

## KARAKTERISASI DAN POTENSI KATALIS KARBON AKTIF TERSULFONASI LIMBAH KAYU PADA REAKSI HIDROLISIS SEKAM PADI MENGGUNAKAN MICROWAVE

(*Characterization and Potential of Wood Waste Sulfonated Activated Carbon Catalyst Based on Rice Husk Hydrolysis Reaction using Microwave*)

Lisna Efiyanti<sup>1</sup>, Sutanto<sup>2</sup>, Nailah Hakimah<sup>2</sup>, Dian Anggraini Indrawan<sup>1</sup> & Gustan Pari<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Pusat Penelitian dan Pengembangan Hasil Hutan  
Jl. Gunung Batu Bogor 16610, Telp. (0251) 8633378; Faks. (0251) 8633413

<sup>2</sup> Universitas Pakuan  
Jl. Pakuan Utara, Bogor 16143, Telp. (0251) 8312206

E-mail: lisnaefiyanti@yahoo.com

Diterima 6 Maret 2019, direvisi 3 Juli 2019, disetujui 05 Juli 2019

### ABSTRACT

*Lignocellulose biomass is a raw material for developing various promising products, such as wood waste, which can be used as raw material for the production of activated carbon as a catalyst. This research aims to characterize activated carbon for hydrolysis catalyst. In this study, the process of making activated carbon from mixed camphor and meranti wood was made through pyrolysis process at temperature of 500°C, followed by sulfonation using H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10N on reflux. The sulfonated activated carbon product (KA-SO<sub>3</sub>H) was then characterized according to Indonesia National Standard (SNI) including recovery value, moisture content, ash content, fly ash, fixed carbon, iodine absorption, while acidity and functional groups were measured using ammonia adsorption and FTIR analysis, respectively. Furthermore, the sulfonated activated carbon was tested for its application in the hydrolysis reaction of rice husks using microwave with vary rice husk weight namely 2, 4 ,6 ,8, and 10 g at 400 and 600 W for 5, 7, and 9 minutes, respectively. The filtrate was then analyzed for its glucose levels using the DNS method (Dinitrosalicylic acid). The optimum condition of the hydrolysis reaction using sulfonated activated carbon catalyst were 400 W power, 1:8 ratio of rice husk and catalyst in 9 minutes duration. The optimum condition produced 330.51 ppm glucose levels with glucose yield percentages was 61.97%, and required energy was 216 kJ.*

*Keywords :* Glucose, hydrolysis, wood waste, sulfonated activated carbon, catalyst

### ABSTRAK

Biomassa berlignoselulosa merupakan bahan baku berbagai produk yang menjanjikan untuk dikembangkan, seperti limbah yang didapatkan dari sisa penggergajian kayu, dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan karbon aktif yang berfungsi sebagai katalis. Tujuan penelitian ini yaitu membuat dan mengkarakterisasi karbon aktif untuk katalis hidrolisis. Pada penelitian ini, dilakukan proses pembuatan karbon aktif dari limbah campuran kayu kamper dan meranti melalui proses pirolisis suhu 500°C yang dilanjutkan dengan proses sulfonasi menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10N. Produk karbon aktif tersulfonasi (KA-SO<sub>3</sub>H) kemudian dikarakterisasi yang meliputi rendemen, kadar air, kadar abu, kadar zat terbang, karbon terikat, daya jerap iod sesuai SNI 06-3730-1995, keasaman menggunakan adsorpsi amonia, dan gugus fungsi menggunakan analisis FTIR. Selanjutnya karbon aktif tersulfonasi diuji aplikasinya pada reaksi hidrolisis sekam padi menggunakan *microwave* dengan variasi bobot sekam padi sebesar 2, 4, 6, 8, dan 10 g pada daya 400 dan 600 W selama 5, 7, dan 9 menit. Kadar glukosa filtrat hasil reaksi selanjutnya dianalisis menggunakan metode asam dinitrosalisisat (DNS). Kondisi optimum reaksi hidrolisis diperoleh pada penggunaan katalis karbon aktif tersulfonasi (daya 400 W, rasio sekam padi:katalis 1:8, serta waktu 9 menit) menghasilkan kadar glukosa sebesar 330,51 ppm dengan persen perolehan glukosa 61,97%, dan energi yang diperlukan sebesar 216 kJ.

Kata kunci : Glukosa, hidrolisis, limbah kayu, karbon aktif tersulfonasi, katalis

## I. PENDAHULUAN

Dewasa ini, penggunaan katalis di bidang kimia dan industri kimia semakin meluas. Katalis merupakan substansi yang dapat mengubah laju reaksi kimia tanpa didapat sebagai produk akhir reaksi. Katalis adalah zat yang dalam jumlah kecil dapat menyebabkan perubahan yang besar; dibedakan berdasarkan interaksinya dengan reaktan, yaitu katalis homogen (memiliki fasa yang sama dengan reaktan) dan katalis heterogen (memiliki fasa berbeda dengan reaktan) (Utomo & Laksono, 2007). Katalis terus berkembang mengikuti kebutuhan dan teknologi, salah satunya yang sedang banyak dikembangkan yaitu katalis asam padat berbasis karbon yang termasuk ke dalam katalis heterogen.

Katalis asam padat berbasis karbon banyak menarik perhatian khusus karena dapat dibuat dengan preparasi yang mudah dan berbahan dasar murah. Beberapa penelitian menggunakan asam sulfat sebagai agen pengaktivasi karbon aktif, karena terbukti memberikan aktivitas katalis yang tinggi terutama pada proses hidrolisis biomassa (Anggoro, Rispiandi, & Purwanto, 2015; Hu, Lin, Wu, Zhou, & Liu, 2015).

Proses hidrolisis biomassa yang mengandung selulosa dan hemiselulosa menjadi glukosa dan xylose memainkan peran penting sebagai langkah awal produksi biofuel dan senyawa kimia lain (Jäger & Büchs, 2012). Hal ini dikarenakan glukosa merupakan senyawa antara yang penting dalam biorefeneri, yang dapat digunakan sebagai bahan baku produksi senyawa kimia dan energi (Fujimoto, Inoue, & Yoshida, 2018).

Selulosa, hemiselulosa, dan lignin merupakan komponen utama dari biomassa lignoselulosa yang memiliki struktur kompleks melalui interaksi intramolekuler dan intermolekuler (Fujimoto et al., 2018), sehingga perombakan komponen-komponen tersebut masih menyisakan tantangan yang berat terutama dalam hal proses hidrolisis (Yu et al., 2016; Liu, Xiao, Xia, & Ma, 2013).

Selama ini, secara umum proses hidrolisis banyak menggunakan enzim dan senyawa asam untuk menghasilkan glukosa. Enzim memberikan selektivitas yang baik terhadap hasil hidrolisis, namun waktu reaksi yang diperlukan terlalu lama, biaya yang diperlukan tinggi, dan terhambat oleh keberadaan komponen selulosa, hemiselulosa, dan lignin yang stabil dalam biomassa (Li et al., 2009; Goswami et al., 2015; Qi, Lian, Yan, & Jr, 2014; Fujimoto et al., 2018). Sebaliknya dengan senyawa asam, waktu dan performa reaksi berjalan dengan cepat namun memiliki kelemahan yaitu sifatnya lebih

korosif, menyisakan limbah cair yang bersifat asam dan sulit didaur ulang (Intaramas, Jonglertjunya, Laosiripojana, & Sakdaronnarong, 2018; Weiqi & Shubin, 2018; Qu et al., 2018; Cheng et al., 2016; Goswami et al., 2015), serta banyak membentuk produk samping seperti furfural. Sehingga disisi lain, katalis asam padat yang merupakan modifikasi katalis asam banyak digeluti untuk dikembangkan karena disinyalir mampu memperbaiki kekurangan senyawa asam maupun enzim tersebut sehingga menghasilkan reaksi yang efektif, mudah dilakukan pemisahan, lebih ramah lingkungan, serta dapat digunakan kembali (Liu, Ba, Jin, & Zhang, 2015; Yabushita, Techikawara, Kobayashi, Fukuoka, & Katz, 2016; Shrotri, Kobayashi, & Fukuoka, 2016; Guo, Fang, Xu, & Jr., 2012; Fraga et al., 2015).

Pada umumnya dalam reaksi hidrolisis, karbon diaktivasi menggunakan aktivator asam sulfat sehingga disebut sebagai karbon aktif tersulfonasi. Selektivitas glukosa yang diperoleh dari hasil hidrolisis menggunakan katalis asam padat dengan aktivator asam sulfat berbasis karbon berkisar 75 – 80% pada suhu 150°C selama 24 jam, karena katalis tersebut dapat menyediakan akses yang baik untuk reaktan dan gugus SO<sub>3</sub>H sebagai situs asam (Guo et al., 2012). Onda, Ochi, dan Yanagisawa (2008) mendapatkan persentase perolehan glukosa sebesar 40% menggunakan katalis karbon aktif tersulfonasi, sementara Nata, Irawan, Mardina, dan Lee (2015) mendapatkan hasil glukosa dari hidrolisis pati sebesar 99,87%. Katalis karbon aktif tersulfonasi dinilai merupakan jenis katalis heterogen kunci yang digunakan secara meluas pada proses reaksi menggunakan katalis asam, terutama dalam proses transformasi biomassa (Chen, Wang, Jiang, Mu, & Liu, 2019). Katalis karbon aktif tersulfonasi juga dapat menjadi pengganti katalis larutan asam karena memiliki keasaman yang tinggi dan mudah didaur ulang sehingga cukup menjanjikan dan dapat diperhitungkan pada beberapa proses reaksi yang dikatalisis asam (Chen et al., 2019).

Iridiasi gelombang mikro pada *microwave* menginduksi rotasi dipol molekul air sehingga diubah menjadi energi panas (Tsubaki et al., 2013). Penggunaan *microwave* pada proses hidrolisis juga mulai dikembangkan karena mampu meningkatkan temperatur larutan secara homogen (Chen, Dou, Zhang, Yang, & Wei, 2019) serta menurunkan energi konsumsi sebesar 75% (Thangavelu, Rajkumar, Pandi, & Ahmed, 2019). *Microwave* juga disinyalir lebih efisien dan dapat menurunkan waktu reaksi sampai 80% (Kostas, Beneroso, & Robinson, 2017).

Bahan baku katalis karbon aktif tersulfonasi salah satunya adalah dari limbah kayu. Produksi total kayu

gergajian di Indonesia mencapai 2,34 juta m<sup>3</sup> (Badan Pusat Statistik, 2017), yang tentu saja menghasilkan limbah industri gergajian yang terkadang tidak termanfaatkan. Beberapa jenis kayu yang banyak digunakan pada bahan bangunan dan menyisakan limbah penggergajian diantaranya kayu kamper dan meranti. Limbah kayu tersebut perlu pengolahan lebih lanjut menjadi bahan yang lebih bernilai seperti karbon aktif yang difungsikan sebagai katalis agar tidak menyisakan masalah lingkungan.

Penelitian karbon aktif tersulfonasi dari limbah kayu sebagai katalis asam padat pada proses hidrolisis belum banyak dikembangkan di Indonesia. Hal ini memberikan peluang untuk mengetahui potensi pemanfaatan limbah kayu sebagai bahan baku pembuatan katalis karbon aktif tersulfonasi pada proses hidrolisis biomassa berlignoselulosa. Tujuan penelitian ini adalah mengkarakterisasi dan memperoleh informasi potensi karbon aktif limbah campuran kayu kamper dan meranti sebagai katalis pada proses hidrolisis sekam padi sehingga diharapkan dapat menjadi alternatif dalam memproses lignoselulosa menjadi senyawa target melalui reaksi hidrolisis.

## II. BAHAN DAN METODE

### A. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah saringan ukuran 60 mesh, desikator, peralatan gelas, alat pirolisis, tabung falcon, oven, microwave, neraca analitik, tanur, pipet mikro, hot plate, sentrifus, FT-IR (*Fourier Transform Infra Red*) dan Spektrofotometer UV-1700 Shimadzu. Adapun bahan yang digunakan ialah serbuk kayu campuran meranti dan kamper, sekam padi, I<sub>2</sub> 0,1 N, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,1 N, amilum 1%, K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 N, KI 10%, NH<sub>4</sub>OH, NaOH 10%, akuades, serta larutan asam dinitrosalisolat.

### B. Metode Penelitian

#### 1. Proses pembuatan karbon aktif tersulfonasi

Proses pembuatan karbon dilakukan dengan cara pirolisis serbuk campuran kayu meranti dan kayu kamper sebanyak 1 kg selama 5 jam pada suhu 500°C. Karbon yang didapatkan kemudian disaring menggunakan saringan 60 mesh agar didapatkan ukuran yang seragam (Kode sampel K). Karbon hasil penyaringan tersebut diaktivasi menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 N (Amelia, Pandapotan, & Purwanto, 2013) pada suhu 150°C (Li, Gu, Bjornson, & Muthukumarappan, 2013) selama 4 jam, lalu dilakukan proses pencucian dengan akuades hingga pH netral (Fraga et al., 2015; Li et al., 2013) dan

dikeringkan dalam oven bersuhu 105°C sehingga didapatkan karbon aktif. Hasil proses aktivasi tersebut dikalsinasi dalam tanur pada suhu 500°C selama 1 jam (Anggraeni, Addarojah, & Anggoro, 2013) sehingga diperoleh karbon aktif tersulfonasi (KA-SO<sub>3</sub>H). Produk arang aktif tersulfonasi kemudian dikarakterisasi meliputi rendemen, kadar air, kadar zat terbang, kadar abu, dan daya jerap iod berdasarkan SNI 06-3730-1995, uji keasaman menggunakan adsorpsi basa amonia untuk menentukan keasaman (kapasitas H<sup>+</sup>), serta analisis gugus fungsi menggunakan Spektroskopi FT-IR.

#### 2. Hidrolisis selulosa menggunakan katalis karbon aktif tersulfonasi (KA-SO<sub>3</sub>H)

Proses aplikasi potensi karbon aktif tersulfonasi (KA-SO<sub>3</sub>H) sebagai katalis pada hidrolisis selulosa dilakukan dengan cara uji aktivitas katalis pada hidrolisis sekam padi dengan variasi bobot sekam padi sebesar 2, 4, 6, 8, dan 10 gram dengan bobot katalis 1 gram, sehingga rasio katalis:sekam padi adalah 1:2; 1:4; 1:6; 1:8 dan 1:10 pada daya *microwave* 400 dan 600 W selama 5, 7, dan 9 menit dalam media air (Rinaldi, Meine, Stein, Palkovits, & Schüth, 2010). Hidrolisis pada masing-masing sampel dilakukan duplo. Filtrat hidrolisis kemudian dipisahkan dengan sentrifus selanjutnya dianalisis kadar glukosanya menggunakan metode asam dinitrosalisolat DNS (Miller, 1959) pada spektrofotometri UV Vis panjang gelombang 530 nm, kemudian konsentrasi glukosa dihitung berdasarkan kurva standar glukosa, dan persen perolehan glukosa serta energi yang diperlukan untuk reaksi hidrolisis dihitung dari konsentrasi glukosa yang paling tinggi.

## I. HASIL DAN PEMBAHASAN

### A. Hasil Karakterisasi Karbon (K) dan Karbon Aktif Tersulfonasi (KA-SO<sub>3</sub>H)

Hasil analisis sampel karbon dan KA-SO<sub>3</sub>H yang telah diuji proksimat disajikan pada Gambar 1.

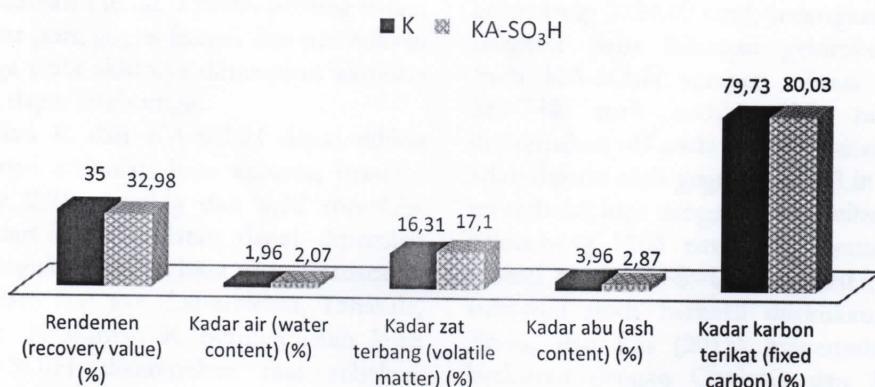
Pada gambar tersebut dapat dilihat bahwa rendemen karbon yang dihasilkan dari 1 kg limbah kayu campuran yaitu 350 g (35%), setelah diaktivasi menjadi katalis KA-SO<sub>3</sub>H menghasilkan rendemen 329,88 g (32,98%). Kadar air K dan KA-SO<sub>3</sub>H masing-masing 1,96 dan 2,07%. Kadar air diukur untuk mengetahui sifat higroskopis dari material sehingga nilai ini juga ditentukan oleh sifat higroskopis karbon pada saat pendinginan (Pari, Sofyan, Syafii, Buchari, & Yamamoto, 2006). Perbedaan nilai kadar air dimungkinkan terjadi karena ada molekul air yang terjebak dalam pori

karbon ketika proses aktivasi maupun pencucian. Nilai kadar air K dan KA-SO<sub>3</sub>H masih memenuhi persyaratan nilai kadar air menurut SNI yaitu maksimal 15%; semakin rendah kadar air yang terkandung diduga akan semakin mudah direaksikan dengan senyawa tertentu ketika akan dilakukan proses aktivasi, dan semakin tinggi nilai kadar air disinyalir dapat menyebabkan penurunan daya jerap karbon aktif terhadap senyawa gas maupun cairan (Wibowo, Syafii, & Pari, 2011).

Kadar zat terbang pada KA-SO<sub>3</sub>H bernilai 17,10% sedangkan pada K sebesar 16,3%. Nilai ini masih memenuhi persyaratan SNI kadar zat terbang yaitu < 25%. Hal ini kemungkinan terjadi karena adanya senyawa seperti uap air dalam pori karbon yang bereaksi dengan atom karbon sehingga membentuk senyawa yang mudah menguap (Pari et

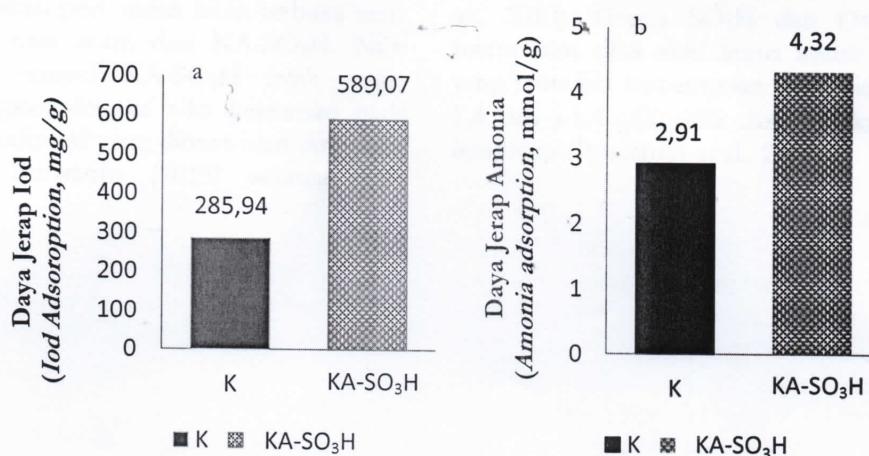
al., 2006). Kadar abu K dan KA-SO<sub>3</sub>H masing-masing bernilai 3,96 dan 2,87%, sehingga masih memenuhi persyaratan SNI yaitu < 10%.

Kadar abu pada KA-SO<sub>3</sub>H mengalami penurunan. Hal ini dimungkinkan terjadi karena adanya penguapan oksida logam pada saat proses aktivasi. Kadar abu memiliki beberapa kandungan mineral seperti kalsium, kalium, magnesium, dan natrium yang dapat menutup permukaan pori karbon sehingga menghalangi proses adsorpsi (Setyawan, Wardani, & Kusumastuti, 2018). Selanjutnya, kadar karbon terikat dari K dan KA-SO<sub>3</sub>H masing-masing 79,73 dan 80,03%. SNI mensyaratkan nilai kadar karbon terikat yaitu sebesar >65%, dengan demikian kadar karbon terikat yang didapat telah memenuhi persyaratan SNI.



**Gambar 1. Uji proksimat karbon (K) dan karbon aktif tersulfonasi (KA-SO<sub>3</sub>H) berdasarkan metode SNI 06-3730-1995**

**Figure 1. Proximate test of carbon (K) and sulfonated activated carbon (KA-SO<sub>3</sub>H) based on SNI 06-3730-1995**



**Gambar 2. Daya jerap karbon terhadap Iod (a) dan Amonia (b) sebelum (K) dan setelah (KA-SO<sub>3</sub>H) sulfonasi**

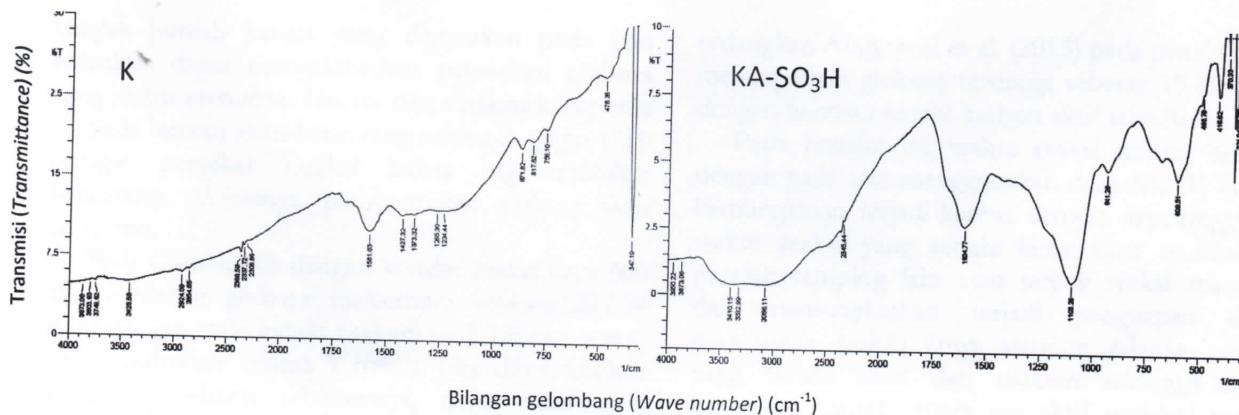
**Figure 2. Carbon adsorption of Iod (a) and Ammonia (b) before (K) and after (KA-SO<sub>3</sub>H) sulfonation**

Daya jerap karbon aktif terhadap iod merupakan salah satu parameter kualitas arang aktif berdasarkan SNI sedangkan daya jerap karbon maupun karbon aktif tersulfonasi terhadap amonia dapat menggambarkan kekuatan situs asam (kapasitas H<sup>+</sup>) pada katalis. Pada Gambar 2 dapat dilihat bahwa daya jerap K dan KA-SO<sub>3</sub>H terhadap iod masing-masing bernilai 285,92 mg/g dan 589,07 mg/g sehingga jika dibandingkan dengan persyaratan SNI untuk adsorpsi iod, angka tersebut masih berada di bawah standar daya jerap iod yang disarankan oleh SNI yaitu 750 mg/g. Akan tetapi, terjadi perubahan kenaikan daya jerap iod yang cukup signifikan pada karbon setelah proses aktivasi menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10N. Proses aktivasi disinyalir dapat menghilangkan pengotor dan membuka pori. Menurut Wu et al. (2010), proses aktivasi memiliki peran penting dalam merubah struktur pori, gugus fungsi, dan permukaan karbon, sehingga pada akhirnya diharapkan aktivitas katalitik karbon dapat lebih tinggi.

Keasaman dari K dan KA-SO<sub>3</sub>H dapat dilihat dari hasil adsorpsi terhadap basa amonia, masing-masing berkisar 2,91 mmol/g dan 4,32 mmol/g. Jumlah asam dari suatu padatan dapat diperoleh dengan cara mengukur jumlah basa yang teradsorpsi secara kimia dalam fase gas (Latupeirissa, Tanasale, & Musa, 2018). Keasaman K bernilai lebih kecil dibanding KA-SO<sub>3</sub>H dikarenakan saat sebelum aktivasi masih terdapat pengotor yang menyumbat pori karbon sehingga pori cenderung tertutup dan sulit mengadsorp amonia. Namun sebaliknya, pada KA-SO<sub>3</sub>H keasaman yang terukur terlihat meningkat, hal ini kemungkinan terjadi karena proses adsorpsi amonia oleh KA-SO<sub>3</sub>H lebih maksimal disebabkan pori sudah lebih terbuka serta ada sumbangan situs asam dari KA-SO<sub>3</sub>H. Nilai keasaman pada sampel KA-SO<sub>3</sub>H lebih tinggi apabila dibandingkan dengan nilai keasaman pada karbon aktif tersulfonasi yang dibuat oleh Anggoro, Rispiandi, dan Purwanto (2015) sebesar 2,95

mmol/g. Keasaman permukaan karbon diduga paling banyak dipengaruhi oleh kekuatan asam dari gugus SO<sub>3</sub>H (Fraga et al., 2015; Li et al., 2013). Dari Gambar 3, dapat dilihat adanya serapan vibrasi masing-masing gugus fungsi yang terkandung pada sampel K dan KA-SO<sub>3</sub>H. Bilangan gelombang di sekitar 3400-an cm<sup>-1</sup> merupakan puncak serapan dari vibrasi tarik gugus -OH dari karboksil dan fenolik grup (Zhong et al., 2015; Lin et al., 2019). Pada sampel K, serapan gugus -OH bebas muncul pada bilangan gelombang 3425,58 cm<sup>-1</sup> sedangkan pada KA-SO<sub>3</sub>H muncul pada bilangan gelombang 3410,15 cm<sup>-1</sup> dengan intensitas puncak yang lebih tinggi, yang sesuai dengan adanya kenaikan pada kadar air KA-SO<sub>3</sub>H. Vibrasi tarik gugus fungsi C-H alifatik pada sampel K terlihat pada bilangan gelombang 2924,09 cm<sup>-1</sup>, sedangkan pada KA-SO<sub>3</sub>H bergeser pada bilangan gelombang 3086,11cm<sup>-1</sup>. Pada KA-SO<sub>3</sub>H serapan vibrasi pada gelombang 884-742 cm<sup>-1</sup> sudah tidak muncul, sehingga diasumsikan -H pada cincin aromatik sebagian besar telah diganti oleh gugus SO<sub>3</sub>H (Lin et al., 2019). Hal ini terbukti juga dengan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 1103 cm<sup>-1</sup> yang berhubungan dengan vibrasi gugus O=S=O dari SO<sub>3</sub>H, sehingga proses sulfonasi telah berhasil dilakukan. Hu, Lin, Wu, Zhou, dan Liu (2015) menemukan vibrasi yang berkaitan dengan O=S=O dan SO<sub>3</sub>H di sekitar bilangan gelombang 1383, 1186, dan 1038 cm<sup>-1</sup>.

Katalis karbon tersulfonasi pada umumnya mengandung tiga gugus fungsi utama yaitu -SO<sub>3</sub>H utamanya sebagai asam Bronsted (Suganuma et al., 2008), *phenolic* -OH dan -COOH menunjukkan kemampuan hidrofilik pada air dan reaktan (Wu et al., 2010). Gugus SO<sub>3</sub>H dan O=S=O disinyalir merupakan situs aktif kunci untuk reaksi hidrolisis yang memiliki kemampuan menghidrolisis ikatan  $\alpha$ -1,4 dan  $\beta$ -1,4 glikosidik dari molekul selulosa yang teradsorp (Intaramas et al., 2018).



**Gambar 3. Spektra FTIR karbon (K) dan karbon aktif tersulfonasi (KA-SO<sub>3</sub>H)**  
**Figure 3. FTIR Spectra of carbon (K) and sulfonated activated carbon (KA-SO<sub>3</sub>H)**

Asam Bronsted yang kuat diperlukan untuk menghidrolisis ikatan 1,4 glikosidik. Telah diketahui bahwa keberadaan gugus SO<sub>3</sub>H pada permukaan karbon dapat mengubah pH, karakteristik adsorpsi, serta membuat karbon lebih cocok digunakan sebagai katalis asam heterogen (Fraga et al., 2015).

#### B. Hasil Aplikasi Potensi Katalis Karbon Aktif Tersulfonasi (KA-SO<sub>3</sub>H) pada Reaksi Hidrolisis Sekam Padi sebagai Sumber Selulosa

Aplikasi potensi dari katalis KA-SO<sub>3</sub>H dilakukan pada proses reaksi hidrolisis sekam padi menggunakan *microwave*. Beberapa variasi kondisi reaksi seperti perbandingan katalis dan sekam padi, waktu reaksi serta variasi daya *microwave* dilihat pengaruhnya terhadap hasil hidrolisis sekam padi.

Gambar 4 memperlihatkan hasil hidrolisis sekam padi dengan berbagai kondisi seperti yang telah disebutkan sebelumnya. Proses hidrolisis pada daya 400 W (Gambar 4a) menunjukkan bahwa semakin banyak sumber sekam padi yang digunakan maka kadar glukosa yang dihasilkan lebih baik, namun terjadi penurunan pada saat reaksi dilakukan pada rasio KA-SO<sub>3</sub>H : sekam padi 1:10. Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa hasil reaksi terbaik (perolehan glukosa sebesar 330,51 ppm, persen perolehan glukosa sebesar 61,97%, dan energi yang diperlukan sebesar 216 kJ) didapatkan dari kondisi reaksi pada rasio KA-SO<sub>3</sub>H : sekam padi 1:8 selama 9 menit hidrolisis. Hasil ini sesuai dengan penelitian Jeong, Park, Seong, & Lee (2017), bahwa reaksi hidrolisis dari biomassa kayu (*Quercus mongolica*) melalui reaksi hidrolisis superkritikal dengan bantuan katalis asam sulfat menghasilkan 49,8% senyawa gula (termasuk glukosa dan xylosa).

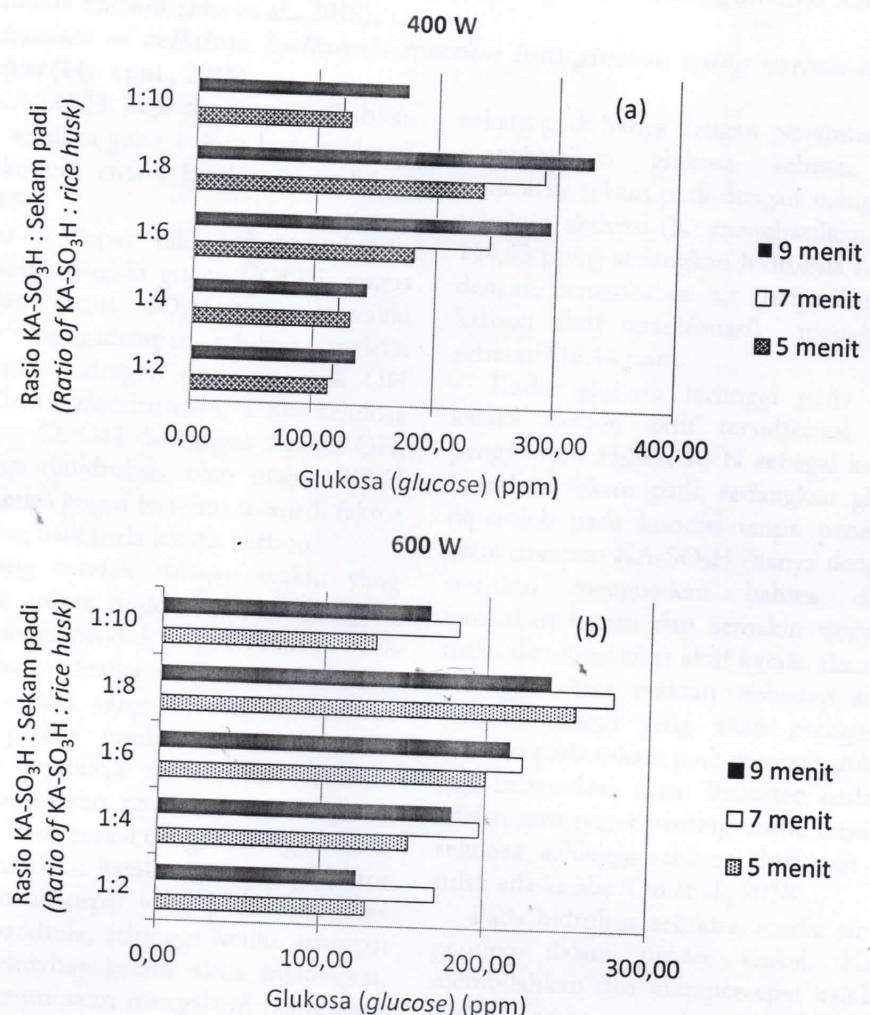
Semakin banyak sekam padi yang digunakan, selulosa yang menjadi sumber glukosa akan semakin banyak. Hal ini sesuai dengan teori bahwa semakin banyak reaktan yang ditambahkan maka kesetimbangan reaksi akan bergeser ke kanan (Chang, 2006) dan meningkatkan produk yang dihasilkan, dalam hal ini glukosa. Namun, pada kondisi tertentu (1:10) ketika sumber selulosa terlalu banyak maka situs aktif katalis tidak lagi mampu membantu proses reaksi berjalan lebih optimal karena katalis telah jenuh bereaksi dan luas permukaan katalis tidak cukup banyak untuk memberikan peluang reaktan berinteraksi. Pada daya 400 W, waktu terbaik diperoleh pada 9 menit reaksi. Kondisi ini menghasilkan glukosa terbanyak sehingga disinyalir lamanya waktu reaksi terbukti dapat meningkatkan waktu kontak antara selulosa dan katalis (Qu et al., 2018). Reaksi kimia dapat lebih cepat terjadi jika jumlah katalis yang ditambahkan semakin banyak. Semakin banyak katalis yang digunakan terhadap reaktan, maka luas permukaan katalis dan situs aktif juga akan semakin besar sehingga interaksi antar reaktan akan semakin mudah dan produk dapat lebih banyak terbentuk. Namun terkadang, apabila rasio katalis terhadap reaktan terlalu besar, maka akan terjadi hambatan difusi yang lebih tinggi daripada laju reaksi sehingga reaksi akan sulit terjadi. Pembatasan difusi juga dapat terjadi dikarenakan posisi SO<sub>3</sub>H yang tidak hanya berada pada situs yang mudah dijangkau reaktan, tetapi terkadang berada pada internal pori (Fraga et al., 2015). Hal ini sesuai dengan penelitian Cheng et al. (2016) yang melaporkan bahwa ketika jumlah katalis yang ditambahkan sedikit, maka kristalinitas internal bambu tidak dapat seluruhnya dihancurkan, yang mana menghasilkan interaksi yang tidak sempurna antara bambu dan katalis sehingga gula pereduksi yang dihasilkan relatif lebih sedikit. Pada penelitian Anggraeni et al. (2013) juga diketahui bahwa terlalu

banyak jumlah katalis yang digunakan pada saat hidrolisis dapat mengakibatkan perolehan glukosa yang justru menurun. Hal ini dikarenakan komposisi air pada larutan akan berkurang sehingga gugus OH sebagai pengikat radikal bebas juga semakin berkurang. Akibatnya, pembentukan glukosa akan menurun.

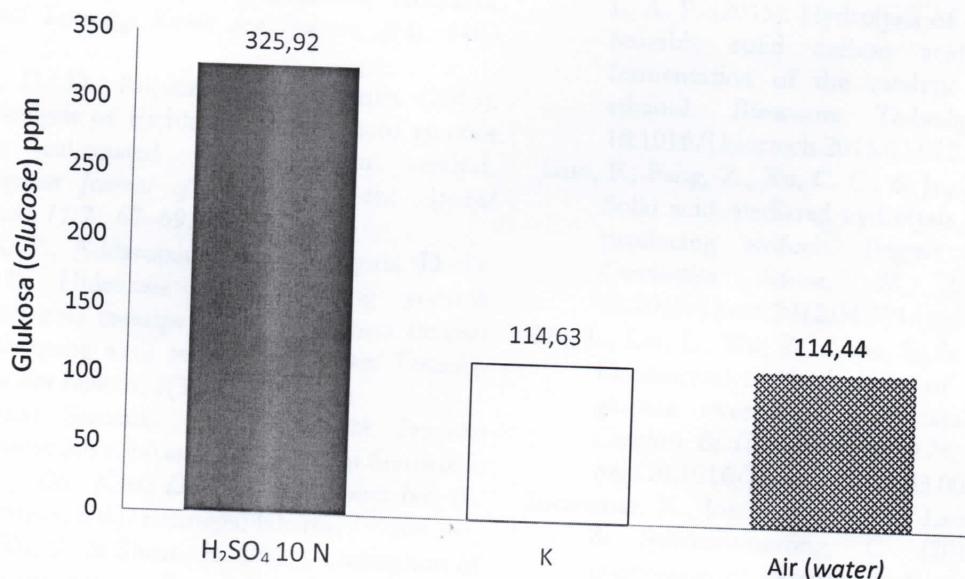
Pada Gambar 4b dengan kondisi reaksi daya 600 W, perolehan glukosa maksimum sebesar 277,94 ppm dengan rasio katalis : sekam padi 1:8 dan waktu reaksi hidrolisis selama 7 menit. Jika dibandingkan dengan penelitian sebelumnya, maka hasil yang diperoleh masih lebih rendah. Goswami et al. (2015) melaporkan dengan penambahan katalis pada proses hidrolisis dapat menghasilkan 262.000 ppm glukosa dari jerami padi yang telah diberi perlakuan pendahuluan menggunakan senyawa alkali,

sedangkan Anggraeni et al. (2013) pada penelitiannya mendapatkan glukosa tertinggi sebesar 15.819 ppm dengan bantuan katalis karbon aktif tersulfonasi.

Pada kondisi ini, waktu reaksi terbaik berbeda dengan pada saat menggunakan daya 400 W. Hal ini kemungkinan terjadi karena dengan daya tinggi dan waktu reaksi yang terlalu lama akan membentuk produk samping lain atau terjadi reaksi sekunder. dan memungkinkan terjadi penguapan akibat pemanasan terlalu lama ataupun adanya gerakan yang terlalu aktif dari reaktan sehingga terjadi gangguan kontak antara sisi aktif molekul reaktan dan situs aktif katalis. Efisiensi hidrolisis bergantung pada waktu dan frekuensi kontak antara selulosa dan situs aktif, diperkaya dengan bantuan pori dalam menjebak selulosa (Hu et al., 2015). Gugus OH dari grup fenolik



Gambar 4. Diagram rasio KA-SO<sub>3</sub>H: sekam padi vs glukosa pada daya (a) 400 W dan (b) 600 W  
Figure 4. Ratio diagram of KA-SO<sub>3</sub>H: rice husk vs glucose at (a) 400 W and (b) 600 W



**Gambar 6. Hidrolisis sekam padi tanpa menggunakan KA-SO<sub>3</sub>H**  
*Figure 6. Rice husk hydrolysis without using KA-SO<sub>3</sub>H*

reaksi, seperti pada penelitian Nata et al. (2015) yang menghasilkan glukosa 4,08 mg/mL dari 0,8 g pati dengan media air pada temperatur tinggi tanpa penggunaan katalis.

Pemanasan dengan *microwave* juga dapat mempengaruhi jalur reaksi dengan meningkatkan laju reaksi karena peningkatan temperatur serta mengurangi kristalinitas selulosa sehingga efisiensi hidrolisis meningkat (Guo et al., 2012; Xu et al., 2011; Chen, Tu, & Sheen, 2011; Zhang & Zhao, 2009). Beberapa faktor lain yang juga dapat mempengaruhi proses hidrolisis biomassa diantaranya: pengaruh komposisi biomassa, aksesibilitas permukaan biomassa, deaktivasi katalis, serta pengaruh *pretreatment* biomassa (Kang, Fu, & Zhang, 2018).

#### IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa katalis karbon aktif tersulfonasi dari limbah kayu campuran meranti dan kamper memiliki rendemen, kadar air, zat terbang, kadar abu, dan karbon terikat masing-masing sebesar 32,98%; 2,07%; 16,3%; dan 2,87% sehingga memenuhi persyaratan SNI. Katalis karbon juga memiliki daya jerap iod sebesar 589,07 mg/g dan keasaman sebesar 4,32 mmol/g, serta terdeteksi memiliki gugus SO<sub>3</sub>H. Katalis tersebut juga berpotensi untuk diaplikasikan pada proses hidrolisis sekam padi menggunakan *microwave* sehingga menghasilkan kadar glukosa optimum sebesar 330,51 ppm dengan energi 216 kJ

serta persen perolehan glukosa sebesar 61,97% pada daya 400 W selama 9 menit dan rasio KA-SO<sub>3</sub>H : selulosa 1:8. Penggunaan 1 g katalis pada substrat sebanyak 8 g dapat menghasilkan perolehan glukosa 61,97% dengan kadar 330,51 ppm. Pemanfaatan limbah kayu menjadi katalis diharapkan dapat dikembangkan lebih lanjut dan menjadi salah satu produk prioritas di masa depan.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian dan Pengembangan Hasil Hutan (P3HH), tim peneliti dan teknisi Laboratorium Kimia Terpadu - P3HH, Nela Rahmati Sari, Dadang Setiawan, Poedji Hastuti, Saepulloh serta Suci Aprianti yang telah membantu dalam proses penelitian dan analisis sampel sehingga penelitian ini dapat berjalan dengan baik.

#### KONTRIBUSI PENULIS

Ide, desain dan rancangan percobaan dilakukan oleh LE. Pengambilan data dilakukan oleh LE, NH. Analisis data dilakukan oleh LE, SU, dan NH dan penulisan manuskrip dilakukan oleh LE dan DA. Perbaikan dan finalisasi manuskrip dilakukan oleh LE, DA dan GP.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Amelia, R., Pandapotan, H., & Purwanto. (2013). Pembuatan dan karakterisasi katalis karbon aktif tersulfonasi sebagai katalis ramah

- lingkungan pada proses hidrolisis biomassa. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, 2(4), 146–156.
- Anggoro, D. D., Rispiandi, & Purwanto. (2015). Hydrolysis of Eichhornia crassipes to glucose over sulfonated active carbon catalyst. *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*, 11(2), 67–69.
- Anggraeni, P., Addarojah, Z., & Anggoro, D. D. (2013). Hidrolisis selulosa eceng gondok (*Eichhornia crassipe*) menjadi glukosa dengan katalis arang aktif tersulfonasi. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, 2(3), 63–69.
- Badan Pusat Statistik. (2017). *Statistik Produksi Kehutanan 2016*. Jakarta: Badan Pusat Statistik.
- Chang, R. (2006). *Kimia Dasar: Konsep-konsep Inti*. (L. Simarmata, Ed.). Erlangga, Jakarta.
- Chen, W., Tu, Y., & Sheen, H. (2011). Disruption of sugarcane bagasse lignocellulosic structure by means of dilute sulfuric acid pretreatment with microwave-assisted heating. *Applied Energy*, 88, 2726–2734. doi: 10.1016/j.apenergy.2011.02.027.
- Chen, Z., Dou, X., Zhang, Y., Yang, M., & Wei, D. (2019). Rapid thermal-acid hydrolysis of spiramycin by silicotungstic acid under microwave irradiation. *Environmental Pollution*, 249, 36–44. doi: 10.1016/j.envpol.2019.02.074.
- Chen, G., Wang, X., Jiang, Y., Mu, X., & Liu, H. (2019). Insights into deactivation mechanism of sulfonated carbonaceous solid acids probed by cellulose hydrolysis. *Catalysis Today*, 319, 25–30. doi: 10.1016/j.cattod.2018.03.069.
- Cheng, J., Wang, N., Zhao, D., Qin, D., Si, W., Tan, Y., & Wang, D. (2016). The enhancement of the hydrolysis of bamboo biomass in ionic liquid with chitosan-based solid acid catalysts immobilized with metal ions. *Bioresource Technology*, 220, 457–463. doi: 10.1016/j.biortech.2016.08.064.
- Fraga, A. do C., Quitete, C. P. B., Loureiro, V. L., Sousa-Aguiar, E. F., Fonseca, I. M., & Rego, A. M. B. (2015). Biomass derived solid acids as effective hydrolysis catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 1–10.
- Fujimoto, S., Inoue, S., & Yoshida, M. (2018). High solid concentrations during the hydrothermal pretreatment of eucalyptus accelerate hemicellulose decomposition and subsequent enzymatic glucose production. *Bioresource Technology Reports*, 4, 16–20. doi: 10.1016/j.biteb.2018.09.006.
- Goswami, M., Meena, S., Navatha, S., Rani, K. N. P., Pandey, A., Sukumaran, R. K., ... Devi, B. L. A. P. (2015). Hydrolysis of biomass using a reusable solid carbon acid catalyst and fermentation of the catalytic hydrolysate to ethanol. *Bioresource Technology*, 1–4. doi: 10.1016/j.biortech.2015.03.012.
- Guo, F., Fang, Z., Xu, C. C., & Jr., R. L. S. (2012). Solid acid mediated hydrolysis of biomass for producing biofuels. *Progress in Energy and Combustion Science*, 38, 672–690. doi: 10.1016/j.pecs.2012.04.001.
- Hu, L., Lin, L., Wu, Z., Zhou, S., & Liu, S. (2015). Chemocatalytic hydrolysis of cellulose into glucose over solid acid catalysts. *Applied Catalysis B: Environmental*, 174, 225–243. doi: org/10.1016/j.apcatb.2015.03.003.
- Intaramas, K., Jonglertjanya, W., Laosiripojana, N., & Sakdaronnarong, C. (2018). Selective conversion of cassava mash to glucose using solid acid catalysts by sequential solid state mixed-milling reaction and thermo-hydrolysis. *Energy*, 149, 837–847. doi: 10.1016/j.energy.2018.02.073.
- Jäger, G., & Büchs, J. (2012). Biocatalytic conversion of lignocellulose to platform chemicals. *Biotechnol*, 7, 1–15. doi: 10.1002/biot.201200033.
- Jeong, H., Park, Y.-C., Seong, Y.-J., & Lee, S. M. (2017). Sugar and ethanol production from woody biomass via supercritical water hydrolysis in a continuous pilot-scale system using acid catalyst. *Bioresource Technology*, 245, 351–357. doi: 10.1016/j.biortech.2017.08.058.
- Kang, S., Fu, J., & Zhang, G. (2018). From lignocellulosic biomass to levulinic acid: a review on acid-catalyzed hydrolysis. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 94, 340–362. doi: 10.1016/j.rser.2018.06.016.
- Kostas, E. T., Benoso, D., & Robinson, J. P. (2017). The application of microwave heating in bioenergy: A Review on the microwave pre-treatment and upgrading technologies for biomass. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 77, 12–27.
- Latupeirissa, J., Tanasale, M. F. J. D. P., & Musa, S. H. (2018). Kinetika adsorpsi zat warna metilen biru oleh karbon aktif dari kulit kemiri (*Aleurites moluccana* (L.) Willd). *Indonesian Journal of Chemical Research*, 6(1), 12–21.
- Li, Q., He, Y., Xian, M., Jun, G., Xu, X., Yang, J., & Li, L. (2009). Improving enzymatic hydrolysis of wheat straw using ionic liquid 1-ethyl-3-methyl imidazolium diethyl phosphate pretreatment. *Bioresource Technology*, 100, 3570–3575. doi: 10.1016/j.biortech.2009.02.040.

- Li, S., Gu, Z., Bjornson, B. E., & Muthukumarappan, A. (2013). Biochar based solid acid catalyst hydrolyze biomass. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 1, 1174–1181. doi: 10.1016/j.jece.2013.09.004.
- Lin, Q., Zhang, C., Wang, X., Cheng, B., Mai, N., & Ren, J. (2019). Impact of activation on properties of carbon-based solid acid catalysts for the hydrothermal conversion of xylose and hemicelluloses. *Catalysis Today*, 319, 31–40. doi: 10.1016/j.cattod.2018.03.070.
- Liu, B., Ba, C., Jin, M., & Zhang, Z. (2015). Effective conversion of carbohydrates into biofuel precursor 5-hydroxymethylfurfural (HMF) over Cr-incorporated mesoporous zirconium phosphate. *Industrial Crops & Products*, 76, 781–786. doi: 10.1016/j.indcrop.2015.07.036.
- Liu, Y., Xiao, W., Xia, S., & Ma, P. (2013). SO<sub>3</sub>H-functionalized acidic ionic liquids as catalysts for the hydrolysis of cellulose. *Carbohydrate Polymers*, 92, 218–222. doi: 10.1016/j.carbpol.2012.08.095.
- Miller, G. L. (1959). Use of Dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. *Analytical Chemistry*, 31(3), 426–428. doi: 10.1021/ac60147a030.
- Nata, I. F., Irawan, C., Mardina, P., & Lee, C. (2015). Carbon-based strong solid acid for cornstarch hydrolysis. *Journal of Solid State Chemistry*. doi: 10.1016/j.jssc.2015.07.005.
- Onda, A., Ochi, T., & Yanagisawa, K. (2008). Selective hydrolysis of cellulose into glucose over solid acid catalysts. *Green Chemistry*, 10, 1033–1037. doi: 10.1039/b808471h.
- Pari, G., Sofyan, K., Syafii, W., Buchari, & Yamamoto, H. (2006). Kajian struktur arang dan lignin. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*, 24(1), 9–20.
- Qi, X., Lian, Y., Yan, L., & Smith Jr., R. L. (2014). One-step preparation of carbonaceous solid acid catalysts by hydrothermal carbonization of glucose for cellulose hydrolysis. *Catalysis Communications*, 57, 50–54. doi: 10.1016/j.catcom.2014.07.035.
- Qu, H., Zhou, Y., Ma, Y., Zhao, P., Gao, B., Guo, M., & Feng, C. (2018). A green catalyst for hydrolysis of cellulose: Amino acid protic ionic liquid. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 1–7. doi: 10.1016/j.jtice.2018.09.024.
- Rinaldi, R., Meine, N., Stein, J. vom, Palkovits, R., & Schüth, F. (2010). Which controls the depolymerization of cellulose in ionic liquids: The solid acid catalyst or cellulose? *CHEMSUSCHEM*, 3, 266–276. doi: 10.1002/cssc.200900281.
- Setyawan, M. N., Wardani, S., & Kusumastuti, E. (2018). Arang kulit kacang tanah teraktivasi H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> sebagai adsorben ion logam Cu (II) dan diimmobilisasi dalam bata beton. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 7(3), 262–269.
- Shrotri, A., Kobayashi, H., & Fukuoka, A. (2016). Air oxidation of activated carbon to synthesize a biomimetic catalyst for hydrolysis of cellulose. *CHEMSUSCHEM*, 9, 1299–1303. doi: 10.1002/cssc.201600279.
- Suganuma, S., Nakajima, K., Kitano, M., Yamaguchi, D., Kato, H., Hayashi, S., & Hara, M. (2008). Hydrolysis of cellulose by amorphous carbon bearing SO<sub>3</sub>H, COOH, and OH groups. *Journal of the American Chemical Society*, 130(38), 12787–12793. doi: 10.1021/ja803983h.
- Thangavelu, S. K., Rajkumar, T., Pandi, D. K., & Ahmed, A. S. (2019). Microwave assisted acid hydrolysis for bioethanol fuel production from sago pith waste. *Waste Management*, 86, 80–86.
- Trisunaryanti, W. (2007). *Material katalis*. Yogyakarta: Jurusan Kimia MIPA UGM.
- Tsubaki, S., Oono, K., Ueda, T., Onda, A., Yanagisawa, K., Mitani, T., & Azuma, J. (2013). Microwave-assisted hydrolysis of polysaccharides over polyoxometalate clusters. *Bioresources Technology*, 144, 67–73.
- Utomo, M. P., & Laksono, E. W. (2007). Tinjauan umum tentang deaktivasi katalis pada reaksi katalis heterogen. In *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA* (pp. 110–115). Universitas Negeri Yogyakarta.
- Wei, W., & Shubin, W. (2018). Experimental and kinetic study of glucose conversion to levulinic acid in aqueous medium over Cr / HZSM-5 catalyst. *Fuel*, 225, 311–321. doi: 10.1016/j.fuel.2018.03.120.
- Wibowo, S., Syafii, W., & Pari, G. (2011). Karakterisasi permukaan arang aktif tempurung biji nyamplung. *Makara Teknologi*, 15(1), 17–24.
- Wu, M. N., Joiner, W. J., Dean, T., Yue, Z., Smith, C. J., Chen, D., ... Koh, K. (2010). SLEEPLESS, a Ly-6/neurotoxin family member, regulates the levels, localization and activity of Shaker. *Nature Neuroscience*, 13(1), 69–75. doi: 10.1038/nn.2454.
- Wu, Y., Fu, Z., Yin, D., Xu, Q., Liu, F., Lu, C., & Mao, L. (2010). Microwave-assisted hydrolysis of crystalline cellulose catalyzed by biomass char sulfonic acids. *Green Chemistry*, 696–700.

- doi: 10.1039/b917807d.
- Xu, J., Chen, H., Kadar, Z., Thomsen, A. B., Schmidt, J. E., & Peng, H. (2011). Optimization of microwave pretreatment on wheat straw for ethanol production. *Biomass and Bioenergy*, 35, 3859–3864. doi: 10.1016/j.biombioe.2011.04.054.
- Yabushita, M., Techikawara, K., Kobayashi, H., Fukuoka, A., & Katz, A. (2016). Zeolite-templated carbon catalysts for adsorption and hydrolysis of cellulose-derived long-chain glucans: effect of post-synthetic surface functionalization. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 1–38. doi: 10.1021/acssuschemeng.6b01796.
- Yu, F., Zhong, R., Chong, H., Smet, M., Dehaen, W., & Sels, B. F. (2016). Fast catalytic conversion of recalcitrant cellulose into alkyl levulinates and levulinic acid in the presence of soluble and recoverable sulfonated hyperbranched poly(arylene oxindole)s. *Green Chemistry*, 19, 153–163. doi: 10.1039/c6gc02130a.
- Zhang, Z., & Zhao, Z. K. (2009). Solid acid and microwave-assisted hydrolysis of cellulose in ionic liquid. *Carbohydrate Research*, 344, 2069–2072. doi: 10.1016/j.carres.2009.07.011.
- Zhong, C., Wang, C., Huang, F., Wang, F., Jia, H., Zhou, H., & Wei, P. (2015). Selective hydrolysis of hemicellulose from wheat straw by a nanoscale solid acid catalyst. *Carbohydrate Polymers*, 131, 384–391. doi: 10.1016/j.carbpol.2015.05.070.