

Pembuatan Asam Oksalat dari Sekam Padi Menggunakan Proses Hidrolisis

Dimas Hafidz Maulana^{1*}, Jonathan Fayol Sinaga¹, dan Ni Ketut Sari

Program Studi Teknik, Kimia Fakultas Teknik, Universitas Pembangunan Nasional Veteran Jawa Timur
Jalan Raya Rungkut Madya Gunung Anyar, Surabaya, Jawa Timur, 60294, Indonesia

* Corresponding author: dhafidz2001@gmail.com

ABSTRAK

Produksi padi untuk memenuhi kebutuhan semakin meningkat setiap tahun yang menyebabkan banyaknya limbah sekam padi yang dihasilkan. Sekam padi pada penelitian ini mengandung selulosa 26,93% dan lignin 14,07%. Tujuan penelitian adalah untuk menemukan konsentrasi NaOH dan waktu lama pengadukan yang terbaik pada pembuatan asam oksalat dari sekam padi, serta mencari kadar asam oksalat yang dihasilkan dari sekam padi. Variabel peubah dalam penelitian adalah beberapa konsentrasi NaOH yaitu 2N, 3N, 4N, 5N, 6N serta waktu lama pengadukan yaitu 30 menit, 45 menit, 60 menit, 75 menit serta 90 menit. Penelitian ini dimulai dengan proses hidrolisis menggunakan NaOH, pengendapan menggunakan CaCl₂, dilanjutkan pengasaman menggunakan H₂SO₄, lalu dilakukan analisa kadar menggunakan metode titrasi permanganometri. Setelah itu, hasil penelitian dilakukan proses optimasi dengan *Response Surface Methodology menggunakan Minitab*. Konsentrasi NaOH dan waktu pengadukan terbaik yaitu pada konsentrasi NaOH 5N dan waktu lama pengadukan 75 menit dengan kadar asam oksalat yang diperoleh sebesar 11,661%.

Kata Kunci: Asam Oksalat, Hidrolisis, Sekam Padi, Selulosa

PENDAHULUAN

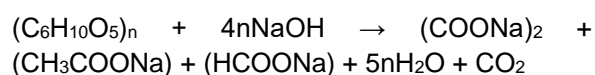
Produksi padi untuk memenuhi kebutuhan semakin meningkat setiap tahun yang menyebabkan banyaknya limbah sekam padi yang dihasilkan. Sekam padi atau kulit gabah adalah bagian terluar dari padi berupa yang berfungsi untuk melindungi bagian dalam pada padi [1]. Sekam padi pada penelitian ini mengandung selulosa 26,93% dan lignin 14,07%. Kandungan selulosa yang terkandung dalam sekam padi ini berpotensi untuk dijadikan bahan baku yang dapat menghasilkan asam oksalat.

Asam oksalat (C₂H₂O₄) merupakan senyawa organik berbentuk serbuk padatan berwarna putih yang larut dalam air. Aplikasi Asam oksalat antara lain untuk membersihkan karat pada logam dan senyawa yang sering digunakan sebagai reagen kimia [2]. Ada beberapa metode yang dapat digunakan dalam pembuatan asam oksalat antara lain oksidasi *ethylene glycol*, oksidasi *propene* dan hidrolisis alkali. Pada proses hidrolisis alkali bahan baku yang digunakan tinggi akan selulosa seperti sabut kelapa, sekam padi, serbuk kayu, dan sebagainya yang dihidrolisis dengan larutan alkali kuat seperti KOH dan NaOH [3].

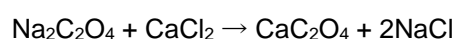
Proses hidrolisis alkali menggunakan larutan NaOH. Penambahan NaOH bertujuan untuk

mengurangi kandungan lignin dan meningkatkan kandungan selulosa. Selulosa memiliki kecenderungan rendah untuk melarut dalam larutan NaOH, sedangkan lignin, hemiselulosa dan kandungan serat lainnya cenderung larut [4]. Alasan pemilihan NaOH adalah karena harganya yang terjangkau dan mudah didapat [5]. Penggunaan alkali kuat dalam reaksi dengan selulosa dapat menghasilkan asam oksalat, asam format, dan asam etanoat. Interaksi dengan larutan alkali ini sering disebut sebagai proses peleburan atau hidrolisis alkali. Gugus reaktif yang ada dalam selulosa, seperti gugus hidroksil dan gugus pereduksi, dapat menginisiasi reaksi [6].

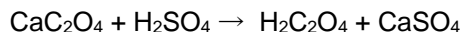
Beberapa tahap dalam pembuatan asam oksalat menggunakan proses hidrolisis [7] yaitu a). proses hidrolisis; pada proses ini, sekam padi yang mengandung selulosa dihidrolisis dengan larutan NaOH. Reaksi sebagai berikut:



b). proses pengendapan; niltrat yang dihasilkan kemudian diendapkan menggunakan larutan CaCl₂. Reaksi sebagai berikut:



c). proses pengasaman; endapan yang terbentuk kemudian direaksikan dengan H_2SO_4 . Reaksi sebagai berikut:



Beberapa penelitian terdahulu, diantaranya menggunakan ampas tebu sebanyak 15 gram, lalu dihidrolisis basa dengan NaOH 3,5 N selama 60 menit dengan pemanasan $180^\circ C$ akan menghasilkan *yield* sebesar 17,93% [3]. Tongkol jagung sebanyak 30 gram lalu mencampurkan NaOH 50% dengan waktu hidrolisis selama 60 menit sehingga didapatkan kadar asam oksalat sebesar 9,80% [8]. Sabut siwalan juga dapat menjadi bahan pembuatan asam oksalat. Dihasilkan asam oksalat sebesar 63,311% dengan NaOH 20% dan waktu peleburan 100 menit. Pada alang-alang diperoleh hasil asam oksalat sebesar 44,39% dengan NaOH 4 N dan waktu pemasakan 60 menit serta suhu hidrolisis $98^\circ C$. Selain itu, memiliki titik lebur sebesar $104^\circ C$ dan (pH) sebesar 1,2 [9].

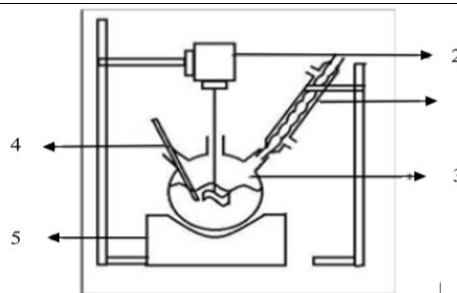
BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini antara lain sekam padi yang didapatkan dari tempat penggilingan padi di daerah Kecamatan Sedati, Sidoarjo. Natrium hidroksida (NaOH), kalsium klorida ($CaCl_2$), asam sulfat (H_2SO_4) digunakan sebagai bahan pembuatan asam oksalat serta kalium permanganat ($KMnO_4$) sebagai bahan untuk titrasi permanganometri yang didapat dari toko bahan kimia Nirwana Abadi, Rungkut, Surabaya.

Metode

Rangkaian alat penelitian yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 1. Rangkaian alat hidrolisis alkali ini terdiri dari kondensor, motor berpengaduk, labu leher tiga, thermometer dan heating mantel. Rangkaian alat dapat dilihat sebagai berikut:



Gambar 1. Alat Hidrolisis

Persiapan bahan baku

Pada tahap persiapan awal, sekam padi dicuci sampai bersih kemudian dikeringkan dengan bantuan sinar matahari. Sekam padi yang kering selanjutnya dihaluskan menggunakan blender serta diayak dengan ayakan 60 mesh. Keringkan menggunakan oven dengan suhu $105^\circ C$ selama 40 menit.

Proses Hidrolisis

Sekam padi 25 gram yang sudah dihaluskan ditambahkan larutan NaOH dengan konsentrasi sesuai variabel yaitu 2; 3; 4; 5; 6 (N) sebesar 250 ml masukkan kedalam labu leher tiga. Kemudian campuran dilakukan proses hidrolisis dengan kecepatan pengadukan 350 rpm, suhu $\pm 90^\circ C$, dan waktu pengadukan sesuai variabel yaitu 30; 45; 60; 75; 90 (menit).

Proses Pengendapan

Setelah proses hidrolisis selesai, larutan disaring untuk memisahkan partikel-partikel yang larut dan diambil filtratnya. Filtrat yang diperoleh dari hasil hidrolisis kemudian dicampur dengan larutan $CaCl_2$ 10% sehingga terjadi pembentukan endapan.

Proses Pengasaman dan Analisa Kadar

Endapan yang terbentuk setelah penambahan $CaCl_2$ 10% kemudian disaring. Selanjutnya, endapan tersebut ditambahkan dengan H_2SO_4 4N sebanyak 100 mL. Hal ini bertujuan untuk menguraikan endapan menjadi asam oksalat dan kalsium sulfat. Setelah itu, campuran tersebut disaring lagi untuk memisahkan endapan yang terbentuk. Endapan yang berhasil dipisahkan kemudian dibuang, sementara filtrat yang diperoleh dari proses penyaringan akan

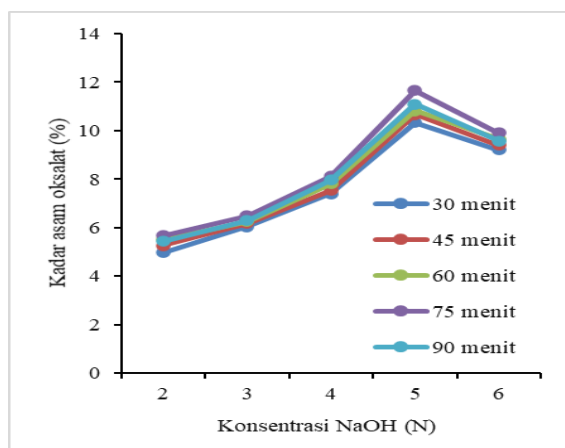
dilakukan analisis menggunakan titrasi permanganometri.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 1. Analisa Kadar Asam Oksalat

NaOH (N)	Kadar Asam Oksalat (%b/b)				
	Waktu Pengadukan (menit)				
	30	45	60	75	90
2	4,98	5,27	5,52	5,67	5,43
3	6,04	6,18	6,26	6,49	6,29
4	7,39	7,54	7,81	8,11	7,96
5	10,3	10,6	10,8	11,6	11,1
6	9,20	9,40	9,65	9,91	9,58

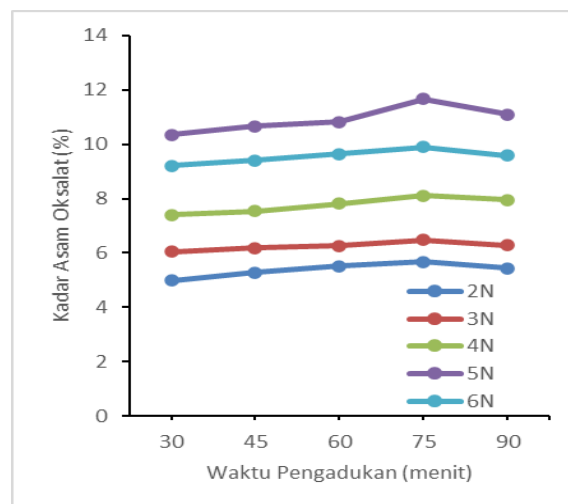
Analisa kadar asam oksalat menggunakan titrasi permanganometri.



Gambar 2. Grafik konsentrasi NaOH dengan kadar asam oksalat pada waktu pengadukan yang berbeda

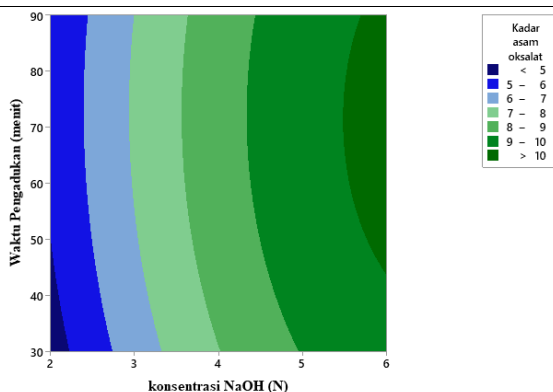
Gambar 2 menggambarkan pengaruh konsentrasi NaOH terhadap kadar asam oksalat pada berbagai waktu tertentu. Kadar asam oksalat mencapai nilai tertinggi pada konsentrasi NaOH sebesar 5N dengan waktu pengadukan selama 75 menit, yang mencapai 11,661%. Grafik tersebut menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi NaOH berhubungan dengan peningkatan kadar asam oksalat. Penggunaan larutan alkali seperti NaOH mampu mengurangi kadar lignin, yang pada gilirannya dapat meningkatkan reaksi selulosa pada tahap berikutnya [10]. Namun, pada konsentrasi 6N terjadi penurunan kadar asam oksalat. Hal ini disebabkan ketika konsentrasi larutan terlalu tinggi, terjadi penguraian lanjut kalium oksalat menjadi senyawa lain seperti HCO_2K , H_2O , dan CO_2 [3]. Jumlah CO_2 yang dihasilkan selama proses hidrolisis mengakibatkan pengurangan natrium oksalat yang terikat oleh kalsium klorida

menjadi asam oksalat. Selanjutnya, kalsium oksalat diasamkan dengan asam sulfat untuk menghasilkan asam oksalat. Larutan dengan konsentrasi yang tinggi mengandung molekul yang lebih banyak, sehingga meningkatkan tumbukan antar molekul [6].



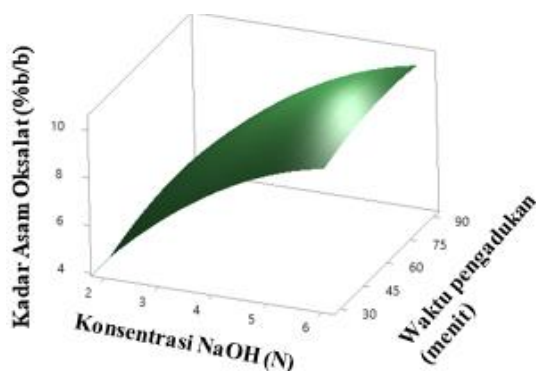
Gambar 3. Grafik waktu pengadukan dengan kadar asam oksalat pada konsentrasi NaOH yang berbeda

Gambar 3 menunjukkan pengaruh waktu pengadukan terhadap kadar asam oksalat pada berbagai konsentrasi NaOH. Dari grafik tersebut, dapat diamati bahwa semakin lama waktu pengadukan, kadar asam oksalat yang dihasilkan cenderung meningkat. Kadar asam oksalat mencapai nilai tertinggi pada waktu pengadukan selama 75 menit dengan konsentrasi NaOH 5 N, yaitu sebesar 11,661%. Namun, pada waktu pengadukan mencapai 90 menit, terjadi penurunan kadar asam oksalat. Hal ini mungkin disebabkan oleh waktu pengadukan yang terlalu lama menyebabkan kerusakan pada struktur selulosa, yang dapat mengubahnya menjadi senyawa lain dan mengurangi pembentukan asam oksalat [3]. Terjadi peningkatan kadar asam oksalat pada waktu pengadukan 75 menit. Perbedaan kadar asam oksalat yang tidak signifikan antara interval waktu pengadukan 30 menit - 90 menit mungkin disebabkan oleh interval waktu yang tidak terlalu jauh [7].



Gambar 4. Grafik 2 dimensi (*contour plot*) nilai konsentrasi NaOH dan waktu pengadukan terhadap perolehan kadar asam oksalat

Pada Gambar 4 menunjukkan bahwa kadar asam oksalat di bawah 5% terletak pada lapisan pertama, kadar asam oksalat 5%-6% terletak pada lapisan kedua, kadar asam oksalat 6%-7% terletak pada lapisan ketiga, kadar asam oksalat 7%-8% terletak pada lapisan keempat, kadar asam oksalat 8%-9% pada lapisan kelima, kadar asam oksalat 9%-10% terletak pada lapisan keenam, kadar asam oksalat di atas 10% terletak pada lapisan ketujuh. Dari gambar 4 dapat diketahui bahwa kondisi yang baik terletak pada permukaan yang berwarna hijau tua yaitu konsentrasi antara 5N dan 6N serta waktu pengadukan antara 50 menit dan 90 menit dengan kadar di atas 10%.



Gambar 5. Grafik 3 dimensi (*surface plot*) nilai konsentrasi NaOH dan waktu pengadukan terhadap perolehan kadar asam oksalat

Pada gambar 5 merupakan grafik permukaan respon berupa kadar asam oksalat (koordinat y) terhadap variabel nilai konsentrasi NaOH (koordinat x) dan waktu pengadukan (koordinat z). *Surface plot* ini membantu mengetahui beberapa nilai optimum secara 3 dimensi serta

mengetahui hubungan antar 3 koordinat. Gambar 4 merupakan grafik 3-dimensi dengan respon berupa gradien warna pada permukaan, yang mana area paling gelap menunjukkan beberapa titik optimum respon asam oksalat pada variabel terkait. Gambar 4 dan 5 menunjukkan interaksi antara nilai konsentrasi NaOH dan waktu pengadukan terhadap perolehan kadar asam oksalat. Kadar asam oksalat meningkat pada perubahan nilai konsentrasi NaOH 2N-5N seiring dengan meningkatnya waktu pengadukan 30 menit-75 menit, dan kadar asam oksalat menurun pada nilai konsentrasi diatas 6 N dan waktu pengadukan 90 menit.

Persamaan didapat dari model yang terpilih terhadap respon kadar asam oksalat adalah sebagai berikut :

$$y = -1,97 + 3,063x_1 + 0,0523x_2 - 0,220x_1^2 - 0,00035x_2^2 - 0,00043x_1x_2$$

Dimana :

Y= Kadar asam oksalat (%)

x_1 = Nilai konsentrasi NaOH (N)

x_2 = Waktu pengadukan (waktu)

Variable	Setting	SE		
Response	Fit	Fit	95% CI	95% PI
konsentrasi NaOH	6			
Waktu Pengadukan	71,2121			
Kadar asam oksalat	10,266	0,431	(9,368; 11,164)	(8,092; 12,440)

Berdasarkan model persamaan yang telah diperoleh, prediksi respon atas nilai optimum kadar asam oksalat dengan nilai konsentrasi NaOH sebesar 6 dan waktu pengadukan selama 71,2121 menit adalah 10,266% dengan error standar 0,43. Pada respon 95% *Confidence interval* diperoleh nilai 9,368 pada interval bawah dan 11,164 pada interval atas serta dan respon 95% *Prediction interval* yakni 8,092 pada interval bawah dan 12,440 pada interval atas. Sampel kadar asam oksalat yang digunakan pada *Confidence Interval* adalah nilai rata-rata sedangkan *Prediction interval* menggunakan nilai random atau acak.

KESIMPULAN

Konsentrasi NaOH dan waktu pengadukan terbaik untuk mendapatkan kadar asam oksalat tertinggi sebesar 11,66% berturut-turut yaitu 5N dan 75 menit. Semakin lama waktu pengadukan dan semakin tinggi konsentrasi NaOH akan meningkatkan kadar asam oksalat. Namun ketika sudah mencapai titik optimum, kadar asam oksalat akan menurun.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini berhasil terlaksana dengan baik berkat bantuan dari berbagai pihak, terutama bimbingan dari dosen pembimbing. Penulis juga ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada para asisten laboratorium dan teman-teman yang telah memberikan kontribusi dan dukungan selama proses penelitian ini. Semua bantuan dan dukungan mereka sangat berarti dalam menyelesaikan penelitian ini.

REFERENSI

- [1] Cengristitama and V. Dwi Nur Insan, "Pemanfaatan Limbah Sekam Padi Dan Minyak Jelantah Untuk Pembuatan Bioplastik," 2020.
- [2] S. L. Lim, T. Y. Wu, E. Y. S. Sim, P. N. Lim, and C. Clarke, "Biotransformation of rice husk into organic fertilizer through vermicomposting," *Ecol Eng*, vol. 41, pp. 60–64, Apr. 2012, doi: 10.1016/j.ecoleng.2012.01.011.
- [3] F. Asip, R. Febrianti, and T. Novitasari, "Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Waktu Peleburan Pada Pembuatan Asam Oksalat dari Ampas Tebu," 2015.
- [4] S. Aprilyanti, "Pengaruh konsentrasi NaOH dan waktu hidrolisis terhadap kadar selulosa pada daun nanas," 2018.
- [5] L. Indrati Utami, M. Rezky Hidayatullah, K. Ratri Cestyadinda, K. Nurma Wahyusi, and J. Rungkut Madya Gunung Anyar Surabaya, "Pembuatan Asam Oksalat Dari Sabut Siwalan Dengan Proses Peleburan Alkali," 2018.
- [6] E. Mastuti, "Pembuatan Asam Oksalat Dari Sekam Padi," *Ekuilibrum*, vol. 4, pp. 13–17, 2005.

- [7] I. Ramadhani Febriaty and A. Hairil Alimuddin, "Perbandingan Metode Hidrolisis Asam Dan Basa Tandan Kosong Kelapa Sawit Sebagai Bahan Baku Pembuatan Asam Oksalat," *JKK*, vol. 5, no. 4, pp. 22–28, 2016.
- [8] D. Jessica Wulandari, S. Yanti, and L. Arlianti, "Pembuatan Asam Oksalat dari Campuran Sekam Padi dan Sabut Kelapa dengan Metode Hidrolisis Alkali," 2021.
- [9] A. Faguh Sitanggang and R. A. Dennie Pohan, "Pembuatan Asam Oksalat Dari Alang-Alang (*Imperata Cylindrica*) Dengan Metode Peleburan Alkali," 2015.
- [10] P. Mardina and D. Triutami, "Pembuatan Asam Oksalat Dari Sekam Padi Dengan Hidrolisis Berkatalisator Naoh Dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$," 2013.