

OPTIMIZATION OF RICE HUSK HYDROLYSIS TIME INTO FURFURAL ASSISTED BY MICROWAVE

Arief Adhiksana, Marinda Rahim*, Mina Indriani

Chemical Engineering Departement, Politeknik Negeri Samarinda
Jalan Ciptomangunkusumo Kampus Gunung Lipan, Samarinda, 75113, Indonesia

* E-mail corresponding author: marindarahim@polnes.ac.id

ARTICLE INFO	ABSTRACT
<p><i>Article history:</i> Received: 19-05-2019 Received in revised form: 16-06-2019 Accepted: 23-07-2019 Published: 19-20-2019</p> <p><i>Keywords:</i> Furfural Hydrolysis Microwave Rice husk Tim</p>	<p><i>Rice production in East Kalimantan is quite high. In the process of milling usually rice husk obtained is about 20-30% from grains weight produced. The quite potential amount of rice husk has not yet widely utilized, even though rice husk contains pentose which can be processed into furfural by hydrolysis method. The purpose of this research is to develop one step hydrolysis technique of rice husk into furfural with microwaves assistance to obtain the optimum time which can produce maximum furfural. In this research 50 grams of rice husk was added with 500 mL of H₂SO₄ 1% as the catalyst. The mixture was then hydrolyzed using microwave-assisted method with a time variety of 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 and 120 minutes. The result of analysis by Gas Chromatography (GC) showed that the highest result of furfural was at 90 minutes with a yield of 2.923%.</i></p>

Keywords: Furfural, hydrolysis, microwave, rice husk, time

OPTIMASI WAKTU HIDROLISIS SEKAM PADI MENJADI FURFURAL BERBANTUKAN GELOMBANG MIKRO

Abstrak- Produksi padi di daerah Kalimantan Timur cukup tinggi. Pada proses penggilingan padi biasanya dihasilkan limbah sekam padi sebanyak 20-30% dari bobot gabah yang dihasilkan. Limbah sekam padi yang jumlahnya cukup potensial tersebut belum banyak dimanfaatkan. Padahal, sekam padi mengandung pentosan yang dapat diolah menjadi furfural dengan metode hidrolisis. Tujuan penelitian ini adalah mengembangkan teknik hidrolisis satu tahap sekam padi menjadi furfural dengan bantuan gelombang mikro untuk mendapatkan waktu optimum yang dapat menghasilkan furfural maksimum. Pada penelitian ini 50 gram sekam padi ditambahkan dengan 500 mL H₂SO₄ 1% sebagai katalis. Campuran kemudian dihidrolisis menggunakan bantuan gelombang mikro dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 dan 120 menit. Hasil analisa dengan Gas Chromatography (GC) menunjukkan hasil furfural tertinggi diperoleh pada waktu 90 menit dengan yield 2,923%.

Kata kunci: Furfural, gelombang mikro, hidrolisis, sekam padi, waktu

PENDAHULUAN

Produksi padi di wilayah Kalimantan Timur pada tahun 2015 yaitu sebesar 408.782 ton (BPS Kaltim, 2017). Pada proses penggilingan padi biasanya diperoleh sekam sebanyak 20-30% dari bobot gabah yang dihasilkan (Hambali dkk., 2016), sehingga dapat diperkirakan potensi sekam yang diperoleh yaitu sekitar 102.195,5 ton/tahunnya.

Selama ini limbah sekam padi biasanya hanya digunakan sebagai kebutuhan pakan ternak

maupun media tanam (Amborowati dkk., 2016). Sebagian besar sekam padi belum diolah secara maksimal dan hanya menjadi limbah yang dibakar, sehingga dapat mencemari lingkungan dan mengganggu kesehatan masyarakat sekitar.

Kandungan yang terdapat didalam sekam padi yaitu : air 0-11%, protein 1,75-6,38%, lemak 0,38-3,50%, nitrogen 25,80-37,84%, serat kasar 31,30-49,92%, abu 14,50-29,09%, pentosan 19,80-26%, selulosa 31,20-42,20%, lignin 19,20-32,88%. Kandungan tersebut dinyatakan dalam persen berat

basis kering (Figueiredo dkk. dalam Nugraha, 2012). Melihat kandungan pentosan yang terdapat didalam sekam padi cukup tinggi, membuka peluang untuk memanfaatkannya menjadi furfural melalui proses hidrolisis.

Furfural secara umum terbuat dari bahan baku pertanian yang kaya akan pentosan. Dengan katalis asam encer, pentosan dihidrolisis menjadi pentosa dan pentosa ini didehidrasi menjadi furfural dalam satu proses terpadu. Furfural yang dihasilkan memiliki beberapa kegunaan yaitu sebagai pelarut dalam proses penyulingan, sebagai anti jamur, dan pembunuh parasit nematoda (Zeitsch, 2000).

Penelitian pembuatan furfural dari sekam padi telah dilakukan oleh Hambali dkk. (2016), yang dilakukan dengan menggunakan katalisator asam sulfat serta asam klorida dan variabel yang divariasikan adalah konsentrasi katalisator dan waktu hidrolisis. Hasil terbaik didapatkan pada kondisi waktu hidrolisis 120 menit dan konsentrasi asam sulfat 1% dengan *yield* furfural sebesar 1,87%.

Sementara itu, Rahim dan Nadir (2015) telah melakukan penelitian pembuatan furfural dari bahan baku tandan kosong kelapa sawit (TKKS), dimana proses hidrolisis dilakukan dengan bantuan gelombang mikro. Variabel yang diteliti adalah waktu hidrolisis dan diperoleh hasil terbaik pada waktu hidrolisis 75 menit dengan konsentrasi furfural sebesar 1,34 mg/L. Penelitian ini telah dapat mempersingkat waktu hidrolisis dan meningkatkan hasil furfural dari TKKS dibandingkan metode konvensional.

Penelitian hidrolisis sekam padi menjadi furfural yang telah dilakukan oleh Hambali dkk. (2016), masih dilakukan pada waktu yang relatif cukup lama dengan hasil yang masih rendah. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengoptimalkan waktu hidrolisis dengan teknik bantuan gelombang mikro sehingga diperoleh waktu lebih singkat serta konsentrasi hasil furfural yang lebih tinggi. Gelombang mikro merupakan gelombang elektromagnetik, dan dapat diserap oleh air yang bersifat polar serta dapat menimbulkan medan elektrik. Medan elektrik menyebabkan pergerakan dan gesekan molekul yang dapat menimbulkan panas (*dielectric heating*). *Dielectric heating* yang ditimbulkan berasal dari dalam bahan, sehingga mampu memanaskan bahan pada target yang spesifik dan dapat mencegah hilangnya panas ke lingkungan secara konveksi dan konduksi yang dapat terjadi pada pemanasan konvensional (Lee, 2000 dalam Rahim dan Nadir, 2015).

Meskipun demikian proses hidrolisis pada penelitian ini tetap menggunakan bantuan katalisator H₂SO₄ untuk menghasilkan konversi yang lebih tinggi (Juwita dkk., 2012). Hidrolisa merupakan reaksi pengikatan gugus hidroksil/OH

oleh suatu senyawa. Gugus OH dapat diperoleh dari senyawa air (Prasetyo, 2011 dalam Mardina dkk., 2014). Penelitian ini juga diharapkan dapat meningkatkan pemanfaatan sekam padi sehingga tidak terbuang begitu saja, dan meningkatkan nilai ekonomi sekam padi sebagai bahan baku pembuatan furfural.

METODE PENELITIAN

Preparasi Bahan Baku

Sekam padi dihaluskan untuk kemudian diayak menggunakan *screening* +70 -100 mesh. Selanjutnya bahan yang telah berukuran +70 -100 mesh dipanaskan di dalam oven dengan suhu 100°C selama 1 jam.

Tahap Hidrolisis

Bubuk sekam padi sebanyak 50 g dicampurkan dengan 500 mL larutan asam sulfat 1% di dalam labu leher dua. Labu tersebut kemudian ditempatkan dalam alat *microwave* (Electrolux-EMM2308X) yang dilengkapi dengan pengontrol temperatur dan kondensor refluks yang terhubung dengan *water bath*. Proses hidrolisis dilakukan selama 30 menit dengan suhu 105 °C dan dibantu oleh gelombang mikro 400 W-50 Hz. Hal yang sama dilakukan untuk variasi waktu hidrolisis 45, 60, 75, 90, 105 dan 120 menit. Hasil hidrolisis dan limbah padat dari proses hidrolisis disaring menggunakan kertas saring yang dilekatkan pada corong buchner dengan bantuan pompa vakum. Filtrat hasil saringan ditambahkan kloroform dengan perbandingan 1:5 (Rahim dan Nadir, 2015) agar furfural terpisah dari sisa larutan asam, selanjutnya hidrolisat yang didapatkan kemudian dipisahkan menggunakan corong pisah.

Analisa kualitatif

Sampel sebanyak 1 mL dipipet ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan anilin asetat dengan perbandingan 1:1. Kemudian perubahan warna yang terjadi diamati untuk mengidentifikasi senyawa furfural.

Analisa kualitatif

Konsentrasi furfural dalam satuan % volume dianalisa dengan metode GC-FID. Untuk akurasi analisa, digunakan pembanding furfural standar (*pro analysys E Merck*) yang dibuat pada berbagai konsentrasi yang diketahui, sehingga dapat dibuat hubungan antara % area terhadap % volume furfural. Data % volume furfural kemudian diolah sehingga menghasilkan data *yield* furfural.

$$Yield = \frac{\text{massa furfural}}{\text{massa bahan baku}} \times 100\% \quad (1)$$

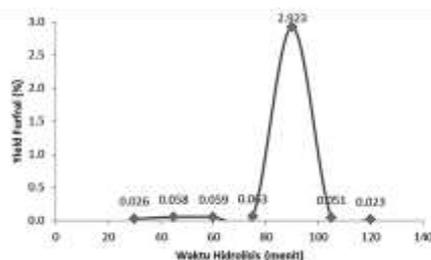
Analisa GC-FID dilakukan di Laboratorium Instrumen Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Samarinda.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mengoptimalkan waktu hidrolisis terhadap *yield* furfural dari sekam padi dengan bantuan gelombang mikro. Tujuan penggunaan gelombang mikro itu sendiri adalah untuk mempercepat proses hidrolisis dan membantu peningkatan *yield* furfural yang diperoleh. Mekanisme dasar dari pemanasan gelombang mikro disebabkan karena adanya gerakan medan magnetik atau elektrik. Adanya gerakan medan magnetik dan elektrik menyebabkan partikel-partikel tersebut dibatasi oleh gaya pembatas. Hal ini menyebabkan gerakan partikel tertahan dan membangkitkan gerakan acak sehingga menghasilkan panas (Taylor, 2005).

Penelitian ini dilakukan dengan variasi waktu 30, 45, 60, 75, 90, 105, dan 120 menit. Pada proses hidrolisis digunakan katalisator asam sulfat 1% untuk mempermudah reaksi hidrolisis pentosan menjadi furfural.

Analisa kualitatif menggunakan anilin asetat, dilakukan baik terhadap sampel kontrol maupun sampel penelitian. Sampel kontrol merupakan sekam padi yang dihidrolisis tanpa penambahan asam sulfat. Hasil hidrolisis sampel kontrol berupa filtrat yang berwarna kuning kecoklatan yang setelah ditambahkan anilin asetat (1:1), tidak terjadi perubahan warna karena tidak terjadi kondensasi antara furfural dengan anilin. Hal ini mengindikasikan tidak terbentuknya furfural pada sampel kontrol. Sampel filtrat hasil hidrolisis yang menggunakan katalisator asam sulfat juga dianalisa dengan penambahan anilin asetat (1:1) dan menghasilkan perubahan warna dari kuning kecoklatan menjadi merah bata. Hal ini dikarenakan adanya kondensasi antara furfural dengan anilin membentuk senyawa dianil-hidroksiglukoat-dialdehida yang berlangsung secara dua tahap. Tahap pertama yaitu pembentukan warna kuning, selanjutnya bereaksi dengan anilin kedua, sehingga terjadi pemecahan cincin furfural dan membentuk dialdehida (Hidajati, 2006).



Gambar 1. Hubungan antara waktu hidrolisis terhadap

yield furfural

Analisa kuantitatif yang dilakukan dengan menggunakan alat *instrument* GC-FID menghasilkan *yield* furfural untuk berbagai variasi waktu hidrolisis. Profil pada gambar 1. menunjukkan bahwa semakin bertambahnya waktu hidrolisis maka semakin banyak pula *yield* yang dihasilkan. Hal ini terjadi pada rentang waktu 30 – 90 menit, dan hasil tertinggi diperoleh pada waktu hidrolisis 90 menit dengan *yield* sebesar 2,923%. Hal ini disebabkan karena pentosan yang berkontak dengan asam lebih lama menyebabkan reaksi akan berjalan lebih baik dan menyeluruh dan juga semakin lama waktu hidrolisis maka radiasi gelombang mikro yang dipancarkan semakin lama sehingga radiasi yang diserap oleh komponen reaksi semakin banyak. Menurut Setyadi (2007), dalam Tefi (2015) menyatakan bahwa semakin lama waktu reaksi maka hasil reaksi akan semakin bertambah besar. Hal ini disebabkan karena kontak antara zat-zat yang bereaksi (senyawa pentosan dengan asam sulfat) menjadi lebih lama sehingga waktu untuk menguraikan gula polimer (pentosan) menjadi gula monomer (pentosa) terjadi secara optimum. Peningkatan *yield* furfural yang signifikan terjadi pada waktu hidrolisis 90 menit. Pentosan yang telah terhidrolisis menjadi pentosa pada waktu hidrolisis sebelumnya telah berada pada konsentrasi yang memadai untuk mendorong konversi pentosa lebih lanjut menjadi furfural pada proses dehidrasi. Proses dehidrasi terjadi dengan cepat pada waktu 90 menit karena baik proses hidrolisis maupun dehidrasi terjadi pada satu tahap yang simultan. Namun demikian pada waktu hidrolisis yang lebih lama yaitu 105 dan 120 menit, *yield* furfural yang dihasilkan menurun kembali. Hal ini disebabkan karena furfural yang terbentuk dapat terurai menjadi senyawa-senyawa yang lebih kecil seperti asam format, formaldehida, asetaldehida, dan asam laktat (Peleteiro dkk., 2016). Mekanisme yang tepat untuk pembentukan furfural dari pentosa (gula C₅) atau bahan dasar yang mengandung pentosan memang belum jelas (Kirk dan Orthmer, 1998) dikarenakan kompleksitas mekanisme reaksi pada tahap dehidrasi yang melibatkan reaksi samping (Peleteiro dkk., 2016) sehingga pengendalian tahap pembentukan furfural relatif sukar dilakukan untuk mencegah reaksi samping agar dihasilkan *yield* furfural yang tetap tinggi.

Dengan bantuan gelombang mikro waktu hidrolisis yang dibutuhkan lebih singkat dengan hasil *yield* furfural yang lebih tinggi. Hal ini dibuktikan dengan hanya dalam waktu hidrolisis 90 menit dapat dihasilkan *yield* sebesar 2,923% yang hasilnya lebih baik dibandingkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hambali (2016) dengan waktu yang sama yaitu 90 menit diperoleh

yield hanya 1,80%. Sedangkan apabila dibandingkan dengan hasil optimum pada menit ke 120 yaitu 1,87% hasil yang didapatkan pun masih lebih baik, sehingga diperoleh peningkatan *yield* sebesar 156,31%.

Tambahan gelombang mikro bertujuan untuk mempersingkat waktu reaksi hal ini disebabkan panas yang dihasilkan *microwave* yang berasal dari gelombang mikro dalam oven *microwave* akan memutar molekul air. Molekul air merupakan molekul polar artinya molekul tersebut memiliki muatan negatif pada satu sisi dan muatan positif pada sisi yang lain. Akibatnya, dengan kehadiran medan elektrik yang berubah-ubah yang diinduksikan melalui gelombang mikro pada masing-masing sisi akan berputar untuk saling mensejajarkan diri satu sama lain. Pergerakan molekul ini akan menciptakan panas seiring dengan timbulnya gesekan antara molekul yang satu dengan molekul lainnya. Hal tersebut sejalan dengan pernyataan Taylor (2005) yang menyampaikan bahwa pemanasan memakai *microwave* lebih merata karena pemanasan terjadi melalui interaksi langsung antara bahan dengan gelombang mikro sehingga pemanasan dengan gelombang mikro bukan mentransfer panas dari luar tetapi membangkitkan panas dari dalam bahan tersebut. Hal tersebut mengakibatkan transfer energi berlangsung lebih cepat dibandingkan dengan pemanasan konvensional karena pada pemanasan konvensional, dinding wadah dipanaskan terlebih dahulu kemudian bahan pelarutnya.

KESIMPULAN

1. Penggunaan bantuan gelombang mikro pada proses pembuatan furfural dari sekam padi telah dapat mempersingkat waktu hidrolisis.
2. Kondisi optimum diperoleh pada waktu hidrolisis 90 menit dengan volume H₂SO₄ 500 mL dan daya *microwave* 400 W dengan yield furfural sebesar 2,923% .

DAFTAR PUSTAKA

- AMBOROWATI, C., ADRIANI, U., ADITYA, I. L., FEVIASARI, H., HASTIN, K. H., ADHIKSANA, A., 2016, "Pengaruh Waktu dan Temperatur Hidrolisis dalam Proses Sintesis Furfural dari Sekam Padi dengan Menggunakan Metode Hidrolisis dan Dehidrasi", Laporan Program Kreativitas Mahasiswa Tahun Pendanaan 2015, Politeknik Negeri Samarinda.
- BPS Kaltim, 2015, "Berita resmi statistik BPS provinsi Kalimantan Timur", <http://kaltim.bps.go.id/webbeta/website/brsInd/brsInd20151102140121.pdf>, 10 Oktober 2018.
- HAMBALI, M., NOVRIYANTI, R., & ANITYA, S. D., 2016, "Pemanfaatan Limbah Sekam Padi Untuk Pembuatan Furfural dengan Variasi Katalisator Asam Sulfat dan Asam Klorida", *Jurnal Teknik Kimia*, 22(3), 53-61.
- HIDAJATI, N., 2006, "Pengolahan Tongkol Jagung sebagai Bahan Pembuatan Furfural", *Jurnal Ilmu Dasar*, 8(1),
- Juwita, R., Syarif, L. R., & Tuhuloula, A., 2012, "Pengaruh Jenis dan Konsentrasi Katalisator Asam Terhadap Sintesis Furfural dari Sekam Padi", *Konversi*, 1(1), 34-38.
- Kirk, R. E. & Othmer, D. F., 1998, "Encyclopedia of Chemical Technology", 27, 4th ed., John Wiley and Sons Co, New York.
- MARDINA, P., PRATHAMA, H. A., & HAYATI, D. M., 2014, "Pengaruh Waktu Hidrolisis Dan Konsentrasi Katalisator Asam Sulfat Terhadap Sintesis Furfural Dari Jerami Padi", *Konversi*, 3(2), 1-8.
- NUGRAHA, G. (2012). Peningkatan Nilai Kalor Biobriket Campuran Kulit Mete dan Sekam Padi melalui Metode Pirolisis. Tugas Akhir Universitas Diponegoro.
- PELETEIRO, S., RIVAS, S., ALONSO, J. L., SANTOS, V., PARAJÓ, J. C., 2016, "Furfural production using ionic liquids: A review". *Bioresource Technology*, 202, 181-191.
- RAHIM, M., NADIR, M., 2015, "Optimasi waktu hidrolisis tandan kosong kelapa Sawit menjadi furfural berbantuan gelombang mikro", *Konversi*, 4(2), 12-15.
- Taylor, M., Atri, S. S., & Minhas, G., (2005). Development in microwave chemistry. *EvaluateServe. Expert Knowledge Series*. [online] <http://www.rsc.org/imagenes/evaluserve_tcm18-16758.pdf>]
- TEFI, I., GAURU, I., & TAWA, B. D., 2015., "Penentuan hasil Hidrolisis Furfural Optimum Furfural Dari Tumbuhan alang-alang (*Imperata Cylindrica*) Berdasarkan Variasi erbandingan Substrat Dan H₂SO₄, Lama Waktu Pemanasan & Konsentrasi H₂SO₄", *Jurnal Kimia FST UNDANA*, 1-11.
- ZEITSCH, K. I., 2000, "The Chemistry and Technology of Furfural and its Many By-Products", 13, 1st, Elsevier, Amsterdam.