

## SINTESIS FURFURAL DARI KULIT BUAH KAPUK RANDU DENGAN KATALISATOR ASAM KHLORIDA

Ganjar Andaka<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Teknik Kimia, Institut Sains & Teknologi AKPRIND Yogyakarta

Masuk: 14 Mei 2016, revisi masuk: 3 Juni 2016, diterima: 11 Juli 2016

### ABSTRACT

*Hydrolysis of kapok shell in the presence of hydrochloric acid catalyst to produce furfural was studied. This objective of this work was to study the effects of catalyst concentration and reaction time on yield of furfural. The experiment were conducted by reacting kapok shell with hydrochloric acid in a three neck flask sized 500 mL equipped with stirrer, heater, condenser, and thermometer. The reaction condition studied were catalyst concentration ranging from 0,025 N to 0,2 N and reaction time from 30 minutes to 180 minutes. The concentration of furfural was analyzed to calculate the yield of furfural. The initial analysis of kapok shell obtained that the water content of 6.75%, ash content of 2.31%, and pentosan content of 22.72%. The results show that yield of furfural reached a maximum at the catalyst concentration is 8.01% and the yield of furfural reached an optimum at the reaction time for 180 minutes is 8.03%.*

**Keywords:** kapok shell, furfural, hydrolysis, hydrochloric acid.

### INTISARI

Hidrolisis kulit buah kapuk randu memakai asam khlorida sebagai katalisator untuk membentuk furfural dilakukan dengan mempelajari pengaruh konsentrasi katalisator dan waktu reaksi terhadap *yield* furfural. Penelitian ini dilakukan dengan mereaksikan kulit buah kapuk randu dengan asam khlorida di dalam labu leher tiga berukuran 500 mL yang dilengkapi dengan pengaduk, pemanas, pendingin balik dan termometer. Proses dijalankan pada variasi konsentrasi katalisator antara 0,025 N sampai dengan 0,2 N dan variasi waktu reaksi antara 30 menit sampai dengan 180 menit. Konsentrasi furfural yang dihasilkan dianalisis untuk menghitung *yield* furfural. Dari analisis bahan baku didapatkan bahwa kadar air kulit buah kapuk randu sebesar 6,75%, kadar abu 2,31%, dan kadar pentosan sebesar 22,72%. Hasil penelitian menunjukkan *yield* furfural mencapai titik maksimum pada konsentrasi katalisator 0,15 N sebesar 8,01% dan *yield* furfural mencapai titik optimum pada waktu reaksi hidrolisis selama 180 menit sebesar 8,03%.

**Kata kunci:** kulit buah kapuk randu, furfural, hidrolisis, asam khlorida.

### PENDAHULUAN

Kapuk randu (*Ceiba pentandra*) adalah pohon tropis yang tergolong ordo *Malvales* dan famili *Malvaceae* yang berasal dari bagian utara Amerika Selatan, Amerika Tengah, dan Karibia ([http://id.wikipedia.org/wiki/Kapuk\\_randu](http://id.wikipedia.org/wiki/Kapuk_randu)). Hasil yang diambil dari tanaman ini adalah serat kapuk dan minyak dari biji kapuknya, sedang kulit dari buah kapuknya belum banyak dimanfaatkan. Kulit buah kapuk adalah salah satu limbah pertanian yang mengandung pentosan yang merupakan bahan dasar pembuatan furfural (Zeitsch, 2000). Secara teoritis, hampir semua limbah pertanian yang mengandung pentosan dapat dihidrolisis menjadi furfural.

Seperti halnya biomassa pada umumnya, kulit buah kapuk memiliki kandungan polisakarida. Salah satu polisakarida yang terdapat dalam kulit buah kapuk adalah

pentosan. Kandungan pentosan pada kapuk randu sekitar 23% (kapukrandukarabanti.blogspot.com) memungkinkan kulit buah kapuk dapat dihidrolisis menjadi furfural. Kandungan pentosan dalam beberapa bahan baku ditunjukkan dalam Tabel 1.

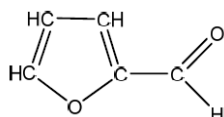
Penelitian ini diharapkan akan menjadi salah satu usaha untuk meningkatkan nilai guna dan nilai ekonomi kulit buah kapuk. Untuk mendapatkan hasil furfural yang maksimal perlu diketahui faktor-faktor yang berpengaruh dalam pembuatan furfural dari kulit buah kapuk. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh konsentrasi katalisator dan waktu reaksi terhadap *yield* furfural yang dihasilkan dari hidrolisis kulit buah kapuk dengan katalisator asam khlorida.

<sup>1</sup>ganjar\_andaka@akprind.ac.id

Tabel 1. Kandungan pentosan dalam beberapa bahan baku dalam persen berat kering (Zeitsch, 2000).

Bahan Baku	Kandungan pentosan (%)
Sekam pohon oak	29 - 32
Tongkol jagung	30 - 32
Kulit biji kapuk (kapas)	27 - 30
Kulit biji bunga matahari	25
Kulit biji almond	30
Bagas (ampas tebu)	25 - 27
Sekam padi	16 -18
Kulit buah kemiri	23

Furfural ( $C_5H_4O_2$ ) atau sering disebut dengan *2-furankarboksaldehid*, *furanaldehid*, *2-furfuraldehid*, *furaldehid*, merupakan senyawa organik turunan dari golongan furan. Senyawa ini berfase cair berwarna kuning hingga kecoklatan dengan titik didih  $161,5^{\circ}C$ , berat molekul sebesar  $96,086$  g/gmol, dan densitas pada suhu  $20^{\circ}C$  adalah  $1,16$  g/cm<sup>3</sup>. Furfural merupakan senyawa yang kelarutannya dalam air sebesar  $8,3$  g furfural dalam  $100$  g pelarut air (suhu  $20^{\circ}C$ ), dan mudah larut dalam alkohol, eter, dan benzena (Kirk and Othmer, 2004).



Gambar 1. Struktur kimia furfural

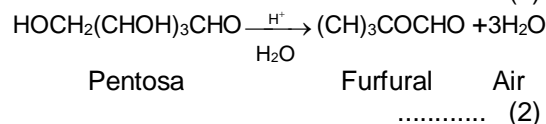
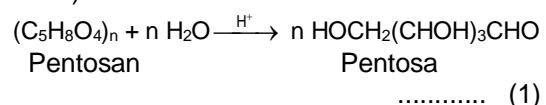
Furfural memiliki aplikasi cukup luas dalam beberapa industri dan dapat disintesis menjadi turunan-turunannya seperti furfural alkohol, tetrahidrofurfural alkohol, tetrahidrofuran, dan lain-lain (Wittcoff et al., 2004). Kebutuhan furfural dan turunannya dalam negeri terus meningkat. Saat ini seluruh kebutuhan furfural dalam negeri diperoleh melalui impor. Impor furfural terbesar diperoleh dari Cina yang saat ini menguasai  $72\%$  pasar furfural dunia. Di dunia hanya  $13\%$  saja yang langsung menggunakan furfural sebagai aplikasi, selebihnya disintesis menjadi produk turunannya (Witono, 2005). Furfural dihasilkan dari biomassa lewat 2 tahap reaksi, yaitu hidrolisis dan dehidrasi. Untuk itu, biasanya digunakan bantuan katalis asam, misalnya asam sulfat, asam klorida, asam nitrat, dan lain-lain (LaForge and Mains, 1923). Secara komersial, pembuatan furfural dapat berlangsung dalam siklus *batch* maupun

kontinyu. Kegunaan furfural dalam industri antara lain sebagai: bahan kimia intermediet (*chemical intermediate*), misalnya untuk bahan baku adiponitril [ $CN(CN_2)_4CH$ ], furfural alkohol, metil furan, *pirrole*, pidin, asam furoat, hidro furamid, dan tetrahidrofurfural alkohol; *selective solvent* dalam pemurnian minyak bumi maupun minyak nabati; pembuatan resin, misalnya fenol-aldehid (fenol-furfural); zat penghilang warna untuk *wood resin* pada industri sabun, *vernish*, dan kertas (Kirk and Othmer, 1955); resin pelarut dan agensia pembasah dalam industri pembuatan roda pengasah dan lapisan rem; dan untuk medium distilasi ekstraktif sebagai salah satu proses utama dalam pembuatan butadiena dari *petroleum* (Suharto, 2006).

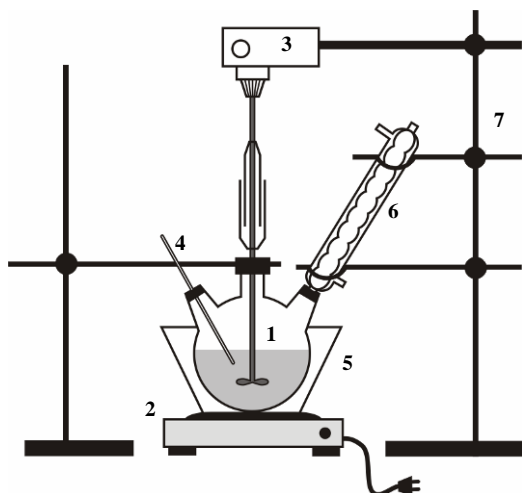
Beberapa bahan sisa pertanian seperti tongkol jagung, kulit biji kapas, kulit kacang tanah, ampas tebu, kulit biji gandum, dan sekam padi mengandung pentosan yang apabila dihidrolisis akan menghasilkan furfural (Kirk and Othmer, 2004). Proses pembuatan furfural biasanya dilakukan dalam dua tahap, yaitu proses perebusan dan pengambilan atau pemindahan hasil (Kirk and Othmer, 2004). Pada proses yang dilakukan di Quaker Oats Company, Cedar Rapids, Iowa, USA, bahan baku limbah pertanian dan katalisator dimasukkan ke dalam suatu alat yang mempunyai kapasitas  $5000$  liter sekali isi. Kemudian dimasukkan uap air ke dalam tangki perebus supaya tekanan mencapai  $60$  psi lalu kran dibuka, *steam* keluar bersama furfural yang terbentuk dan disimpan pada kolom pemisah (Kirk and Othmer, 2004). Hasil furfural dalam industri berwarna kuning terang sampai coklat.

Beberapa faktor yang berpengaruh terhadap reaksi hidrolisis pembentukan furfural di antaranya yaitu: konsentrasi katalisator, suhu reaksi, waktu reaksi, kecepatan pengadukan, rasio larutan dengan padatan, dan ukuran padatan.

Reaksi pembentukan furfural merupakan reaksi berurutan (seri). Menurut Arnold and Buzzard (2003), kinetika reaksi hidrolisis pembentukan furfural dari pentosan dengan katalisator asam kuat dapat dinyatakan sebagai berikut (Kazemi and Zand-Monfared, 2010):







Keterangan gambar:

- |                     |                    |
|---------------------|--------------------|
| 1. Labu leher tiga  | 5. Penangas air    |
| 2. Pemanas listrik  | 6. Pendingin balik |
| 3. Pengaduk listrik | 7. Klem dan statif |
| 4. Termometer       |                    |

Gambar 2. Rangkaian alat hidrolisis.

Analisis pentosan, kulit buah kapuk randu sebanyak 5 gram dimasukkan ke dalam tabung distilasi 500 mL, lalu ditambahkan larutan asam klorida 12% sebanyak 100 mL, kemudian dipanaskan. Pemanasan mula-mula dijalankan secara perlahan. Setelah itu diambil hasil sulingan sebanyak 30 mL, lalu ke dalam tabung distilasi dimasukkan larutan asam klorida 12% sebanyak 30 mL dan proses dijalankan kembali. Bila larutan di dalam tabung distilasi sudah banyak teruapkan maka ditambahkan larutan asam klorida 12% sebanyak 30 mL lagi dan proses dijalankan hingga didapatkan volume distilat sebanyak 360 mL. Distilat yang terkumpul ditambahkan 1 gram *phloroglucinol* dan ditambahkan asam klorida 12% hingga volumenya menjadi 400 mL. Larutan tersebut dibiarkan selama 1 malam hingga didapatkan endapan berwarna hitam (*furfural phloroglucid*). Kemudian dilakukan penyaringan dengan saringan hisap dan dicuci dengan 150 mL *aquadest*. Endapan yang terdapat di kertas saring dikeringkan dalam oven selama 4 jam pada suhu 100°C. Setelah kering, lalu bahan didinginkan dan ditimbang. Pengeringan dan penimbangan dilakukan berulang-ulang hingga didapatkan berat konstan (misal *w* gram). Perhitungan berat pentosan dilakukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

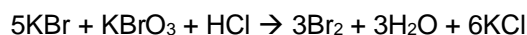
- Bila berat *phloroglucid*, *w* lebih kecil dari 0,030 gram maka berat pentosan =  $(w + 0,0052) \times 0,8949$  gram
- Bila berat *phloroglucid*, *w* lebih besar dari 0,300 gram maka berat pentosan =  $(w + 0,0052) \times 0,8824$  gram
- Bila berat *phloroglucid*, *w* antara 0,030 – 0,300 gram maka berat pentosan =  $(w + 0,0052) \times 0,8866$  gram

Persentase berat pentosan dalam bahan baku basis kering dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

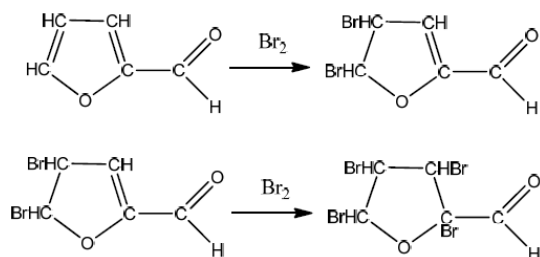
$$\text{Kadar pentosan} = \frac{\text{berat pentosan (g)}}{\text{berat kulit buah kapuk (g)}} \times 100\%$$

Analisis Furfural, analisis hasil secara kualitatif dilakukan dengan cara membuat larutan anilin dan asam asetat dengan perbandingan volume 1:1. Kemudian dipersiapkan sampel yang akan dianalisis dengan meletakkan sampel di atas gelas arloji. Kemudian sampel tersebut ditetesi dengan larutan anilin dan asam asetat. Apabila terjadi warna kemerah-merahan berarti sampel mengandung furfural. Perubahan warna dari kuning kecoklatan menjadi merah tua dengan penambahan pereaksi anilin asetat disebabkan terjadi kondensasi antara furfural dengan anilin membentuk senyawa dianil hidroksiglukoat dialdehida yang berlangsung dua tahap. Tahap pertama adalah pembentukan warna kuning. Tahap selanjutnya bereaksi dengan anilin, sehingga terjadi pemecahan cincin furfural dan pembentukan dialdehida (Hidajati, 2006). Analisis kualitatif pada furfural dengan metode yang sama juga dilakukan oleh Mitarlis dkk. (2011).

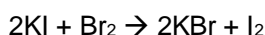
Analisis secara kuantitatif pada penelitian ini dilakukan dengan metode potasium bromide-bromate (Brazdausks et al., 2013). Metode ini didasarkan pada terlepasnya ikatan rangkap atom karbon pada furfural dengan mengikat Br (bromine). Bromine untuk brominasi furfural diperoleh dengan acidifikasi larutan bromine-bromate dengan asam klorida sebagaimana reaksi berikut:



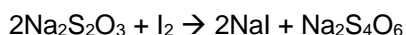
Brominasi furfural secara sempurna menghasilkan tetrabromfurfural sebagaimana reaksi berikut:



Kelebihan bromine direaksikan dengan larutan kalium iodida (KI) sehingga bromine bebas segera masuk menggantikan iodine sebagaimana reaksi:



Kemudian iodine bebas dititrasi dengan larutan standar natrium thiosulfat berdasarkan reaksi berikut:



Jumlah furfural sebanding dengan jumlah bromine yang digunakan untuk brominasi, sedang kelebihan bromine setara dengan jumlah iodine. Untuk mengetahui titik ekuivalen pada titrasi digunakan indikator *amylum*. Sebagai pembanding, dibuat titrasi blangko. Untuk mengetahui besarnya *yield* furfural dapat menggunakan rumus sebagai berikut (Brazdauskas et al., 2013):

$$\text{Yield furfural} = \frac{(m/n) \times (V_2 - V_1) \times N \times 48,04}{\text{berat kulit buah kapuk (mg)}} \times 100\%$$

dengan:

48,04 = berat setara furfural (mg/mgrek)

$V_1$  = volume iodium hasil titrasi sampel (mL)

$V_2$  = volume iodium hasil titrasi blangko (mL)

$N$  = normalitas iodium (mgrek/mL)

$n$  = volume sampel (mL)

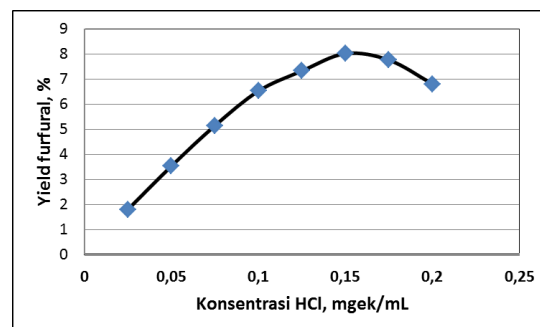
$m$  = volume hasil reaksi keseluruhan (mL)

## PEMBAHASAN

Dari analisis bahan baku berupa kulit buah kapuk didapatkan kadar air sebesar 6,75% (dasar kering), kadar abu 2,31%, dan kadar pentosan 22,72%. Untuk selanjutnya dilakukan hidrolisis kulit buah kapuk dengan mengamati pengaruh konsentrasi katalisator (HCl) dan waktu reaksi terhadap hasil (*yield*) furfural.

Pengaruh Konsentrasi Katalisator (HCl) terhadap Hasil Furfural, percobaan pengaruh konsentrasi katalisator (HCl) terhadap *yield* furfural dilakukan dengan cara memvariasi konsentrasi HCl antara 0,025 N sampai dengan 0,2 N, sedang parameter

yang lainnya dibuat tetap, yaitu berat kulit buah kapuk, waktu reaksi, volume larutan, dan kecepatan pengadukan. Kondisi operasi pada variabel suhu reaksi dilakukan dengan membuat tetap parameter berat kulit buah kapuk, yaitu 15 gram, waktu reaksi 120 menit (2 jam), volume asam klorida sebanyak 300 mL, dan kecepatan pengaduk sebesar 200 rpm (putaran per menit). Hasil percobaan dapat dilihat pada Gambar 3.

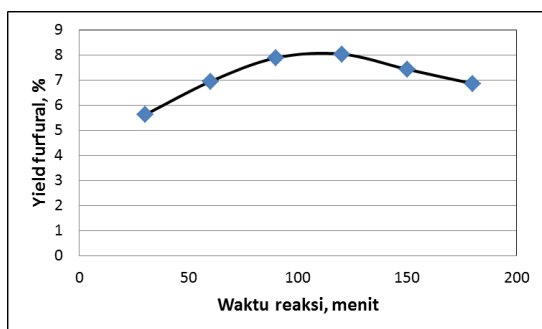


Gambar 3. Grafik hubungan antara konsentrasi katalisator dengan *yield* furfural.

Dari Gambar 3 dapat dilihat bahwa *yield* furfural cenderung mengalami kenaikan seiring dengan bertambahnya konsentrasi katalisator dan mencapai nilai maksimum pada konsentrasi HCl 0,15 N yaitu sebesar 8,01%. Hal ini karena pada konsentrasi yang semakin besar akan menyebabkan kecepatan reaksi hidrolisis ampas tebu menjadi semakin besar. Dengan demikian semakin besar konsentrasi katalisator maka hasil furfural yang didapatkan semakin besar pula. Hal ini sesuai dengan persamaan Arrhenius yang menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi katalisator maka akan menurunkan tenaga aktivasi sehingga konstanta kecepatan reaksi akan semakin besar. Dengan demikian hasil furfural yang didapatkan akan semakin bertambah besar pula. Namun dengan kenaikan konsentrasi katalisator dapat menyebabkan pula terjadinya reaksi lanjut yaitu terbentuknya asam furoat, sehingga hasil furfural akan mengalami penurunan. Selain itu, dengan bertambahnya konsentrasi katalisator dapat pula menyebabkan terbentuknya xylitol yang akan mengurangi terbentuknya furfural (Wittcoff et al., 2004)

Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Hasil Furfural, percobaan pengaruh waktu reaksi terhadap *yield* furfural dilakukan dengan cara memvariasi waktu reaksi antara 30 menit sampai dengan 180 menit, sedang

parameter yang lainnya dibuat tetap, yaitu berat kulit buah kapuk, suhu reaksi, volume dan konsentrasi asam klorida, serta kecepatan pengadukan. Kondisi operasi pada variabel waktu reaksi dilakukan dengan membuat tetap parameter berat kulit buah kapuk, yaitu 15 gram, suhu reaksi 105°C, konsentrasi asam klorida 0,15 N sebanyak 300 mL, dan kecepatan pengaduk sebesar 200 rpm (putaran per menit). Hasil percobaan dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Grafik hubungan antara waktu reaksi dengan *yield* furfural.

Dari Gambar 4 dapat dilihat bahwa *yield* furfural pada awalnya cenderung mengalami kenaikan seiring dengan bertambahnya lama waktu reaksi dan mencapai maksimum pada lama waktu reaksi selama 120 menit, yaitu sebesar 8,03%. Hal ini karena semakin lama waktu reaksi maka hasil reaksi akan semakin bertambah besar. Setelah semua reaktan bereaksi, maka hasil reaksi akan cenderung konstan, bahkan untuk pertambahan waktu reaksi selanjutnya menyebabkan *yield* furfural cenderung menurun. Hal ini disebabkan semakin lama waktu reaksi maka furfural yang terbentuk mengalami proses degradasi menjadi asam asetat, methanol dan senyawa-senyawa organik lainnya sebagaimana yang dikemukakan oleh Suharto dan Susanto (2006). Proses degradasi furfural dapat dilihat dari larutan hasil yang mengandung endapan damar berwarna hitam. Terjadinya proses degradasi furfural ini disebabkan reaksi pembentukan furfural merupakan reaksi seri dimana senyawa furfural sebagai *intermediate product* yang akan dapat mengalami reaksi lanjut (Suharto dan Susanto, 2006).

#### KESIMPULAN

Percobaan hidrolisis kulit buah kapuk randu menjadi furfural menggunakan katalisator asam klorida dilakukan secara *batch* dengan pengaruh konsentrasi

katalisator dan waktu reaksi memberikan kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil (*yield*) furfural meningkat dengan kenaikan konsentrasi katalisator HCl dan waktu reaksi, namun pada konsentrasi asam klorida di atas 0,15 N *yield* furfural cenderung konstan. Kecenderungan yang sama juga terjadi pada pengaruh waktu reaksi.
2. Untuk pengaruh konsentrasi katalisator HCl terhadap *yield* furfural, hasil furfural mencapai titik maksimum pada konsentrasi asam klorida 0,15 N dengan *yield* sebesar 8,01%.
3. Untuk pengaruh lama waktu reaksi terhadap *yield* furfural, hasil furfural mencapai titik optimum pada lama waktu reaksi 120 menit dengan *yield* sebesar 8,03%.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Andaka, G., 2011, *Hidrolisis Ampas Tebu Menjadi Furfural dengan Katalisator Asam Sulfat*, Jurnal Teknologi, Vol. 4, No.2, pp. 180 – 188.
- Arnold, D. R. and Buzzard, J. L., 2003, *A Novel and Patented Process for Furfural Production*, Proceeding of The South African Chemical Engineering Congress.
- Brazdauskas, P., Puke, M., Vedernikovs, N., and Kruma, I., 2013, *Influence of Biomass Pretreatment Process Time on Furfural Extraction from Birch Wood*, Environmental and Climate Technologies, vol. 11, pp. 1 – 11.
- Hidajati, N., 2006, *Pengolahan Tongkol Jagung sebagai Bahan Pembuatan Furfural*, Jurnal Ilmu Dasar Vol. 8, p. 48, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Negeri Surabaya.
- Kazemi, M. and Zand-Monfared, M. R., 2010, *Furfural Production from Pisthachio Green Hulls as Agricultural Residues*, Journal of Applied Chemical Researches, Vol. 3, No. 12, pp.19-24.
- Kirk, R. E. and Othmer, D., 2004, *Furan Derivatives: on Encyclopedia of Chemical Technology*, Vol. 10, pp. 237 – 250, The Interscience Encyclopedia Inc., New York.
- Mitarlis, Ismono, dan Tukiran, 2011, *Pengembangan Metode Sintesis Furfural Berbahan Dasar Campuran Limbah Pertanian dalam Rangka Mewujudkan Prinsip Green Chemistry*, Jurnal Manusia dan

- Lingkungan, Vol. 18, No. 3, pp. 191 – 199.
- Sudarmadji, S., Haryono, B., dan Suhardi, 1997, *Prosedur Analisis untuk Bahan Makanan dan Pertanian*, Edisi 4, Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Suharto, 2006, *Pemanfaatan Limbah Tandan Kosong Sawit untuk Produksi Commercial Grade Furfural*, Laporan Akhir Kumulatif – Program Penelitian dan Pengembangan IPTEK, LIPI.
- Suharto dan Susanto, H., 2006, *Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap Perolehan Furfural pada Hidrolisis Tongkol Jagung*, Seminar Nasional IPTEK Solusi Kemandirian Bangsa, Yogyakarta.
- Witono, J. A., 2005, *Produksi Furfural dan Turunannya: Alternatif Peningkatan Nilai Tambah Ampas Tebu Indonesia*, (<http://www.chem-is-try.org/>, diakses tanggal 2 Juli 2016).
- Wittcoff, H. A., Reuben, B. G., and Plotkin, J. S., 2004, *Industrial Organic Chemicals*, 2<sup>nd</sup> ed., John Wiley & Sons, Inc., Danvers.
- Zeitsch, K.J., 2000, *The Chemistry and Technology of Furfural and Its Many By-Products*, Elsevier Science B.V., Amstredam
- Website:  
[http://id.wikipedia.org/wiki/Kapuk\\_randu](http://id.wikipedia.org/wiki/Kapuk_randu).  
[//kapukrandukaraban-pati.blogspot.com](http://kapukrandukaraban-pati.blogspot.com)