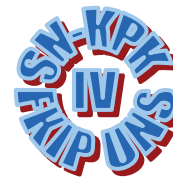


MAKALAH PENDAMPING : PARALEL C



SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA IV
"Peran Riset dan Pembelajaran Kimia dalam Peningkatan Kompetensi
Professional"
Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS
Surakarta, 31 Maret 2012



ISOLASI DAN SINTESIS 2-FURANALDEHIDA DARI LIMBAH AMPAS TEBU

Suryadi Budi Utomo^{1*)}, Endang Susilowati¹⁾, dan Emi Kurniasih¹⁾

¹Prodi. Pend. Kimia, PMIPA FKIP, Universitas Sebelas Maret, Surakarta

* Keperluan korespondensi, tel/fax : : 0271-648939, email: sbukim98@yahoo.com

ABSTRAK

Penelitian ini memiliki tujuan untuk mengisolasi dan mensintesis 2-furaldehida dari limbah ampas tebu. Sintesis aldehida aromatis tersebut dilakukan melalui tiga tahap yaitu (1) isolasi pentosan dari ampas tebu dengan ekstraksi kontinyu menggunakan pelarut etanol-toluena, (2) hidrolisis dan dehidrasi pentosan dengan katalis asam sulfat, dan (3) ekstraksi pelarut diikuti dengan distilasi vakum untuk menghasilkan 2-furaldehida. Hasil penelitian menunjukkan bahwa produk aldehida yang dihasilkan berwujud cairan kental yang berwarna coklat dan berbau khas seperti almond. Berdasarkan analisis gugus fungsional dengan spektrometer IR dan uji spesifik dengan reagen anilin-asetat serta karakteristik senyawa yang dihasilkan maka dapat disimpulkan bahwa senyawa yang diisolasi dari ampas tebu dengan metode ekstraksi soklet dan hidrolisis adalah senyawa 2-furaldehida dengan rendemen 11,48 %.

Kata Kunci: Ampas tebu, anilin-asetat, ekstraksi kontinyu, hidrolisis, dan 2-furaldehida

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara agraris yang kaya akan hasil-hasil pertanian, salah satu diantaranya adalah tebu [1]. Dalam proses produksi di pabrik gula, ampas tebu dihasilkan sebesar $\pm 90\%$ dari setiap tebu yang diproses, gula yang dimanfaatkan hanya 5%, sisanya berupa tetes tebu (*molase*) dan air. Selama ini pemanfaatan ampas tebu yang dihasilkan masih terbatas untuk adsorben [2], kompos [3], dan bahan bakar boiler [4].

Mengingat begitu banyaknya jumlah ampas tebu yang dihasilkan, sedangkan pemanfaatannya masih sangat terbatas, maka perlu difikirkan cara penanganan lebih lanjut agar nantinya ampas tebu tidak menimbulkan masalah lingkungan dan bahkan dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar berbagai produk dengan daya guna dan nilai ekonomi yang jauh lebih tinggi.

Pada publikasi ini akan dipaparkan beberapa hasil penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti mengenai isolasi dan sintesis 2-furaldehida dari limbah ampas tebu. Senyawa tersebut memiliki aplikasi yang cukup luas dalam beberapa industri antara lain sebagai pelarut dalam industri pengolahan minyak bumi dan pembuatan pelumas pada pembuatan nilon. Selain itu 2-furaldehida juga berfungsi sebagai senyawa intermediet untuk pembuatan furfural alkohol, tetrahidrofur, industri farmasi, herbisida, dan pewangi [5].

PROSEDUR PERCOBAAN

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi etanol, toluena, asam sulfat, natrium klorida, dan anilin asetat. Semua bahan berasal dari E. Merck dengan kualitas *analytical*

gradekecuali akuades. Limbah ampas tebu diperoleh dari Pabrik Gula Tasikmadu Karanganyar Jawa Tengah.

Peralatan

Peralatan yang digunakan meliputi alat gelas laboratorium, seperangkat alat refluks, shoklet, dan distilasi, evaporator Buchi, timbangan elektronik, eksikator, plat KLT, lampu UV 254 nm dan 366 nm (Camac UV-Cabinet II), pemanas dan pengaduk magnet, *mantle heater*, pH meter (Lutron-208), dan Spektrometer Infra Merah Shimadzu 8201 PC.

Cara Penelitian

Ekstraksi contoh ampas tebu dengan metode ASTM D 1105-96

Ampas tebu dikeringkan dengan cara diangin-anginkan kemudian dihaluskan atau diblender dan diayak dengan ukuran 100 mesh. Selanjutnya sebanyak 10 gram ampas tebu halus diekstraksi dengan ekstraktor soklet menggunakan pelarut etanol:toluena (1:2) sebanyak 300 ml selama 8 jam. Ekstraksi dilanjutkan dengan pelarut etanol sebanyak 300 ml selama 2 jam. Semua pelarut yang telah mengandung pentosan dikumpulkan untuk digunakan pada proses selanjutnya.

Sintesis 2-furanaldehida dari larutan pentosan

Campuran toluena-etanol yang mengandung senyawa pentosan dimasukkan ke dalam alat refluks kemudian ditambah dengan 100 mL H₂SO₄ 30%. Proses hidrolisis dan dehidrasi dilakukan melalui refluks dengan menggunakan pemanas *hot plate stirer* selama 5 jam. Berlangsungnya reaksi dipantau dengan menggunakan kromatografi lapis tipis. Ke dalam larutan yang telah dihidrolisis dan terdehidrasi ditambah dengan NaCl sebanyak 8 gram kemudian diekstraksi menggunakan corong pisah sampai terbentuk 2 lapisan. Fase organik yang mengandung senyawa 2-furanaldehida diambil.

Pemurnian 2-furanaldehida

Lapisan organik yang mengandung 2-furanaldehida didistilasi sederhana dan distilat ditampung pada suhu sekitar 78 dan 110 °C. Distilat berupa pelarut etanol dan toluena, sedangkan filtrat merupakan 2-furanaldehida kasar yang selanjutnya dimurnikan dengan distilasi vakum dan distilat ditampung pada suhu sekitar 140 °C

Karakterisasi 2-furanaldehida yang diperoleh

Produk 2-furanaldehida yang diperoleh diidentifikasi dengan uji warna anilin asetat. 2-furanaldehida murni akan menunjukkan warna merah tua dengan adanya penambahan anilin asetat. Karakterisasi struktur 2-furanaldehida lebih lanjut dilakukan analisis dengan menggunakan spektrometer infra merah (FT IR, Shimadzu 8201 PC).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi dan Sintesis 2-furanaldehida dari Limbah Ampas Tebu

Senyawa 2-furanaldehida merupakan senyawa yang kurang larut dalam air, tetapi larut dalam alkohol, eter, dan benzena. Senyawa 2-furanaldehida dapat dibuat dari bahan baku limbah pertanian yang banyak mengandung selulosa, terutama adalah senyawa pentosan.

Limbah ampas tebu (*bagasse*) dapat dijadikan alternatif bahan baku pembuatan senyawa 2-furanaldehida, karena di dalam *bagasse* masih mengandung selulosa yaitu pentosan dalam jumlah yang cukup banyak.

Proses sintesis senyawa 2-furanaldehida dari sampel yang mengandung pentosan dilakukan dengan cara menghidrolisis pentosan dengan menggunakan asam kuat. Hal ini dapat berlangsung karena apabila suatu monosakarida (pentosan) direaksikan dengan larutan asam maka akan terjadi reaksi hidrolisis dan dehidrasi. Pada reaksi hidrolisis senyawa pentosan akan diperoleh senyawa pentosan. Kemudian dilanjutkan dengan reaksi dehidrasi yang menghasilkan senyawa 2-furanaldehida. Pada reaksi hidrolisis dan dehidrasi ini menggunakan katalis asam kuat yaitu asam sulfat.

Proses isolasi senyawa pentosan yang dilakukan pada percobaan ini didasarkan pada sifat senyawa pentosan yang dapat larut dalam alkohol, benzena, dan eter. Selain itu senyawa pentosan dan 2-furanaldehida bersifat sedikit nonpolar sehingga dapat larut dalam pelarut memiliki kepolaran hampir sama (*kaidahlike dissolve like*).

Proses ekstraksi dilakukan untuk mengisolasi / melarutkan senyawa pentosan. Dengan dilakukan proses ekstraksi terlebih dahulu diharapkan senyawa pentosan yang dapat diubah

menjadi senyawa 2-furanaldehida dapat terlarut dalam pelarut, sehingga reaksi hidrolisis dapat berlangsung lebih efektif dan senyawa 2-furanaldehida dapat terbentuk lebih banyak daripada dilakukan proses hidrolisis langsung terhadap sampel ampas tebu. Hal ini dikarenakan apabila hidrolisis tebu dilakukan langsung terhadap ampas tebu, diperkirakan reaksi akan berlangsung kurang efektif.

Sampel yang digunakan pada percobaan ini adalah serbuk ampas tebu yang kering. Pengerinan ampas tebu dilakukan dengan jalan diangin-anginkan. Hal ini bertujuan agar senyawa yang terdapat dalam ampas tebu tidak ikut menguap. Sedangkan tujuan penghalusan sampel adalah untuk memperluas bidang permukaan sampel yang akan diekstraksi.

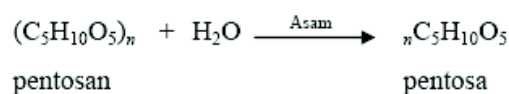
Ekstraksi dilakukan dengan menggunakan metode sokletasi karena sampel yang akan diekstrak dalam percobaan ini berwujud padat sehingga proses ekstraksi yang efektif untuk sampel padatan adalah ekstraksi kontinu (sokletasi). Penggunaan metode ekstraksi secara sokletasi juga mempunyai keuntungan karena pada metode ini ekstraksi dilakukan secara berkelanjutan sehingga pelarut yang digunakan lebih sedikit dan juga lebih efektif dalam mengikat senyawa yang akan diisolasi. Pelarut yang digunakan dalam proses ekstraksi adalah toluena dan etanol. Alasan pemilihan toluena adalah karena toluena merupakan turunan dari senyawa benzena. Dan mempunyai toksisitas yang lebih rendah daripada benzena.

Setelah dilakukan ekstraksi, ekstrak (larutan toluena-etanol) yang mengandung senyawa pentosan dihidrolisis dengan asam sulfat menggunakan alat refluks. Pemanas yang digunakan pada proses hidrolisis ini adalah *hot plate stirrer*. Penggunaan katalis H_2SO_4 30% didasarkan pada penelitian sebelumnya bahwa konsentrasi asam yang dapat menghidrolisis pentosa dari ampas tebu yang maksimal adalah 30%. Hidrolisis ini dilakukan selama $\pm 4,5$ jam dengan menggunakan katalis H_2SO_4 30% di dalam alat refluks. Untuk menjaga agar suhu konstan digunakan penangas minyak goreng. Pada proses hidrolisis digunakan suhu $\pm 60-70$ °C. Suhu ini didasarkan pada penelitian sebelumnya oleh yang menyatakan bahwa suhu yang efektif untuk menghidrolisis pentosan berkisar antara 60-70 °C. Dalam alat refluks juga dimasukkan *magnetic stirrer* yang bertujuan untuk

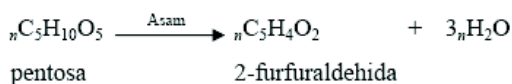
mengaduk ekstrak pada saat proses hidrolisis. Penggunaan *magnetic stirrer* ini bertujuan agar terjadi tumbukan antara molekul senyawa pentosan dengan katalis asam kuat (asam sulfat) dalam sistem yang efektif dan homogen sehingga reaksi hidrolisis akan berlangsung lebih optimal. Dengan penggunaan ekstrak (larutan toluena-etanol), maka ukuran molekul pentosan menjadi lebih kecil sehingga bidang persentuhan antara molekul pentosan dengan asam sulfat menjadi lebih besar, sehingga tumbukan yang terjadi semakin banyak dan reaksi dapat berlangsung lebih optimal.

Reaksi yang terjadi pada proses hidrolisis adalah sebagai berikut:

❖ Pentosan menjadi pentosa



❖ Pentosa menjadi senyawa furfural



Larutan toluena-etanol yang telah dihidrolisis berwarna coklat tua. Hal ini sesuai dengan sifat fisik senyawa 2-furanaldehida yang merupakan cairan yang berwarna kecoklatan dan berbau khas. Jadi kemungkinan ekstrak yang telah dihidrolisis tersebut adalah larutan 2-furanaldehida. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada gambar penelitian.

Larutan toluena-etanol yang sudah dihidrolisis tersebut kemungkinan masih mengandung senyawa pengotor dan senyawa anorganik. Sehingga perlu dilakukan pemisahan senyawa organik yang diisolasi dari pengotornya. Pemisahan senyawa organik dari pengotornya ini dilakukan dengan menggunakan metode ekstraksi menggunakan corong pisah. Ke dalam ekstrak dimasukkan NaCl, kemudian diekstraksi sampai terbentuk 2 lapisan. Lapisan atas berwarna kuning muda dan lapisan bawah berwarna coklat teh. Senyawa 2-furanaldehida lebih mudah larut dalam senyawa toluena-etanol, akan tetapi etanol dan NaCl larut dalam air sehingga senyawa yang diperoleh (2-furanaldehida) akan lebih suka larut dalam toluena yang berada pada lapisan atas. Hal ini didasarkan pada sifat fisik dari toluena yang memiliki masa jenis kurang dari masa jenis air yaitu 0,8669 g/mL.

Larutan 2-furanaldehida yang diperoleh tersebut masih mengandung pelarut yang digunakan untuk ekstraksi (toluena, etanol dan air), sehingga perlu

dilakukan pemurnian untuk memperoleh senyawa 2-furaldehida yang murni. Pemurnian/pemisahan senyawa 2-furaldehida dari pelarutnya dilakukan dengan menggunakan distilasi. Hal ini karena perbedaan titik didih antara pelarut dengan senyawa 2-furaldehida cukup besar. Distilasi dilakukan sampai suhu $\pm 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pada suhu tersebut diperkirakan semua pelarut sudah menguap dan residu yang tertinggal adalah senyawa 2-furaldehida, karena senyawa 2-furaldehida memiliki titik didih $160\text{ }^{\circ}\text{C}$. Sedangkan distilatnya merupakan pelarut yang terdiri dari toluena dan etanol. Mekanisme reaksi perubahan pentosan menjadi 2-furfuraldehida dengan katalis asam dapat dilihat pada Gambar 1.

Senyawa 2-furaldehida merupakan senyawa yang dapat bereaksi positif dengan reagen anilin-asetat. Reaksi antara senyawa 2-furaldehida dengan reagen anilin-asetat memberikan warna merah yang spesifik. Warna merah yang terbentuk pada reaksi antara 2-furaldehida dengan reagen anilin-asetat tidak akan terbentuk jika gugus aldehyd pada senyawa 2-furaldehida rusak, sebagai contoh karena oksidasi asam piromusat atau reduksi menjadi furfural alkohol.

Hasil reaksi antara senyawa dengan reagen anilin-asetat tersebut memberikan warna merah tua yang menyatakan reaksi positif terhadap senyawa 2-furaldehida (Gambar 2). Hal ini berarti senyawa yang telah diisolasi kemungkinan adalah senyawa 2-furaldehida.

Analisis selanjutnya dilakukan untuk mengetahui adanya gugus fungsi pada senyawa yang dihasilkan untuk lebih menguatkan bahwa senyawa tersebut adalah 2-furaldehida. Analisis gugus fungsi ini dilakukan dengan menggunakan spektrometer IR (*Infra Red*) Shimadzu FTIR 8201 PC. Hasil dari analisis gugus fungsi menggunakan spektrofotometer *Infra Red* (IR) dari senyawa yang diisolasi diperoleh spektrum IR yang dapat dilihat pada Gambar 3.

Pada spektrum IR pada Gambar 3 tersebut terdapat puncak-puncak penting, yaitu pada bilangan gelombang $3116,97\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya vibrasi stretching C-H aromatis yang diperkuat oleh serapan pada $1604,77\text{ cm}^{-1}$ dan $1504,48\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan serapan dari vibrasi C=C. Serapan pada bilangan gelombang $2924,09\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan

adanya gugus aldehyda. Serapan pada bilangan gelombang $1712,79\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus karbonil aldehyda. Tidak adanya serapan yang tajam pada bilangan gelombang 1300 cm^{-1} menunjukkan tidak adanya gugus OH yang berasal dari selulosa dan lignin.

Karakteristik senyawa yang diisolasi yaitu berwujud cairan kental yang berwarna coklat tua dan berbau khas seperti almond. Berdasarkan analisis gugus fungsi dengan spektrometer IR dan hasil reaksi senyawa dengan reagen anilin-asetat dan karakteristik senyawa yang dihasilkan maka dapat disimpulkan bahwa senyawa yang diisolasi dari ampas tebu dengan metode ekstraksi soklet dan hidrolisis adalah senyawa 2-furaldehida.

Kelebihan Isolasi dengan Metode Sokletasi

Senyawa 2-furaldehida yang dihasilkan dari 10 gram ampas tebu dengan metode sokletasi adalah 1.1476 gram. Rendemen senyawa 2-furaldehida yang diperoleh adalah sebesar 11,476%.

Berdasarkan penelitian terdahulu yang dilakukan Mitarlis dan Retno Wikandari [6] mengenai isolasi 2-furaldehida dengan metode hidrolisis ampas tebu yang diperoleh kadar 2-furaldehida sebesar 11,05%. Hal ini membuktikan bahwa metode ekstraksi soklet lebih efektif untuk mengisolasi senyawa 2-furaldehida pada ampas tebu daripada metode hidrolisis ampas tebu secara langsung. Hal ini karena senyawa organik (pentosan) yang terdapat dalam ampas tebu telah diikat terlebih dahulu oleh campuran pelarut yaitu toluena-etanol. Karena ukuran molekul pentosan yang akan mengalami hidrolisis lebih kecil, maka kemungkinan terjadinya tumbukan efektif antara molekul dengan katalis menjadi semakin besar sehingga reaksi hidrolisis dapat berlangsung lebih efektif

KESIMPULAN

Toluena dan etanol dapat dijadikan sebagai pelarut yang baik untuk ekstraksi senyawa pentosan dalam limbah ampas tebu (*bagasse*). Pentosan hasil isolasi selanjutnya dapat dijadikan senyawa 2-furaldehida melalui reaksi hidrolisis dan dehidrasi menggunakan katalis asam sulfat. Rendemen 2-furaldehida yang diperoleh dari penelitian ini adalah 11,476%.

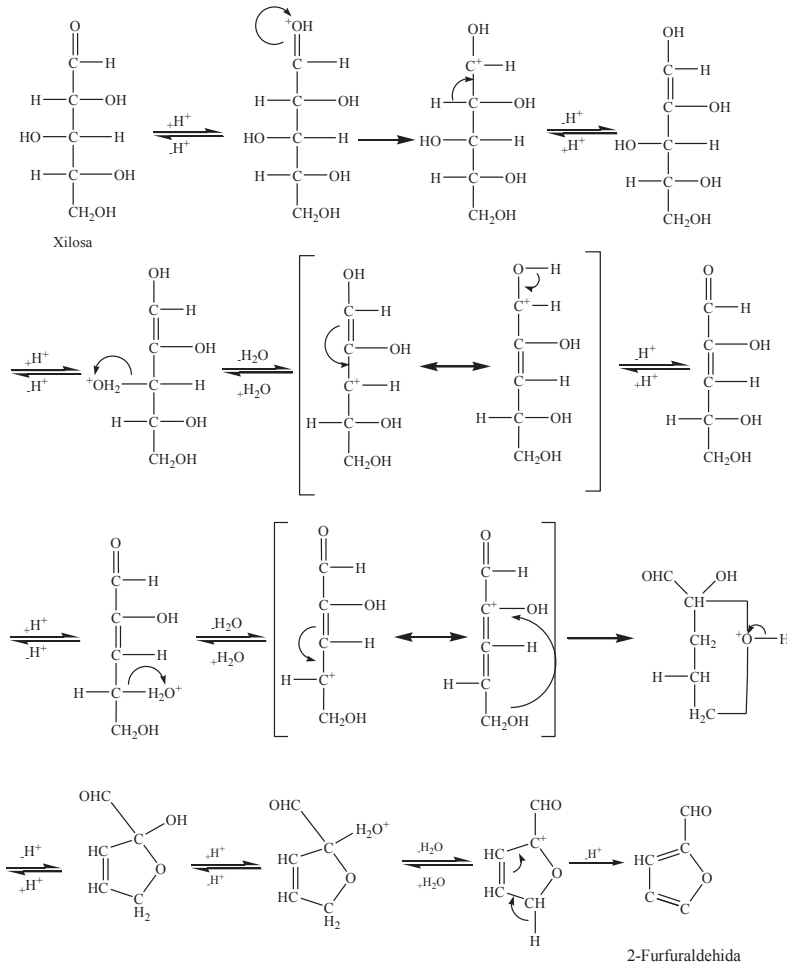
UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terimakasih kepada DP2M DKTI yang telah mendanai penelitian ini melalui Penelitian Hibah Berasing dengan Nomor Kontrak 023/SP2H/PL/Dit.Litabmas/IV/2011 Tanggal 14 April 2011.

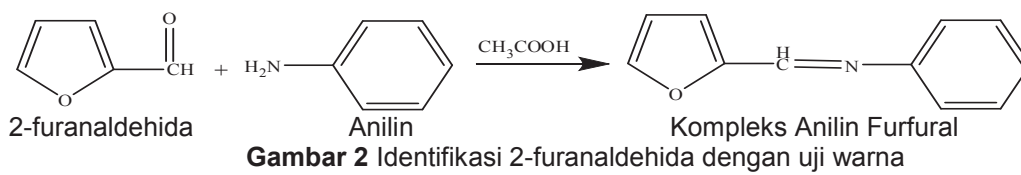
DAFTAR RUJUKAN

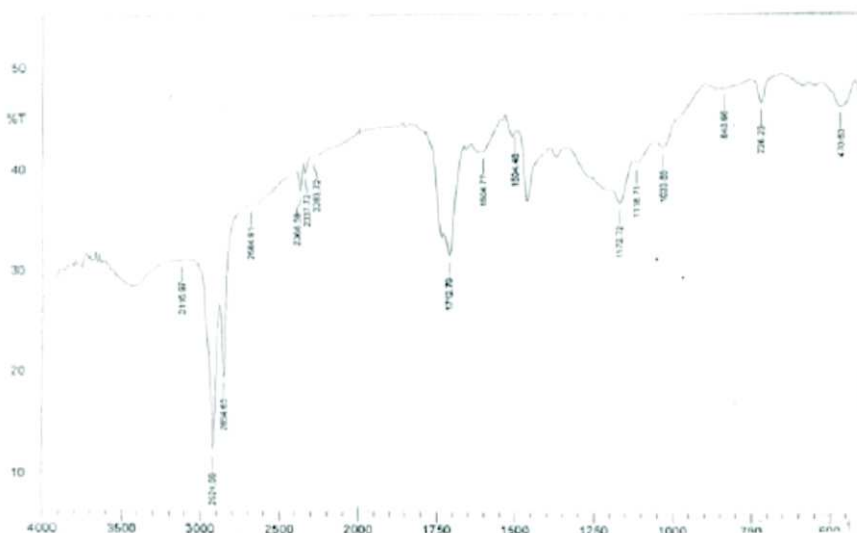
- [1] Anonim, 2002, Tanaman Obat Indonesia (Tebu), BPPT.
- [2] Guntoro, D., Purwono, Sarwono, 2005, Kompos "Bagase" Atasi Kelangkaan Pupuk, Departemen Budi Daya Pertanian, Fakultas Pertanian IPB, Bogor.
- [3] Utomo, S.B. dan Susilowati, E., 2007, *Jurnal Enviro*, 9 (1), 21-27.
- [4] Sugito, J., 1992, Pembudidayaan Tebu di Lahan Sawah dan Tegalan, cetakan pertama, Penebar Swadaya, Jakarta
- [5] Wijanarko, A., Witono, J.A., Wiguna, M.S., 2006, *Journal of the Indonesian Oil and Gas Community*, Komunitas Migas Indonesia.
- [6] Mitarlis dan Wikandari, P.R., 2005, *Indo. J. Chem.*, 5 (3), 219-223.

LAMPIRAN



Gambar 1 Mekanisme reaksi perubahan pentosa menjadi 2-furanaldehida





Gambar 3 Spektrum IR 2-furaldehida hasil isolasi dan sintesis

Tanya jawab :

Nama Penanya : A. Ign. Kristiyanto

Pertanyaan :

Apakah 2-furaldehida sama dengan furfural?

Jawaban :

Ya sama, tapi menggunakan metode yang baru. Dimana setelah dihidrolisis pentosan diisolasi dulu dengan pelarut yang lebih aman (etanol).

Komentar/sharing pengalaman :

Saya punya pengalaman dengan limbah ligno selulosa sekam ampas tebu, kulit kacang tanah, sekam padi/gandum dan tongkol jagung sebagai substrat untuk furfural. Saya pakai kloroform dan kisaran hasil yang sama.