

## PERFORMA KATALIS SULFAT TITANIUM DIOKSIDA-MCM-48 PADA HIDROLISIS SIRUP FRUKTOSA

Joice M<sup>1)</sup>, Hb. Slamet Y<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Dosen Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang, Makassar

### ABSTRACT

This research was conducted to study the synthesis of an acidic nanocluster heterogeneous catalyst and to test its performance. This specific catalyst has the active site TiO<sub>2</sub> and SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> promoter which is impregnated on the MCM-48 type of mesoporous silica support. This catalyst was tested for its performance for the hydrolysis of fructose sugar bonds (commercial syrup) into Furfural compounds and their derivatives which are known as basic chemicals or precursors in the fields of renewable chemistry, fuel, food and pharmaceuticals and Green Chemistry. Observations in this study produced furfural derivatives in the form of 2-Amino -9-(3,4-Dihydroxy-5-Hydroxymethyl-Tetrahydro-Furan-2). The trend that occurred in this experiment for the relationship between product and reagent (water) was inversely proportional. This test was obtained through the analysis of the GC-MS instrument with the peak area quantity values (%); 16.02; 13.44 and 0.13. The characteristics of the catalyst material were carried out using a Scanning Electron Microscope (SEM).

Keywords: *heterogeneous catalyst, MCM-48, mesoporous silica, water molecules, furfural derivatives*

### 1. PENDAHULUAN

Beberapa tahun terakhir ini, secara ekstensif telah dilakukan riset di seluruh dunia untuk mempelajari potensi dan inovasi bahan alam yang tersedia berlimpah secara efisien. Pemanfaatan bahan alam ini sebagai sumber menggantikan bahan-bahan fosil khususnya minyak bumi sebagai sumber bahan bakar cair sebagai *petroleum* dan bahan-bahan kimia yang disebut *petrochemical*. Inovasi teknologi dalam bidang kimia sangat dibutuhkan dengan melirik bahan-bahan alam dalam fungsinya sebagai bahan terbarukan misalnya, konversi biomassa menjadi bahan bakar *biofuel* atau berbagai-bahan kimia sintesis yang terbarukan atau *green chemistry*.

Teknologi ini diharapkan dapat dikembangkan secara komersil dalam mendukung bahan baku kimia /fine chemical terbarukan untuk pengolahan plastik dan biofuel serta farmasi [1]. Saat ini beberapa peneliti telah melakukan riset yang focus pada sintesis Furfural dan turunannya dari bahan berbasis gula. Berbagai penelitian telah dilakukan yang tertuju pada katalis dan sistem reaksi yang efisien telah dieksplorasi untuk mensintesis Furfural. Studi riset sebelumnya telah diuji aplikasi asam anorganik, seperti H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan HCl, dapat digunakan sebagai katalis pada sintesis 5-HMF [2]. Namun, hal ini dapat menimbulkan masalah seperti biaya peralatan tinggi karena terjadinya korosi, pencemaran lingkungan dari limbah katalis, dan pemisahan produk sulit ditangani.

Pengembangan inovasi dalam memodifikasi katalis sangat dibutuhkan dalam riset-riset selanjutnya dan menjadi urgensi dalam penggantian aplikasi katalis cair atau homogen menjadi katalis padat atau heterogen. Pada penelitian ini yang menjadi studi dan inovasi adalah sintesis katalis padat bersifat asam yang didesign sebagai pengganti katalis cair (homogen). Katalis direncanakan merupakan material nano yang dapat digunakan kembali. Preparasi katalis menggunakan precursor oksida logam TiO<sub>2</sub> sebagai sisi aktif, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> sebagai promotor dan dimodifikasi pada matriks silika mesopori yang juga disintesis.

### 2. METODE PENELITIAN

Kegiatan penelitian akan dilaksanakan di Laboratorium Jurusan Teknik Kimia PNUP dan sesuai kebutuhan juga di laboratorium-laboratorium komersial lainnya. Penelitian direncanakan selesai dalam 8 bulan penelitian.

#### Bahan dan Alat Penelitian

Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini adalah Ludox HS40, setil trimetil amonium bromida (CTAB), Triton x-100 (Sigma-Aldrich), NaOH p.a (E.Merck), Aquades, asam asetat 30%, etanol p.a, dan alat-alat penelitian seperti termometer, neraca analitik, motor dan batang pengaduk, kertas saring, oven

<sup>1</sup> Korespondensi penulis: Joice Manga, Telp 082344666788,joicemanga.a@poliupg.ac.id

dan tanur dan sejumlah wadah dan gelas-gelas kimia. Sedangkan bahan-bahan untuk preparasi katalis dibutuhkan TiO<sub>2</sub> (Merck) dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (Merck) sebagai promotor dan sisi aktif.

**Sintesis Material Mesopori.** Sintesis material mesopori menggunakan metode Ryoo yang telah dimodifikasi [3]. Mula-mula larutan silika dibuat dengan cara sebanyak 14,3 gram Ludox HS40 dicampur dengan 45,25 gram larutan NaOH 1 M pada suhu 80°C sambil diaduk selama 2 jam. Larutan silika yang dihasilkan kemudian didinginkan. Berikutnya, campuran surfaktan dibuat dengan melarutkan 6,12 gram CTAB dan 1,34 gram Triton x-100 secara bersamaan dalam 83,47 gram aquades sambil dipanaskan. Setelah larutan sodium tetrasilikat dan larutan surfaktan dingin, kedua larutan tersebut dicampur dengan cepat dalam botol polipropilen. Botol langsung ditutup dan dikocok dengan kuat selama 15 menit. Campuran gel yang dihasilkan, kemudian dipanaskan dalam kondisi statis pada suhu 100 °C selama 24 jam. Pada tahap ini, mesofase surfaktan silika terbentuk. Untuk menghindari pemisahan dari mesofase pada tahap awal pemanasan, botol yang berisi campuran sekali-sekali dikocok. Campuran didinginkan pada suhu kamar, dan asam asetat 30% dalam dit-ambahkan ke dalam campuran untuk mengatur pH hingga 10. Setelah pH mencapai 10, campuran dipanaskan lagi pada suhu 100 °C selama 24 jam dan 72 jam dan untuk tanpa hidrotermal dilakukan dengan pengadukan pada suhu ruang selama 24 jam dan 72 jam, kemudian didinginkan pada suhu kamar. Silika mesopori yang telah terbentuk disaring, dicuci dengan aquades kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C. Surfaktan dihilangkan dari produk berwarna putih dengan metode kalsinasi pada suhu 500°C selama 5 jam dengan laju pemanasan 10°C/menit. [4]; [5]

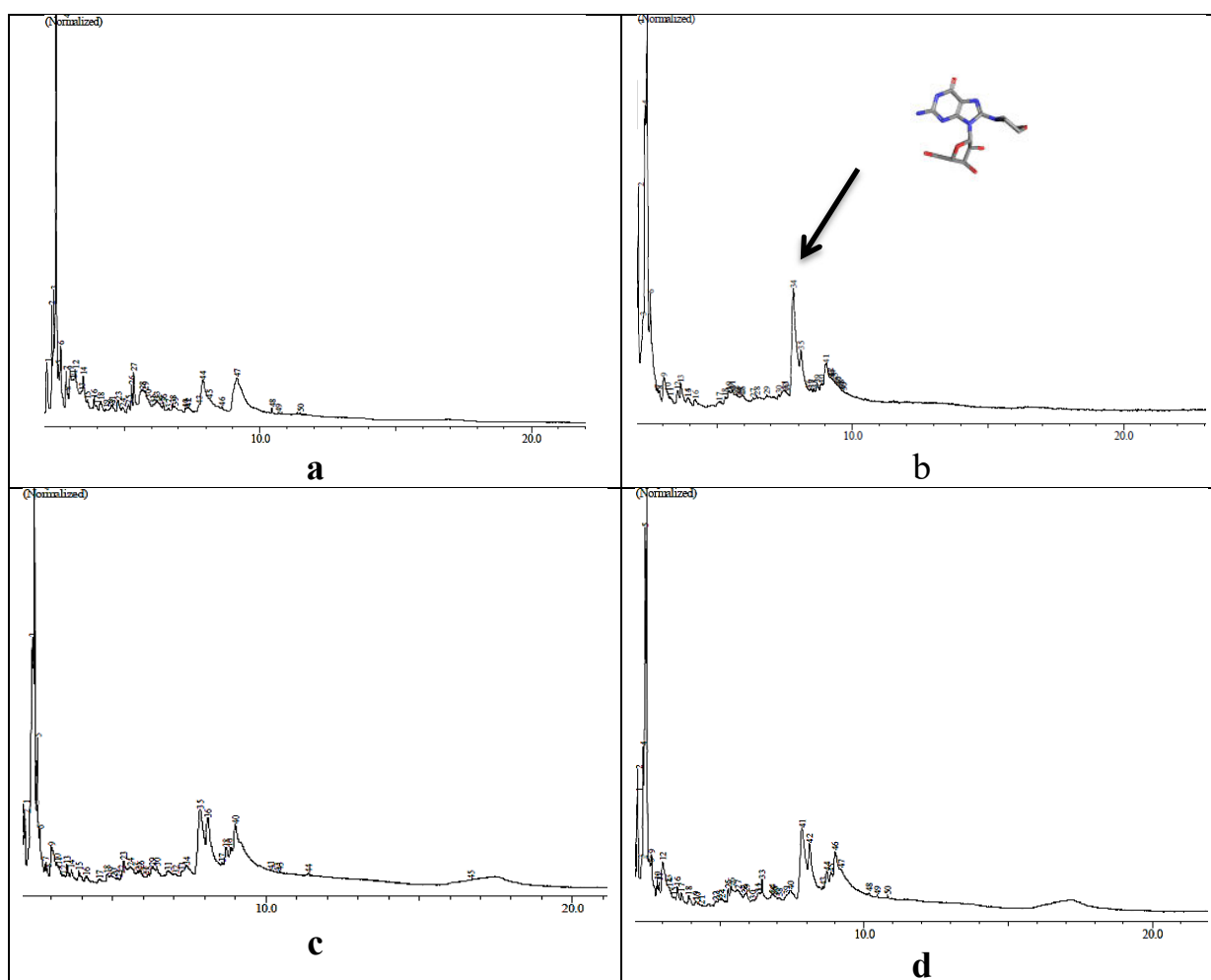
**Sintesis Katalis Padat SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/TiO<sub>2</sub>- MCM-48.** Mula-mula serbuk TiO<sub>2</sub> direndam di dalam larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2M dan diaduk lalu ditambahkan Silika (MCM-48) dengan rasio tertentu (variasi TiO<sub>2</sub> : SiO<sub>2</sub> = 1:4). Kondisi operasi sebagai berikut : lama perendaman 6 jam, perbandingan volume antara *bulk* TiO<sub>2</sub> dan Silika terhadap asam sulfat sebesar 1:2 (b/v), kecepatan pengadukan 250 rpm. Setelah perendaman, padatan gel yang diperoleh kemudian ditiriskan dan dikeringkan pada suhu 105 °C selama 24 jam. Selanjutnya, bahan katalis ini dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 4 jam di dalam tanur.

**Performa Katalis terhadap Sirup Fruktosa.** Mula-mula disiapkan larutan sirup fruktosa dengan jumlah tertentu, lalu dimasukkan ke dalamnya material katalis sejumlah 10% b/b dari bahan baku. Pada riset ini direncanakan variasi pereaksi air yang digunakan. Rasio air dan bahan baku adalah 1:2; 1:3; dan 1:4. Kemudian diaduk dengan kecepatan konstan 250 rpm dan reaksi berlangsung ditetapkan 120 menit pada suhu 100°C. Reaksi dihentikan dan katalis dipisahkan dengan proses penyaringan dan produk dianalisis menggunakan GCMS.

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

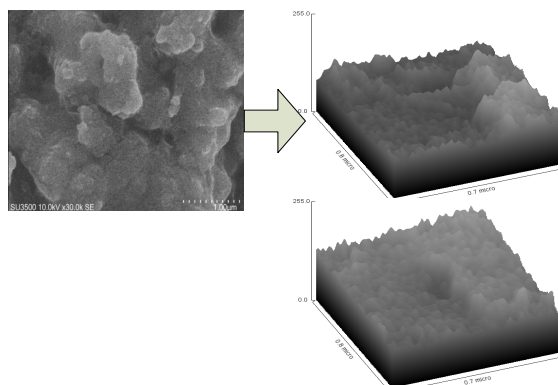
Hasil dari penelitian ini, menunjukkan bahwa produk furfural dan turunannya dapat diperoleh, dengan aplikasi katalis SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/TiO<sub>2</sub>- MCM-48. Performa katalis heterogen asam sintesis ini memiliki peran dalam proses hidrolisis sirup fruktosa dengan air . Hal ini dapat diindikasikan dengan diperolehnya produk yang dominan dari turunan furfural yaitu :2- Amino -9-(3,4-Dihydroxy-5-Hydroxymethyl-Tetrahydro-Furan-2 - pada Gambar 1.

Trend yang ditunjukkan dari senyawa ini terhadap proses reaksi hidrolisis pembentukannya adalah kuantitas rendemen akan meningkat jika semakin menurunnya jumlah pereaksi air. Data hasil studi yang diindikasikan menyatakan bahwa nilai area yang dihasilkan kromatogram pada Gambar 1, adalah 0,13% (1:4 b/b); 13,44% (1:3 b/b) dan 16,02% (1:2 b/b) sedangkan pada bahan baku sirup fruktosa tidak ditemukan indikasi ini. Senyawa 5 Hidroksi Metil Furfural juga terindikasikan pada kromatogram di Gambar 1, hanya tingkat keberhasilannya sangat rendah dengan nilai area antara 0, 15% hingga 0,7%.



Gambar 1. Kromatogram GC-MS : a. Sirup Fruktosa komersil ; b. produk (1:2 b/b); c. produk (1:3 b/b); d. produk (1:4 b/b)

Senyawa :2- Amino -9-(3,4-Dihydroxy-5-Hydroxymethyl-Tetrahydro-Furan-2 ini merupakan merupakan bagian dari kelompok alkohol dalam bentuk ester fosfat yang disebut purine nucleoside, yang merupakan komponen dari asam ribonukleat dan nukleotida dan bersifat volatile Senyawa ini juga merupakan suatu metabolit sekunder sebagai asam nukleat yang sangat berperan penting pada sebagai penyusun organisme[6]



Gambar 2. Karakteristik SEM material katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2\text{-MCM-48}$

Karakterisasi katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$ - MCM-48, menunjukkan adanya pori dan permukaan yang tidak rata disebabkan karena proses impregnasi, sehingga sisi aktif  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  pada support atau matriks silika MCM-48. Selain itu hasil karakterisasi via SEM ini, mengindikasikan bahwa pengaruh dari proses kalsinasi menyebabkan mikrostruktur material berbentuk lempengan sehingga memberi efek pada luas permukaan yang merupakan *driving force* pada kecepatan laju reaksi.

#### 4. KESIMPULAN

Kesimpulan dalam penelitian ini adalah: 1) Material silika dan katalis heterogen asam telah berhasil disintesis dan dapat diaplikasikan Kesimpulan ditulis menggunakan huruf Times New Roman, font 11, spasi 1, dan 1 kolom; 2) Studi performa katalis dilakukan dengan melakukan reaksi hidrolisis pada sirup fruktosa dan menghasilkan beberapa senyawa furfural dan turunannya. Komponen senyawa dominan tersebut adalah :2-Amino -9-(3,4-Dihydroxy-5-Hydroxymethyl-Tetrahydro-Furan-2

#### 5. DAFTAR PUSTAKA

- [1] Syelvya Putri Utami and Nor Aisha Saidina Amin, 'PEMBUATAN 5-HIDROKSILMETILFURFURAL DARI GLUKOSA MELALUI PROSES HOT COMPRESSED WATER DENGAN VARIASI WAKTU DAN SUHU', *J. Sains Dan Teknol.*, vol. 16 (2), pp. 54–61, Sep. 2017.
- [2] Jun Zhang, Shubin Wu, and Bo Li, 'Catalytic performance of  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  for the conversion of high fructose corn syrup', *Adv. Mater. Res.*, vol. 666, pp. 131–142, 2013, doi: doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.666.131.
- [3] P. Taba, 'Adsorption Of Water And Benzene Vapour In Mesoporous Materials', *Makara J. Sains*, vol. 12, no. 2, pp. 120–125, November 2008.
- [4] J. Manga, A. Ahmad, P. Taba, and Firdaus, 'OPTIMIZATION SYNTHESIS FATTY ACID ETHYL ESTER AS BIODIESEL FROM PALM FATTY ACID DISTILLATE USING  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  CATALYST SUPPORTED BY MESOPOROUS SILICA', *Rasayan J. Chem.*, vol. 13, no. 01, pp. 621–627, 2020, doi: 10.31788/RJC.2020.1315494.
- [5] K. Schumacher, P. I. Ravikovitch, A. Du Chesne, A. V. Neimark, and K. K. Unger, 'Characterization of MCM-48 Materials', *Langmuir*, vol. 16, no. 10, pp. 4648–4654, May 2000, doi: 10.1021/la991595i.
- [6] PubChem, '7-Methylguanosine'. <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/135445750> (accessed Oct. 31, 2021).

#### 6. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kepada UPPM Politeknik Negeri Ujung Pandang dan labororium Jurusan Teknik Kimia PNUP yang telah berperan sepenuhnya dalam melaksanakan penelitian ini.