

Waktu Dan Suhu Optimum Dalam Produksi Asam Oksalat ($H_2C_2O_4$) Dari Limbah HVS Dengan Metode Peleburan Alkali

Nurul, St. Chadijah, Kurnia Ramadani

¹Jurusan Kimia, Fakultas Sains Dan Teknologi, UIN Alauddin Makassar

Email: chadijah19@yahoo.com

Abstract: Waste paper HVS can be used as raw material for the manufacture of oxalic acid containing 63 % cellulose. This study aims to determine the optimum time and temperature in the production of oxalic acid from waste paper with alkali fusion method. Oxalic acid can be made using an alkaline solution (NaOH 40 %) with multiple stages such as hydrolysis, filtration, precipitation with $CaCl_2$, acidification with H_2SO_4 and efflorescence. The time variation used are 60, 70, 80 and 90 minutes. While the temperature variation used is $75^\circ C$, $90^\circ C$, $105^\circ C$ and $120^\circ C$. From the research that has been done by using waste paper as much as 15 grams of HVS, the optimum time is on the 70th minute and the fusing temperature obtained by the temperature of $105^\circ C$. Weight of oxalic acid crystals obtained an average of 1.8043 g and yield of oxalic acid after permanganate test is obtained by 6.8537 %.

Keywords: Oxalic acid, Smelting alkali, Waste paper HVS.

1. PENDAHULUAN

Kertas dibuat dari berbagai jenis tumbuhan yang mengandung banyak selulosa Anna Poedjiadi (2006:27). Amilum atau selulosa terbentuk dari penggabungan molekul-molekul glukosa yang membentuk rantai lurus maupun bercabang dengan melepaskan air. Kertas menjadi salah satu sarana komunikasi secara nonverbal dalam berbagai sektor kehidupan. Indonesia yang penduduknya berjumlah 237.556.363 (BPS,2010) menjadikan negara tersebut konsumtif dalam pemakaian jumlah kertas, khususnya kertas HVS yang mengalami peningkatan yang cukup drastis karena yang dijadikan sebagai alat tulis menulis dalam sebuah instansi, perkantoran dan pendidikan.

Pemakaian kertas yang setiap tahunnya meningkat menimbulkan dampak negatif terhadap lingkungan yaitu semakin menumpuknya kertas bekas yang masih dipandang sebagai limbah lingkungan yang tidak berguna. Hal seperti ini berpotensi buruk bagi lingkungan dan juga pemanasan global yang bisa terus meningkat di akibatkan oleh asap yang dihasilkan dari limbah kertas yang dibakar.

Limbah kertas HVS di Indonesia mengalami peningkatan sebesar 50% setiap tahun. Tingginya jumlah limbah kertas HVS disebabkan produksi kertas HVS tidak sebanding dengan pengolahan limbah yang dihasilkan dari penggunaan kertas HVS. Hal ini dapat dilihat dari perkiraan produksi kertas yang mencapai 13.7 juta ton pertahun tanpa diiringi peningkatan pendaurulangan kertas (Wahyono,2001). Oleh karena itu perlu pengolahan lebih lanjut untuk mengurangi jumlah limbah kertas HVS serta meningkatkan nilai guna dari limbah tersebut.

Limbah kertas dapat dimanfaatkan kembali sebagai bahan baku pembuatan bahan-bahan kimia khususnya kertas HVS sehingga dapat mengurangi kerusakan lingkungan. Salah satu pemanfaatan limbah kertas yaitu dengan mengubahnya menjadi asam oksalat. Secara umum kertas mengandung selulosa, jika selulosa dihidrolisis dengan menggunakan larutan natrium hidroksida maka akan menghasilkan asam oksalat yang mempunyai nilai ekonomi yang tinggi.

Menurut Endang Mastuti W (2005: 14), pembuatan asam oksalat yang mengandung selulosa menggunakan beberapa tahapan seperti hidrolisis, filtrasi, pengendapan dengan $CaCl_2$, pengasaman dengan H_2SO_4 dan pengkristalan. Pada penggunaan larutan alkali sebagai larutan penghidrolisis, alkali yang efektif digunakan adalah alkali kuat misalnya $NaOH$ dan $Ca(OH)_2$ karena alkali kuat lebih efektif digunakan dalam pembuatan asam oksalat. Reaksi dengan alkali kuat disebut hidrolisis berkatalisator basa.

Menurut Iriany (2012: 2) faktor-faktor yang mempengaruhi pembuatan asam oksalat yaitu suhu dan waktu. Jika suhu tinggi maka konstanta kecepatan reaksi semakin cepat tetapi apabila telah melebihi suhu optimum maka hasil asam oksalat yang didapat akan berkurang karena adanya glukosa yang pecah menjadi arang. Sedangkan waktu peleburan yang lama akan memperbesar kesempatan zat-zat pereaksi bersentuhan dan mengakibatkan asam oksalat yang diperoleh relatif banyak. Akan tetapi waktu pemasakan yang terlalu lama akan menyebabkan hasil asam oksalat akan semakin berkurang karena terjadi reaksi lebih lanjut.

Kebutuhan asam oksalat di Indonesia setiap tahun selalu meningkat. Saat ini Indonesia masih mengimpor asam oksalat dari luar negeri untuk memenuhi sebagian kebutuhan asam oksalat dalam negeri. Asam oksalat sebagai salah satu bahan kimia banyak digunakan dalam industri kimia. Asam oksalat digunakan secara luas sebagai zat penetral atau zat pengasam, bahan pembuat seluloid dan rayon, bahan peledak, pemurni gliserol, stearin, penyamakan kulit, pembuat zat warna dan untuk keperluan laboratorium. Banyaknya kegunaan asam oksalat tersebut maka dipandang perlu untuk membuat asam oksalat dengan memanfaatkan limbah kertas yang ada dengan metode hidrolisis berkatalisator larutan natrium hidroksida.

Beberapa peneliti terdahulu telah membuat asam oksalat dari limbah yang mengandung selulosa. Pada tahun 2011 Yenti dkk membuat asam oksalat dari ampas tebu dengan katalisator $NaOH$ 4 N. Penelitian tersebut untuk mengetahui pengaruh suhu operasi terhadap asam oksalat yang dihasilkan. Hasil menunjukkan asam oksalat tertinggi yang diperoleh adalah 0,75% pada suhu $180\text{ }^\circ\text{C}$. Narimo pada tahun 2009 membuat asam oksalat dari kertas koran bekas dengan katalisator basa berupa $NaOH$. Fokus penelitian tersebut adalah untuk mengetahui pengaruh konsentrasi $NaOH$ dan waktu operasi terhadap *yield* asam oksalat. Hasil menunjukkan *yield* terbanyak 3,05% pada konsentrasi 40%, suhu $105\text{ }^\circ\text{C}$ dan waktu 70 menit. Hal inilah yang melatarbelakangi dilakukannya penelitian untuk membuat asam oksalat dari limbah kertas HVS dengan metode peleburan alkali dengan variasi waktu dan suhu.

2. METODE PENELITIAN

Alat

Alat yang digunakan adalah *melting point apparatus* Kruss SM 5000, serangkaian alat refluks, labu leher tiga, *hotplate*, neraca analitik, gelas kimia, kaca arloji, labu takar, erlenmeyer 250 mL, pipet volume, pipet skala, buret, termometer 110 °C dan 360 °C, statif, klem, bulp, batang pengaduk, spatula dan botol semprot.

Bahan

Bahan yang digunakan adalah aluminium foil, aquadest (H_2O), asam sulfat (H_2SO_4) 4N (Merck), batu didih, etanol (C_2H_5OH) 96% p.a., kain kasa, kalium permanganat ($KMnO_4$) 0,1 N p.a., kalsium klorida ($CaCl_2$) jenuh p.a., kertas saring *whatman*, limbah kertas HVS, minyak paraffin, natrium hidroksida ($NaOH$) 40% p.a.

Prosedur Kerja

1. Pembuatan Asam Oksalat

a. Hidrolisis Kertas

Kertas dipotong kecil-kecil kemudian ditimbang sebanyak 15 gram. Kertas dimasukkan ke dalam labu leher tiga kemudian ditambahkan $NaOH$ 40% sebanyak 200 mL. Alat dirangkai dan diatur waktu dan suhu yang digunakan. Waktu yang digunakan 60 menit pada suhu masing-masing 75°C, 95°C, 105°C dan 120°C kemudian labu leher tiga dipanaskan. Setelah pemanasan selesai larutan didinginkan. Filtrat disaring ke dalam gelas kimia 500 mL kemudian sisa endapan dicuci dengan aquadest panas ke dalam gelas kimia yang berisi filtrat sampai 400 mL. Prosedur tersebut diulangi untuk variasi waktu 70, 80 dan 90 menit pada suhu masing-masing 75°C, 95°C, 105°C dan 120°C.

b. Pengkristalan Asam Oksalat

Filtrat dipipet sebanyak 25 mL yang diperoleh dari hasil hidrolisis kemudian ditambahkan $CaCl_2$ 10% sehingga terbentuk endapan putih kalsium oksalat. Endapan disaring kemudian ditambahkan H_2SO_4 4N sebanyak 100 mL sehingga endapan akan terurai menjadi asam oksalat dan kalsium sulfat, kemudian disaring dan dicuci sisa endapan dengan menggunakan etanol 96%. Filtrat dipanaskan hingga temperatur 70 °C. Filtrat didinginkan dalam air es kurang lebih 24 jam sehingga terbentuk kristal asam oksalat yang berupa kristal jarum berwarna putih.

Perhitungan berat asam oksalat (gr)

$$\text{Berat kristal} = (\text{kertas saring} + \text{kristal}) - \text{kertas kosong}$$

2. Pengujian Asam Oksalat

a. Titrasi Permanganat

Kristal asam oksalat ditimbang sebanyak 0,3 gram kemudian ditambahkan aquadest sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, ditambahkan H_2SO_4 4N sebanyak 10 mL. Larutan dipanaskan hingga mencapai suhu 60-70°C. Dalam keadaan panas, larutan dititrasi dengan kalium permanganat 0,1 N sampai larutan timbul warna merah muda yang tidak hilang selama 30 detik.

Perhitungan hasil (*yield*) asam oksalat:

$$\% \text{ Hasil} = \frac{N \times V \times \frac{1}{2} \text{ BM As. oks} \times \frac{a}{b} \times \frac{\text{berat kristal}}{\text{berat titrasi}}}{c} \times 100\%$$

Ket :

N = Normalitas $KMnO_4$ (greek/l)

V = Volume $KMnO_4$ (mL)

BM = Berat molekul asam oksalat (g/mol)

a = Jumlah larutan

b = Jumlah larutan yang dianalisa

c = Berat limbah kertas

b. Uji titik leleh

Kristal asam oksalat yang diperoleh diletakkan diatas *melting point apparatus*, kemudian alat dihidupkan. Temperatur diamati dan dicatat saat meleleh hingga mencair.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini menggunakan limbah kertas HVS sebagai bahan dasar dalam pembuatan asam oksalat dengan menggunakan proses hidrolisis dalam menghasilkan asam oksalat, kemudian diuji untuk menentukan kuantitas asam oksalat yang dihasilkan. Uji yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu uji titrasi permanganat dan uji titik leleh. Dapat diketahui dalam proses hidrolisis pembuatan asam oksalat salah satu faktor-faktor yang mempengaruhi yaitu suhu dan waktu. Waktu dan suhu yang digunakan dapat dilihat dari pada Tabel 1 dan Gambar 1 berikut.

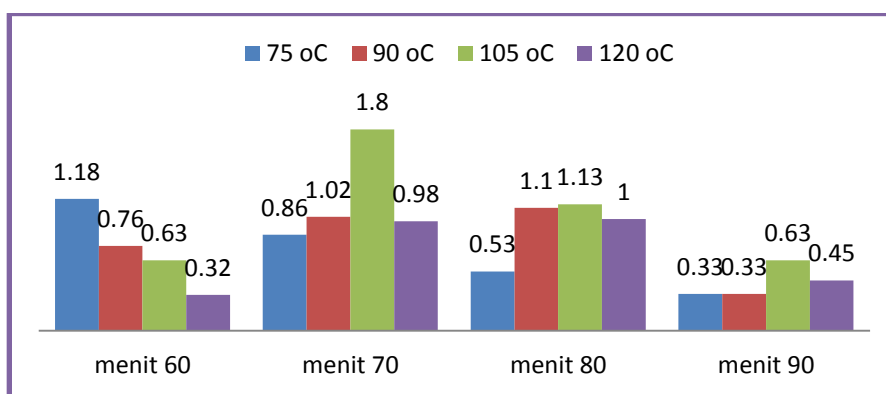
a. Pengaruh Waktu dan Suhu terhadap Berat Asam Oksalat yang Dihasilkan

Pembuatan asam oksalat dilakukan sebanyak 2 kali untuk setiap variasi. Variasi waktu yang digunakan pada penelitian ini yaitu 60, 70, 80 dan 90 menit sedangkan variasi suhu yang digunakan yaitu $75^\circ C$, $90^\circ C$, $105^\circ C$ dan $120^\circ C$.

Waktu dan suhu dalam menghasilkan asam oksalat dari grafik dapat dilihat bahwa rata-rata suhu yang paling banyak menghasilkan asam oksalat yaitu pada menit 70 dan suhu $105^\circ C$. Pada menit 60 didapatkan hasil asam oksalat terbanyak pada suhu $75^\circ C$ dengan hasil rata-rata 1,1891 gr. Sedangkan pada menit 70, 80 dan 90 suhu optimum yang didapat yaitu $105^\circ C$.

Tabel 1. Berat Asam Oksalat secara Pengkristalan

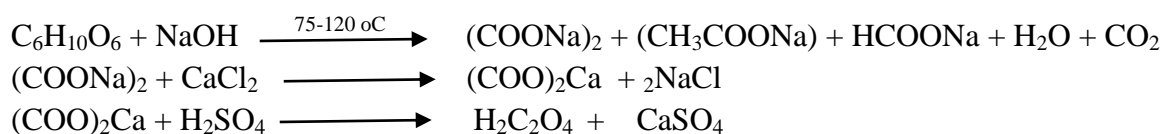
Menit	Suhu (°C)	Berat $C_2H_2O_4$ (gr)		Berat $C_2H_2O_4$ Rata-rata (gr)	Yield $C_2H_2O_4$ (%)
		Hasil I	Hasil II		
60	75	1,1457	1,2283	1,1891	4,2511
	90	0,6693	0,8691	0,7663	2,5689
	105	0,5971	0,6634	0,6302	1,8293
	120	0,2898	0,3542	0,322	0,8622
70	75	0,8455	0,8829	0,8642	2,7015
	90	0,9285	1,1207	1,0246	3,6549
	105	1,8509	1,7578	1,8043	6,8357
	120	0,9727	1,0066	0,9896	2,6446
80	75	0,4827	0,5888	0,5357	1,5467
	90	1,0799	1,127	1,1034	3,4413
	105	1,065	1,1996	1,1323	3,7900
	120	0,9332	1,0675	1,0003	2,6714
90	75	0,4112	0,5173	0,3313	0,8836
	90	0,5064	0,5283	0,3349	0,9698
	105	0,6693	0,6095	0,6394	1,9908
	120	0,1265	0,5283	0,4588	1,1246



Gambar 1. Diagram Hubungan Waktu dan Suhu terhadap Berat Asam Oksalat yang Terbentuk

Pada proses hidrolisis, lignoselulosa dalam kertas dapat terpecah menjadi lignin, selulosa dan hemiselulosa dengan menggunakan larutan natrium hidroksida (NaOH) 40% dimana larutan alkali (NaOH) dalam proses hidrolisis berfungsi untuk memecah molekul sehingga lebih mudah menarik selulosa yang terkandung dalam kertas. Selulosa merupakan karbohidrat yang digunakan sebagai salah satu bahan dalam pembuatan asam oksalat, selulosa yang terkandung dalam kertas sebanyak 63%.

Pada proses hidrolisis selulosa menghasilkan glukosa kemudian dengan penambahan larutan asam maka akan menghasilkan asam oksalat. Pada tahap hidrolisis dengan basa kuat menggunakan larutan NaOH 40% akan terbentuk natrium oksalat, natrium formiat dan natrium karbonat dalam bentuk filtrat dengan menggunakan suhu 75°C-120°C sesuai dengan reaksi selulosa dengan larutan NaOH. Menurut Narimo (2011:75) pemisahan garam tersebut dapat dilakukan dengan tahap pengendapan dan penyaringan dengan menambahkan kalsium klorida. Penambahan kalsium klorida (CaCl₂) 10 % berfungsi untuk membentuk endapan putih kalsium oksalat dan larutan natrium klorida pemisahan tersebut dilakukan dengan penyaringan. Pada tahap pengasaman endapan yang diperoleh ditambahkan dengan asam sulfat 4 N sehingga terurai menjadi endapan kalsium sulfat dan larutan asam oksalat sesuai dengan reaksi berikut:



Kristal asam oksalat dapat terbentuk karena larutan asam oksalat dalam keadaan atau kondisi lewat jenuh (*supersaturated*) hal ini terjadi karena pelarut sudah tidak mampu lagi melarutkan zat terlarutnya sehingga memaksa kristal dapat terbentuk dengan cara mengurangi jumlah pelarutnya, salah satu cara untuk mengurangi jumlah pelarut yaitu penguapan dan pendinginan.

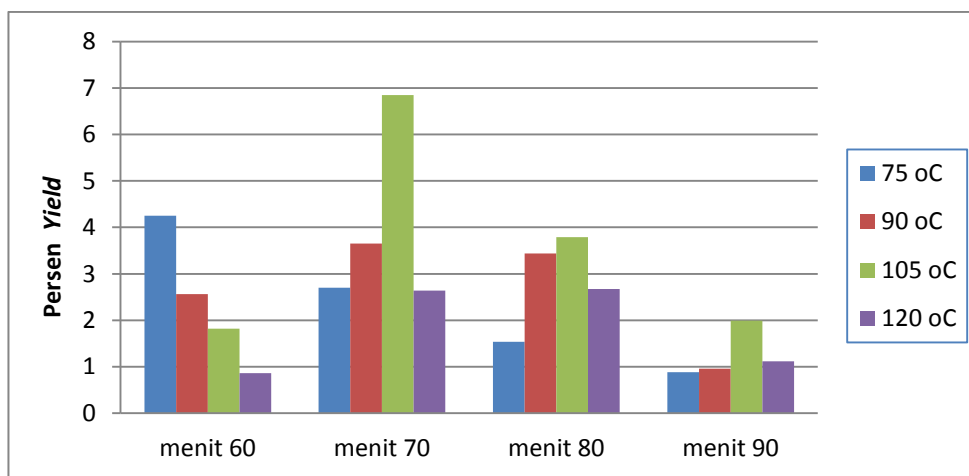
Pada menit 60 didapatkan hasil asam oksalat terbanyak pada suhu 75 °C yaitu 1,1457 dan 1,2283 dengan hasil rata-rata 1,1891 gr. Pada menit 70 didapatkan hasil terbanyak pada suhu 105 °C yaitu 1,8509 gr dan 1,7578 gr dengan berat rata-rata sebesar 1,8043 gr. Menit 80 didapatkan hasil terbanyak asam oksalat pada suhu 105 °C yaitu 1,065 dan 1,1996 gram dengan hasil rata-rata 1,1323 gram. Sedangkan pada menit 90 didapatkan hasil terbanyak pada suhu 105 °C dengan hasil 0,6693 gram dan 0,6095 gram dengan nilai rata-rata 0,6394 gram. Pada penelitian sebelumnya didapatkan hasil terbanyak asam oksalat pada menit 70 dengan suhu 105 yaitu sebesar 0,47 gr dan *yield* asam oksalat yang diperoleh sebesar 3,05%.

Menurut Narimo (2011: 75) suhu berpengaruh pada kecepatan reaksi. Jika suhu tinggi konstanta kecepatan reaksi semakin besar sehingga reaksi semakin besar juga tetapi suhu yang terlalu tinggi akan mengurangi hasil asam oksalat sehingga mengurangi hasil oleh sebab itu suhu reaksi harus dibatasi. Waktu reaksi yang lama akan menghasilkan jumlah asam oksalat yang banyak tetapi apabila waktu yang digunakan terlalu lama maka akan menyebabkan reaksi lanjut sehingga hasilnya akan berkurang. Hal ini sesuai dengan penelitian bahwa suhu dan waktu berpengaruh terhadap hasil asam oksalat. Waktu reaksi yang terlalu tinggi menyebabkan hasil asam oksalat

berkurang yaitu pada menit 80 dan 90 sedangkan suhu optimum dalam pembuatan asam oksalat yaitu pada suhu $105\text{ }^\circ\text{C}$ dan mengalami penurunan pada suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$. Adanya perbedaan hasil optimum pada menit 70 suhu 75°C karena pengkristalan yang dilakukan menggunakan suhu yang tidak konstan sehingga hasil yang diperoleh juga lebih banyak dari suhu 105°C .

b. Grafik Hubungan Waktu dan Suhu terhadap Yield Asam Oksalat yang Dihasilkan

Pada grafik dapat dilihat bahwa semakin lama waktu dan suhu peleburan maka persen asam oksalat yang dihasilkan semakin banyak.



Gambar 1.2. Diagram Hubungan Waktu dan Suhu Terhadap Yield Asam Oksalat Yang Terbentuk (%)

Titration permanganometri menggunakan kalium permanganat ($KMnO_4$) $0,1\text{ N}$ sebagai titran dan juga bertindak sebagai indikator. Titration dilakukan dalam keadaan asam, dengan menggunakan larutan asam sulfat (H_2SO_4) 4 N . Fungsi penambahan asam sulfat supaya reaksi berada dalam suasana asam sehingga MnO_4^- menjadi Mn^{2+} . Jika larutan dalam keadaan netral atau sedikit basa maka $KMnO_4$ akan tereduksi menjadi MnO_2 berupa endapan coklat yang akan mempersulit titik akhir titration. Reaksi sebagai berikut :



Pemanasan dilakukan karena reaksi dalam permanganat lambat dalam suhu ruang. Pada penelitian ini digunakan suhu 70°C karena pada suhu tersebut merupakan suhu optimum $KMnO_4$. Jika suhu dibawah 70°C maka reaksi berjalan lambat sedangkan apabila suhu diatas 70°C maka akan merusak asam oksalat sehingga titik akhir titration akan lebih sedikit. Pada penelitian ini asam oksalat yang dicampur dengan aquadest dan asam sulfat sebelum dititration berwarna bening dan berubah menjadi warna merah muda setelah dititration. Hal ini menunjukkan

bahwa kristal yang diperoleh positif asam oksalat, perubahan warna menunjukkan titik akhir titrasi atau titik ekuivalen. Perubahan warna yang ditimbulkan adalah karena indikator menanggapi munculnya kelebihan titran. *Yield* terbanyak didapatkan pada menit 70 suhu $105^{\circ}C$ yaitu sebesar 6,8537 %.

c. Analisa Titik Leleh

Uji titik leleh kristal asam oksalat menggunakan alat *melting point*. Hasil analisa menunjukkan bahwa titik leleh yang diperoleh yaitu $197,1^{\circ}C$ hal ini terjadi karena asam oksalat yang diperoleh tidak mengikat banyak air (anhidrat) dan masih mengandung banyak pengotor lain seperti serat selulosa yang tahan terhadap larutan alkali dalam kristal asam oksalat tersebut sedangkan asam oksalat anhidrat murni diperoleh titik leleh sebesar $187^{\circ}C$.

4. PENUTUP

Kesimpulan

Variasi waktu yang digunakan 60, 70, 80 dan 90 menit. Produksi asam oksalat dari limbah kertas pada penelitian ini diperoleh waktu optimum pada menit 70 sebesar 0,47 g. Variasi suhu yang digunakan $75^{\circ}C$, $90^{\circ}C$, $105^{\circ}C$ dan $120^{\circ}C$. Produksi asam oksalat dari limbah kertas pada penelitian ini diperoleh suhu optimum $105^{\circ}C$ dengan berat asam oksalat yang diperoleh rata-rata sebesar 1,8043 g dan *yield* asam oksalat setelah uji titrasi permanganat diperoleh sebesar 6,8537%.

DAFTAR PUSTAKA

- Iriany, dkk. 2015. Pembuatan Asam Oksalat dari Alang-Alang (*Imperata Cylindrica*) dengan Metode Peleburan Alkali". *Jurnal Teknik Kimia USU* 4(1): -4
- Narimo. 2010. Pembuatan Asam Oksalat dari Peleburan Kertas Koran Bekas dengan Larutan NaOH. *Jurnal Kimia dan Teknologi*. 2(5): 1-7
- Poedjiadi, Anna dan F.M. Titin Supriyanti. 2006 . Dasar-Dasar Biokimia. Jakarta: UI Press
- Mastuti W, Endang. 2005. Pembuatan Asam Oksalat dari Sekam Padi". *Ekilibrium*, 4(1): 13-17.41
- Melwita, Elda dan Effan Kurniadi. 2014. Pengaruh Waktu Hidrolisis dan Konsentrasi H_2SO_4 pada Pembuatan Asam Oksalat dari Tongkol Jagung". *Teknik Kimia* 20(2): 55-63

- Yenti, Selvia Reni, Syamsu Herman dan Zultiniar. 2011. Kinetika Proses Pembuatan Asam Oksalat Dari Ampas Tebu. *Prosiding STNK Topi 2011*: 29-32.
- Badan Pusat Statistik (BPS). "Perkiraan Penduduk Beberapa Negara (Juta) 2000-2013". *Situs Resmi BPS*. <http://www.bps.go.id/linkTabelStatis/view/id/1284> (12 September 2015).
- Coniwanti, Pamilia, dkk. 2008. Pemanfaatan Limbah Sabut Kelapa sebagai Bahan Baku Pembuatan Asam Oksalat dengan Reaksi Oksidasi Asam Nitrat. *Jurnal Teknik Kimia* 15(4): 36-43
- Franceschin, Giada, dkk, 2010. Waste Paper as Carbohydrate Source for Biofuel Production an Experimental Investigation. *Chemical Engineering Transactions* 20: 283-289
- Herman, Syamsu, dkk. 2013. Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Proses Pembuatan Asam Oksalat dari Ampas Tebu. *Jurnal Teknobiologi* 4(1): 61-64
- Hermiati, Euis, dkk. 2010. Pemanfaatan Biomassa Lignoselulosa Ampas Tebu untuk Produksi Bioetanol, *Jurnal Litbang Pertanian* 29(4): 121-130
- Mardina, Primata, dkk. 2013. Pembuatan Asam Oksalat dari Sekam Padi dengan Hidrolisis Berkatalisator NaOH dan $Ca(OH)_2$. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan* 2(2): 7-13.
- Oghome, dkk. 2012. Comparative Analysis of Oxalic Acid Produced from Rice Husk and Paddy. *International Journal of Engineering Science and Technology*. 4(9): 4196-4203.
- Wahyono, Sri. 2001. Pengelolaan Sampah Kertas di Indonesia. *Jurnal Teknologi Lingkungan* 2(3):276-280.