan :  $Y = 0,21349 + 0,61844X - 0,00445X^2$ . Pengaruh waktu hidrolisis terhadap konversi hasil dapat dilihat pada Tabel 2 dan Gambar 3.

**Tabel 2. Pengaruh waktu hidrolisis terhadap konversi .**

| No | Waktu (menit) | x      | -ln(1-x) |
|----|---------------|--------|----------|
| 1  | 30            | 0,3815 | 0,4805   |
| 2  | 45            | 0,4210 | 0,5465   |
| 3  | 60            | 0,5222 | 0,7386   |
| 4  | 75            | 0,6000 | 0,9163   |
| 5  | 90            | 0,4200 | 0,5450   |
| 6  | 105           | 0,4100 | 0,5276   |



**Gambar 3. Grafik Hubungan Waktu Hidrolisis dengan Konversi untuk rentangan antara 30 sampai 75 menit**

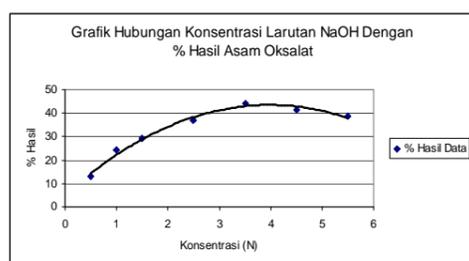
Dari hasil penelitian bisa dilihat kecenderungan hubungan waktu dengan konversi mirip seperti hubungan waktu dengan %hasil. Nampak yang memenuhi persamaan reaksi orde satu adalah reaksi antara waktu 30-75 menit. Hal itu mengikuti persamaan  $-\ln(1-x) = 0,14565 + 0,01 t$ . serta ditunjukkan oleh Gambar 3.

#### Pengaruh konsentrasi larutan NaOH

Hasil penelitian pengaruh konsentrasi larutan NaOH untuk : waktu hidrolisis 75 menit pada suhu didih larutan , berat sekam padi 25 gram, volume larutan penghidrolisis 250 ml serta kecepatan pengadukan 225 rpm, dapat dilihat pada Tabel 3 dan Gambar 4.

**Tabel 3. Pengaruh konsentrasi larutan NaOH terhadap % hasil asam oksalat.**

| No | Konsentrasi (N) | % Hasil |
|----|-----------------|---------|
| 1  | 0,5             | 12,8822 |
| 2  | 1,0             | 24,5157 |
| 3  | 1,5             | 29,2570 |
| 4  | 2,5             | 37,0561 |
| 5  | 3,5             | 44,1907 |
| 6  | 4,5             | 41,3190 |
| 7  | 5,5             | 38,7071 |



**Gambar 4. Grafik Hubungan Konsentrasi Larutan NaOH Dengan % Hasil Asam Oksalat.**

Dari Tabel 3 dan Gambar 4 dapat dilihat, semakin tinggi konsentrasi larutan NaOH maka % hasil asam oksalat semakin naik dan mencapai hasil maksimum pada konsentrasi larutan NaOH 3,5 N, selanjutnya pada konsentrasi diatas 3,5 N. % hasil menurun. Dengan naiknya konsentrasi larutan NaOH maka selulose yang terhidrolisis akan semakin banyak sehingga %hasil asam oksalat juga semakin naik. Tetapi pada penggunaan konsentrasi lebih dari 3,5N dimungkinkan terjadi reaksi samping sehingga hasil asam oksalat menurun. Hubungan konsentrasi larutan NaOH dengan %hasil asam oksalat dinyatakan dengan persamaan:

$$Y = 5,6781 + 19,0378 X - 2,39367 X^2 .$$

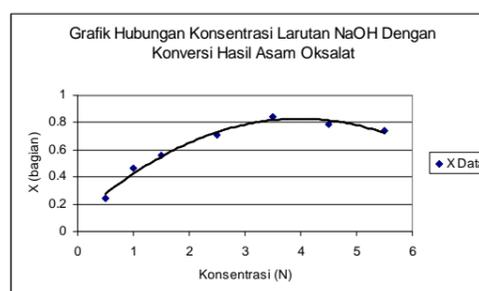
X = konsentrasi larutan NaOH

Y = % hasil asam oksalat

Pengaruh konsentrasi larutan NaOH terhadap konversi bisa dilihat pada Tabel 4 dan Gambar 5. Nampak Gambar 5 mempunyai kecenderungan yang sama dengan Gambar 4. Meningkatnya konsentrasi larutan NaOH akan menaikkan %hasil asam oksalat dan juga konversi.

**Tabel 4. Data Konversi reaksi pada Variasi Konsentrasi Larutan NaOH**

| No | Konsentrasi ( N ) | X      |
|----|-------------------|--------|
| 1  | 0,5               | 0,2454 |
| 2  | 1,0               | 0,4670 |
| 3  | 1,5               | 0,5573 |
| 4  | 2,5               | 0,7058 |
| 5  | 3,5               | 0,8417 |
| 6  | 4,5               | 0,7869 |
| 7  | 5,5               | 0,7373 |



**Gambar 5. Grafik Hubungan Konsentrasi Larutan NaOH Dengan Konversi Hasil Asam Oksalat**

#### KESIMPULAN

1. Berdasar penelitian yang telah dilaksanakan, sekam padi dapat diolah menjadi asam oksalat.
2. Pengolahan dengan menggunakan larutan NaOH konsentrasi 0,5 - 5,5 N, dan waktu bervariasi dari 30-105 menit.
3. Hasil tertinggi dicapai pada percobaan menggunakan 250 ml larutan NaOH 3,5 N selama 75 menit, pada suhu didih larutan dengan pengadukan 225 rpm untuk setiap 25 gram sekam padi.
4. Konversi asam oksalat yang dihasilkan sebesar 0,8417 atau 44,1907 % dari berat sekam padi
5. Reaksi hidrolisis sekam padi dengan larutan NaOH mengikuti reaksi orde satu dalam rentangan waktu 30-75 menit dan harga tetapan kecepatan reaksi,  $k = 0,01 \text{ menit}^{-1}$ .

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada saudari Lilik Purwati dan Nidaussa`adah yang telah membantu melaksanakan penelitian ini dengan baik.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. Fessenden,RJ and Fessenden,JS, 1999, Kimia Organik, edisi ke-3, Penerbit Erlangga, Jakarta.
2. Groggins, PH, 1958, Unit Processes in Organic Synthesis, 5 ed, Mc Graw Hill Book Company Inc, New York.
3. Kirk, RE and Othmer, DF, 1983, Encyclopedia of Chemical Technology, vol 5, 3ed, ,a Wiley Interscience Publisher Inc. New York.
4. Kirk, RE and Othmer, DF,1967, Encyclopedia of Chemical Technology, vol 17, a Wiley Interscience Publisher Inc.New York.
5. Lewis,RJ and Irving Sax,N, 1983, Hawley's Condensed Chemical Dictionary, 11<sup>th</sup> ed , Van Nostrand Reinhold Company Inc., New York.
6. Pawignyo, dkk, 2001, Pemanfaatan Ampas Tahu untuk Pembuatan Asam Oksalat, Eksergi No 4 Th II, Jur. Teknik Kimia, Fak. Teknologi Industri UPN Yogyakarta.
7. Sukarjo, 1993, Kimia Fisika, Penerbit Rineka Cipta, Yogyakarta.