

STUDI LITERATUR PENGARUH KONDISI OPERASI FRAKSIONASI TKKS DENGAN PROSES *ORGANOSOLV* TERHADAP KADAR SELULOSA DAN LIGNIN

Sindy Rizkia Salsabila¹, Ahya Siti Hasanah², Emmanuela Maria Widyanti³, Lidya Elizabeth⁴

^{1,2,3,4}Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung, Bandung 40012

¹E-mail : sindy.rizkia.tki18@polban.ac.id

²E-mail : ahya.siti.tki18@polban.ac.id

³E-mail : emmanuelawidyanti24@gmail.com

⁴E-mail : lidya.elizabeth@polban.ac.id

ABSTRAK

Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) merupakan salah satu sumber biomassa lignoselulosa yang terdiri atas komponen selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Komponen-komponen tersebut dapat dipisahkan melalui proses fraksionasi dengan proses *organosolv* untuk ditingkatkan nilai gunanya. Studi literatur yang dilakukan bertujuan untuk menentukan penggunaan *organosolv* terbaik dan kondisi optimum pada proses fraksionasi. Hasil penelusuran menunjukkan bahwa penggunaan pelarut etanol berkatalis basa dinilai paling baik digunakan pada proses fraksionasi TKKS ditinjau dari sisi ekonomis, toksisitas, serta kemampuannya dalam memisahkan komponen lignoselulosa. Kondisi operasi terbaik yang didapatkan dari penelusuran literatur percobaan adalah pada konsentrasi katalis 5%, suhu 160°C, waktu selama 120 menit, rasio etanol: air sebanyak 1:1, dan rasio fraksi berat biomassa 10%. Pada kondisi tersebut diperoleh hasil selulosa sebesar 61,45% dan penghilangan lignin sebesar 63,35%. Pengolahan data dilakukan kembali dengan menggunakan *software* IBM SPSS Statistics 25 dan MINITAB 19 untuk memperoleh kondisi optimum proses yang lebih spesifik. Pada hasil pengolahan data diperoleh bahwa semakin tinggi suhu, waktu dan pelarut, dan semakin rendah konsentrasi katalis dan fraksi berat biomassa maka hasil semakin baik. Kondisi optimum yang diperoleh dari hasil pengolahan data yaitu pada konsentrasi katalis 2%, suhu 200°C, waktu selama 150 menit, rasio etanol:air sebanyak 3:2, dan rasio fraksi berat biomassa 5%.

Kata Kunci

Fraksionasi, TKKS, lignoselulosa, *organosolv*, kondisi operasi

ABSTRACT

Oil Palm Empty Fruit Bunches (OPEFB) is a source of lignocellulosic biomass which consists of cellulose, hemicellulose, and lignin components. These components can be separated through *organosolv* fractionation process to increase their value. The study aimed to determine the best use of *organosolv* and the optimum conditions for the fractionation process. The search results show that the use of alkaline catalyzed ethanol as solvent is considered the best used in fractionation process in terms of economy, toxicity, and its ability to separate lignocellulose components. The best conditions obtained from the experimental literature search were 5% catalyst concentration, 160°C temperature, 120 minutes, 1:1 ethanol: water ratio, and 10% biomass weight fraction ratio. Under these conditions, the cellulose yield and lignin removal were 61,45% and 63,35%, respectively. Data processing was carried out again using IBM SPSS Statistics 25 and MINITAB 19 software to obtain more specific conditions. The results of data processing showed that the higher the temperature, time, and solvent, and the lower the concentration of catalyst and weight fraction of biomass, the better the results. The optimum conditions obtained from the data processing were 2% catalyst concentration, 200°C temperature, 150 minutes, 3:2 ethanol: water ratio, and 5% biomass weight fraction percentage.

Keywords

Fractionation, OPEFB, lignocellulose, *organosolv*, operating conditions

1. PENDAHULUAN

Lignoselulosa merupakan komponen utama tanaman yang menggambarkan jumlah sumber bahan organik yang diperbaharui. Secara kimia, lignoselulosa terdiri atas tiga komponen utama yaitu lignin, hemiselulosa, selulosa dan sedikit kandungan ekstraktif[1].

Salah satu limbah sumber lignoselulosa adalah Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS). Ketersediaannya cukup melimpah, terutama pada limbah pertanian, perkebunan, dan kehutanan. Berdasarkan data BPS tahun 2019, Indonesia memproduksi 48,4 juta ton minyak sawit[2]. Peningkatan produksi minyak sawit yang semakin bertambah, meningkatkan pula produksi limbah kelapa sawit. TKKS merupakan limbah industri

perkebunan kelapa sawit yang tersusun dari beberapa zat penting yang dapat dimanfaatkan dan diolah menjadi bahan lain yang lebih bernilai secara ekonomi[3]. TKKS memiliki kandungan lignoselulosa yang cukup tinggi. Lignoselulosa pada TKKS mengandung tiga komponen penyusun utama, yaitu selulosa (30-50% berat), hemiselulosa (15-35% berat), dan lignin (13-30% berat)[4]. Menurut Rahmasita, dkk komposisi kimia pada TKKS yaitu, selulosa (42,7-65% berat), hemiselulosa (17,1-33,5% berat), dan lignin (13,2-25,31% berat)[5]. Sedangkan menurut Anggraini dan Roliadi komposisi kimia TKKS terdiri dari selulosa (43-44% berat), hemiselulosa 34% berat, dan lignin (17-20% berat)[6]. Perbedaan komposisi dipengaruhi oleh beberapa hal seperti jenis biomassa, umur tanaman, dan tempat tumbuh tanaman [7].

Lignin biasanya dianggap sebagai penghalang untuk mengakses *holocellulosic fragmen* (selulosa dan hemiselulosa) karena kandungan lignin dan hemiselulosa pada material lignoselulosa seperti TKKS membentuk struktur yang kuat melalui ikatan kovalen yang berfungsi melindungi sel tanaman dari serangan mikroorganisme[8]. Struktur yang terbentuk dari ikatan kovalen antara lignin dan hemiselulosa melindungi selulosa sehingga selulosa sulit untuk di hidrolisis. Oleh karena itu diperlukan *pretreatment* khusus untuk menghilangkan atau setidaknya mengurangi kandungan lignin dalam lignoselulosa [9]. Komponen utama lignoselulosa berupa lignin, selulosa dan hemiselulosa dapat ditingkatkan nilai gunanya melalui proses pemisahan yang disebut fraksionasi biomassa. Fraksionasi ini dapat dilakukan dengan menggunakan proses *organosolv*. Proses *organosolv* merupakan suatu proses pemisahan serat dengan menggunakan bahan kimia organik seperti, metanol, etanol, aseton, asam asetat, dan lainnya. Proses *organosolv* awalnya dikembangkan sebagai alternatif pada proses pembuatan pulp untuk kertas. Selain pembuatan kertas, *organosolv* juga dapat diaplikasikan untuk fraksionasi biomassa. Pertama, biomassa lignoselulosa dipisahkan menjadi selulosa, hemiselulosa, lignin. Kedua, dengan fraksionasi metode *organosolv*, fraksi selulosa yang terbentuk dihidrolisis secara enzimatis menjadi gula yang dapat difermentasi[10]. *Pretreatment* dengan proses *organosolv* memungkinkan penghapusan lignin yang efisien dari lignoselulosa dengan hasil lignin yang mudah dipisahkan menjadi fraksi lignin kemurnian tinggi [10]. Proses *organosolv* dilakukan dengan menggunakan pelarut organik dan dapat ditambahkan katalis berupa asam (HCl, H₂SO₄, dsb.), basa (NaOH, NH₄OH₃, dsb.), maupun garam (MgCl₂, Fe₂(SO₄)₃, dsb.) [9].

Fraksionasi yang ideal adalah fraksionasi yang dapat menghasilkan komposisi selulosa, dan hemiselulosa yang besar, serta penghilangan lignin/delignifikasi yang tinggi [11]. Ada beberapa parameter yang mempengaruhi keberhasilan proses fraksionasi dengan proses *organosolv* yaitu jenis dan konsentrasi pelarut, jenis dan jumlah katalis, suhu, waktu retensi, rasio

padat terhadap cairan (rasio S / L) dan rasio fraksi berat biomassa[9]. Penentuan jenis pelarut dan kondisi operasi dari setiap faktor tersebut tidaklah mudah sehingga diperlukan suatu penelitian untuk mendapatkan proses fraksionasi terbaik yang meliputi variabel atau kondisi proses yang berpengaruh.

Ada tiga jenis pelarut dan dua jenis katalis yang umum digunakan dalam fraksionasi lignoselulosa dengan proses *organosolv* diantaranya pelarut etanol, asam format dan etilen glikol serta katalis asam dan basa [12]. Studi literatur perlu dilakukan untuk memilih jenis pelarut dan katalis mana yang paling efektif untuk memisahkan komponen lignoselulosa pada TKKS. Artikel jurnal dengan jenis pelarut dan katalis terbaik dijadikan acuan untuk mencari kondisi operasi optimum fraksionasi lignoselulosa. Dari kondisi operasi optimum pada artikel jurnal tersebut dapat dilakukan penelitian lanjutan untuk menentukan kondisi operasi optimum baru yang lebih spesifik dengan metode regresi linier berganda menggunakan *software* IBM SPSS Statistics 25 dan metode plackett-burman dengan *software* Minitab 19.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Studi Literatur

Penelitian dilakukan dengan metode studi literatur. Metode studi literatur merupakan serangkaian kegiatan yang berkenaan dengan metode pengumpulan data pustaka, membaca dan mencatat, serta mengolah bahan penelitian[13].

2.1.1 Tahap Pengumpulan Referensi

Tahap pengumpulan referensi dilakukan untuk menunjang proses pengkajian yang selanjutnya digunakan untuk keperluan penyusunan artikel jurnal. Referensi yang dikumpulkan mengacu pada topik penelitian yaitu studi literatur tentang fraksionasi lignoselulosa pada TKKS menggunakan proses *organosolv* dengan mengakses beberapa sumber seperti artikel jurnal ilmiah, laporan ilmiah, dan pustaka lainnya.

2.1.2 Tahap Pengkajian Isi Referensi

Tahap pengkajian referensi dilakukan dengan mengkaji, menelaah, dan mencermati sumber referensi yang telah didapatkan pada tahap sebelumnya. Referensi yang sudah terkumpul juga akan diklasifikasikan berdasarkan jenis pelarut organik dan katalis yang digunakan, kondisi operasi yang dilakukan selama proses, komposisi awal TKKS dan hasil fraksionasinya.

2.1.3 Tahap Analisis Data

Data yang didapatkan dari artikel jurnal akan dikembangkan dan atau diolah lalu kemudian diringkas

untuk mempermudah tahap penyusunan artikel jurnal. Dalam topik ini data yang akan diolah berupa data penelitian proses fraksionasi dengan proses *organosolv* menggunakan berbagai jenis pelarut dan katalis pada kondisi operasi tertentu yang menghasilkan pemisahan lignin, selulosa, dan hemiselulosa paling baik.

2.1.4 Tahap Penyusunan Artikel jurnal

Tahap penyusunan laporan dilakukan dengan menyusun poin-poin hasil analisis data secara sistematis juga menyimpulkan hasil akhir berupa pelarut yang paling baik digunakan, kondisi operasi optimum, dan juga pengaruh masing-masing variabel proses pada hasil fraksionasi.

2.2 Pengolahan Data Variabel Proses

Pengolahan data dilakukan terlebih dahulu dengan menentukan pelarut mana yang terbaik untuk proses fraksionasi ini. Pemilihan pelarut terbaik didasari oleh keunggulan dan kelemahan pelarut tersebut dalam proses fraksionasi. Ada dua literatur yang didapatkan dari hasil studi literatur yang menggunakan etanol sebagai pelarutnya. Literatur pertama dari penelitian Darojati dkk. yang menggunakan pelarut organik etanol dengan katalis basa, NH_4OH dan literatur kedua dari penelitian yang dilakukan oleh Mondylaksita dkk. menggunakan pelarut etanol dan katalis asam asetat dan asam sulfat berkonsentrasi rendah[9]. Berdasarkan penelusuran dari beberapa literatur, etanol merupakan pelarut yang memiliki banyak keunggulan dari segi ekonomis, toksisitas, dan keamanan terhadap lingkungan. Selain itu penggunaan katalis basa juga lebih baik digunakan dalam proses fraksionasi. Oleh karena itu, pengolahan data dilakukan pada literatur yang menggunakan etanol sebagai pelarut dan senyawa basa sebagai katalis dalam proses *pretreatment* TKKS. Data yang diolah dalam pengolahan data ini diperoleh dari penelitian Darojati dkk. yang mana pada penelitian ini menggunakan pelarut etanol dan katalis basa NH_4OH [14]. Dalam pengolahan data, terdapat beberapa tahap yang akan dilakukan.

2.2.1 Analisis Regresi Linear Berganda

Tahap pertama yaitu metode pengolahan data dengan Analisis Regresi Linear Berganda. Metode ini dilakukan untuk mengetahui adanya pengaruh dua atau lebih variabel bebas terhadap respon (variabel terikat). Dalam hal ini yang dapat menjadi variabel bebas diantaranya, suhu, waktu, konsentrasi katalis, rasio pelarut, dan rasio fraksi berat biomassa, sedangkan yang menjadi variabel terikatnya adalah hasil perolehan selulosa, hemiselulosa, dan lignin.

Tahap pertama ini dilakukan dengan menggunakan *software IBM SPSS Statistics 25*. Tujuan dari penggunaan *software* ini untuk mengolah data sekunder dari hasil penelitian Darojati dkk. agar mendapatkan persamaan regresi linear yang dapat

digunakan untuk menentukan berapa hasil perolehan selulosa dan penghilangan lignin.

2.2.2 Pembuatan Desain Percobaan Data Proses

Pembuatan desain percobaan data proses dilakukan menggunakan *software* MINITAB 19. Variabel tersebut diantaranya konsentrasi katalis, temperatur, waktu, rasio pelarut, dan rasio fraksi berat biomassa. Metode yang digunakan dalam desain percobaan ini adalah Placket-Burman. Metode ini dapat mendesain eksperimen multifaktor dengan jumlah *run* yang lebih sedikit sehingga apabila dilakukan percobaan praktikum secara langsung dapat menghemat penggunaan bahan baku dan mengefisienkan waktu. Pada percobaan praktikum di lapangan, tahap ini biasanya dilakukan diawal sebelum dimulai praktikum. Tujuannya untuk menentukan variasi nilai variabel proses dari setiap *run* percobaan. Setelah dilakukan percobaan, hasil dari percobaan/respon tersebut dapat diolah dengan cara menginput nilai hasilnya pada MINITAB 19 untuk kemudian dianalisis kondisi optimumnya.

Pada studi literatur tidak dilakukan percobaan secara langsung sehingga diperlukan data sekunder hasil percobaan. Oleh karena itu, untuk mendapatkan hasil percobaan, data hasil penelitian Darojati dkk. diolah terlebih dahulu sebagai data sekunder untuk mendapatkan respon hasil selulosa dan lignin dari persamaan matematis yang diperoleh. Dari persamaan ini, kemudian dibuat matriks data percobaan pada aplikasi MINITAB 19 dengan metode Placket-Burman.

Persamaan regresi linear berganda sebagai berikut:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_n X_n + \epsilon$$

Keterangan:

Y = Variabel dependen (nilai yang diprediksikan)

$X_1, X_2 \dots X_n$ = Variabel independen

β_0 = Konstanta (nilai 'apabila $X_1, X_2 \dots X_n = 0$)

$\beta_1, \beta_2, \dots, \beta_n$ = Koefisien regresi $X_1, X_2 \dots X_n$

2.2.3 Penentuan Kondisi Optimum Proses Fraksionasi

Pada tahap ini pengolahan data dilakukan pada *software* MINITAB 19 dengan menggunakan *Respon optimizer* yang bertujuan untuk mengetahui kondisi operasi optimum dari proses fraksionasi TKKS.

2.2.4 Penentuan Kondisi Optimum Proses untuk Range Data yang Baru

Untuk mengetahui kondisi operasi yang lebih spesifik serta mencari tahu bagaimana pengaruh masing-masing variabel proses terhadap respon hasil perolehan selulosa dan penghilangan lignin, dibuat kembali desain matriks data proses dengan *range* data yang berbeda tetapi masih dengan metode yang sama yakni metode Placket-Burman.

Range data yang digunakan diantaranya:

- 1) Konsentrasi katalis = 2% ; 5%
- 2) Temperatur = 160 ; 200 °C
- 3) Waktu = 120 ; 150 menit
- 4) Rasio etanol:air = 1:1 ; 2:1
- 5) Rasio fraksi berat = 5% ; 10%

Berikut matriks data proses yang di desain oleh software MINITAB 19 serta respon hasil perolehan selulosa dan penghilangan lignin yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Matriks Data Percobaan yang Didesain Pada Software MINITAB 19 dengan Range Data Baru

Katalis (%)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Rasio Pelarut	Berat \Biomassa (%)
2	200	150	1	10
2	200	150	2	5
5	160	150	2	5
5	160	150	1	5
2	160	120	2	10
2	200	120	1	5
2	160	120	1	5
5	160	120	1	10
5	200	150	1	10
5	200	120	2	10
5	200	120	2	5
2	160	150	2	10

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Fraksionasi dengan Pelarut Etanol Berkatalis

Proses fraksionasi dengan *organosolv* etanol memiliki beberapa keuntungan seperti dapat beroperasi secara ekonomis dengan adanya daur ulang larutan pemasak, dampak terhadap lingkungan rendah karena proses ini tidak mengandung sulfur, memberikan produk-produk sampingan karena mudahnya pemisahan lignin sebagai bahan padat dan karbohidrat sebagai bahan gula. Beberapa kelemahan dari proses *organosolv* ini adalah pencucian pulp tidak dapat menggunakan air, bahan kimia yang bersifat menguap (volatil) sehingga mudah terbakar bila digester mengalami kebocoran, serta tidak cocok untuk proses *pulping* dengan campuran dari beberapa jenis kayu[15].

Penggunaan katalis juga erat kaitannya dengan proses delignifikasi. Selain mempercepat laju delignifikasi, peran katalis juga berfungsi untuk mengembangkan struktur kayu sehingga memudahkan penetrasi pelarut kedalam serpih dan penggunaan suhu pemasakan yang lebih rendah karena selama ini proses *pulping organosolv* dalam kondisi netral berlangsung pada suhu yang tinggi (175-210°C) untuk mencapai proses delignifikasi. Berdasarkan

katalis yang digunakan, terdapat dua jenis proses *organosolv*, yaitu proses *organosolv* asam (menggunakan katalis H₂SO₄ dan HCl) dan proses *organosolv* basa yang umumnya menggunakan katalis seperti NaOH, Na₂S, dan NH₄OH [15]. Terdapat 2 referensi penelitian yang menjadi acuan kami dalam meninjau proses fraksionasi menggunakan pelarut etanol. Penelitian pertama dilakukan oleh Darojati dkk. menggunakan pelarut organik etanol dengan katalis basa, NH₄OH dan penelitian yang kedua dilakukan oleh Mondylaksita dkk. menggunakan pelarut etanol dan katalis asam asetat dan asam sulfat berkonsentrasi rendah [5].

Hasil penelitian yang dilakukan Darojati dkk. menunjukkan bahwa fraksionasi proses *organosolv* etanol berkatalis NH₄OH dengan penggunaan kembali pelarut dapat dilakukan dengan baik pada kondisi operasi dengan *biomassa loading* 10%, perbandingan etanol:air sebanyak 1:1, temperatur 160°C, dan konsentrasi katalis 5% NH₄OH, selama 120 menit. Larutan *organosolv* dapat digunakan kembali sebagai umpan pelarut setelah lignin dipisahkan melalui presipitasi lignin dengan penambahan H₂SO₄ pada pH 2. Proses fraksionasi *organosolv* dalam penelitian ini dapat menghasilkan penghilangan lignin yang cukup tinggi, dapat memperkecil kebutuhan pelarut dan memiliki kehilangan massa yang sedikit, sehingga proses ini bersifat ekonomis dan layak untuk dikembangkan. Lebih lanjut, proses fraksionasi ini masih perlu dikembangkan, terutama pada pemisahan lignin pada fraksi cair larutan *organosolv*.

Pada penelitian Mondylaksita dkk. efek utama dalam penambahan katalis asam adalah peningkatan laju hidrolisis hemiselulosa dan terjadi pemutusan ikatan lignin (hubungan α - dan β -aryl eter). Dua jenis katalis asam yaitu asam asetat dan asam sulfat digunakan dalam penelitian ini. Pretreatment untuk pemurnian dan perolehan lignin menggunakan asam sulfat sebagai katalis, secara signifikan lebih tinggi daripada menggunakan asam asetat pada jumlah yang sama. Penggunaan katalis asam sulfat menghasilkan kemurnian lignin yang lebih tinggi. Hal ini dikarenakan reaktivitas dan efisiensi asam sulfat lebih baik dalam memutuskan ikatan lignin-karbohidrat dan lignin-lignin dari pada asam asetat. *Pretreatment organosolv* menggunakan asam asetat sebagai katalis menghasilkan penghilangan lignin 51%, sedangkan perlakuan awal menggunakan asam sulfat menyebabkan penghilangan lignin 61%.

Secara keseluruhan *pretreatment organosolv* dengan menggunakan etanol perlu memperhatikan pula pemilihan jenis katalisnya. Selain melihat dari hasil perolehan *recovery* selulosa, hemiselulosa, dan kemurnian lignin yang tinggi perlu diperhatikan pula aspek terhadap lingkungan juga resiko kerusakan pada peralatan. Dari kedua referensi yang diambil, penggunaan etanol berkatalis basa cenderung lebih baik untuk digunakan daripada etanol berkatalis asam.

Penggunaan pelarut etanol dengan penambahan basa akan mentransformasi hidroksida ke dalam basa polisakarida dengan menyerap ion hidroksil. Penambahan basa akan menyebabkan tingginya konsentrasi ion hidroksil dalam larutan pemasak sehingga mempercepat pemutusan pada ikatan intra molekul lignin saat ekstraksi dan mempercepat delignifikasi. Selain itu apabila meninjau dari aspek keamanannya penggunaan katalis basa lebih aman dari pada katalis asam. Hal ini dikarenakan katalis asam lebih berpotensi untuk merusak peralatan karena sifat dari larutan asam yang korosif.

3.2 Fraksionasi TKKS menggunakan Pelarut Asam Asetat dan Asam Format

Asam organik yang paling sering digunakan adalah asam asetat dan asam format, terutama untuk mendapatkan lignin dengan kemurnian tinggi. Asam organik adalah pelarut yang baik untuk delignifikasi. Akan tetapi, digestabilitas enzimnya lebih rendah karena selulosa rentan terhadap reaksi asetilasi atau formilasi dengan pelarut, dan gugus asetil atau formil yang ditambahkan ke molekul selulosa memiliki efek penghambatan pada interaksinya dengan enzim sehingga perolehan selulosa hasil fraksionasi cenderung lebih kecil dari pelarut alkohol. Reaksi asetilasi ini juga meningkatkan konsumsi pelarut. Selain itu, penggunaan asam menyebabkan masalah korosi dan meningkatkan biaya peralatan.

Dalam *pretreatment organosolv*, asam dapat digunakan baik secara homogen atau campuran. Untuk penggunaan asam organik homogen, rasio volume pelarut diberikan sebagai S/W (pelarut /air), dan untuk penggunaan dua asam organik, diberikan sebagai S/S/W (pelarut 1 / pelarut 2 / air%). Umumnya, katalis yang digunakan dengan pelarut asam asetat dalam *pretreatment organosolv* adalah bersifat asam seperti, asam sulfat (H₂SO₄) dan asam klorida (HCl). Pemulihan pelarut dapat dilakukan secara efektif dengan prosedur tertentu. Salah satu keuntungan dari pelarut asam organik adalah hanya dibutuhkan suhu sedang dan waktu yang lebih sedikit dalam proses fraksionasinya.

3.3 Fraksionasi TKKS Menggunakan Pelarut Etilen Glikol

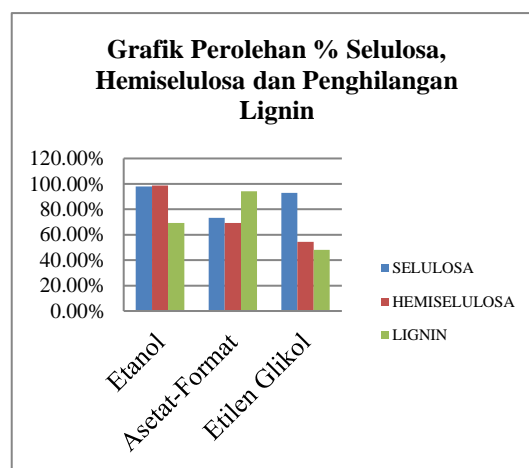
Etilen glikol adalah pelarut dengan titik didih tinggi yang memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan pelarut dengan titik didih rendah yaitu etilen glikol lebih aman karena titik didihnya yang tinggi mengurangi resiko *flammable*. Akan tetapi, penerapan pelarut dengan titik didih tinggi pada *pretreatment organosolv* terhalang oleh biayanya yang tinggi untuk aplikasi industri. Selain itu penggunaan etilen glikol sebagai *solvent*, rasio *solvent* yang dibutuhkannya lebih banyak sehingga kurang ekonomis. Menurut penelitian oleh Sun dan Chen hasil fraksionasi dengan pelarut

etilen glikol lebih rendah dari hasil fraksionasi dengan pelarut etanol[7].

3.4 Perbandingan Hasil Fraksionasi Menggunakan Pelarut Etanol, Asam Asetat dan Asam Format, dan Etilen Glikol

Tabel 2. Perolehan selulosa, hemiselulosa, dan penghilangan lignin

No	Pelarut	Selulosa	Hemiselulosa	Lignin
1	Etanol [14]	98,07%	98,71%	69,28%
2	Asetat-Format [11]	73,35%	69,25%	94,17%
5	Etilen Glikol [17]	92,90%	54,40%	48,20%



Gambar 1 . Perolehan Selulosa, dan Penghilangan Hemiselulosa dan Lignin

Hasil Fraksionasi yang ideal ditentukan dari perolehan selulosa terbesar dan juga penghilangan hemiselulosa dan lignin terbesar. Dari tabel 2 dan gambar 1 dapat dilihat bahwa pelarut yang menghasilkan perolehan selulosa terbesar dan penghilangan hemiselulosa terbesar adalah pelarut etanol dan pelarut yang menghilangkan lignin terbesar adalah pelarut asam asetat dan asam format. Pelarut etanol lebih baik digunakan untuk memperoleh selulosa dan hemiselulosa sebagai produk utama. Sedangkan untuk pelarut asam asetat dan asam format lebih baik digunakan untuk memperoleh lignin sebagai produk utama dalam proses fraksionasi ini. Dan untuk memanfaatkan ketiga komponen sebagai produk utama, pelarut etanol lah yang lebih baik digunakan. Dari hasil tersebut dipilihlah pelarut etanol untuk dikaji lebih lanjut pengaruh kondisi operasinya terhadap hasil fraksionasi.

3.5 Hasil Pengolahan Data Variabel Proses

3.5.1 Hasil Analisis Regresi Linear Berganda

Dari hasil input data sekunder hasil penelitian Darojati dkk. ke aplikasi SPSS metode regresi linear berganda diperoleh persamaan regresi sebagai berikut:

$$A = 4,059 - 0,707X_1 + 0,358X_2 + 0,203X_3 - 18,88X_4 - 0,183X_5 \dots (i)$$

$$B = 0,597 - 0,723X_1 + 0,444X_2 - 0,039X_3 + 24,412X_4 - 2,44X_5 \dots (ii)$$

Keterangan:

A = Hasil Perolehan % selulosa

B = Hasil Pengurangan % lignin

X₁ = Konsentrasi Katalis

X₂ = Temperatur

X₃ = Waktu

X₄ = Rasio etanol:air

X₅ = % Berat biomassa

3.5.2 Hasil Pembuatan Desain Percobaan Data Proses

Nilai masing-masing variabel pada matriks data percobaan kemudian disubstitusikan pada persamaan (i) dan (ii) sehingga diperoleh data respon hasil. Data-data tersebut dapat dilihat pada Tabel 3. dan Tabel 4.

Tabel 3. Matriks Data Percobaan yang di design pada software MINITAB

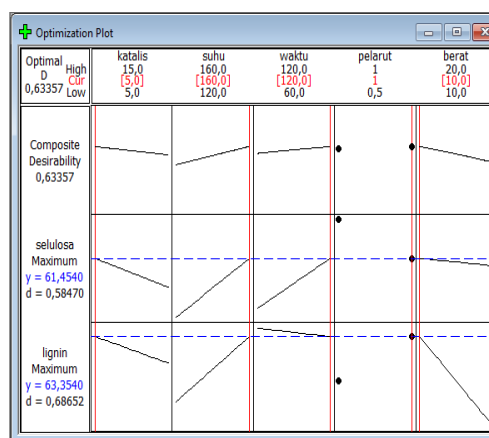
Katalis (%)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Rasio pelarut	Berat biomassa (%)
15	120	120	0,5	10
5	120	60	0,5	10
15	120	120	1	10
15	120	60	0,5	20
15	160	120	0,5	20
5	160	120	1	10
5	120	120	1	20
15	160	60	1	20
5	120	60	1	20
15	160	60	1	10
5	160	120	0,5	20
5	160	60	0,5	10

Tabel 4. Respon Hasil Substitusi Matriks Data Pada Persamaan (i) dan (ii)

Respon Hasil	
Selulosa (%)	Lignin (%)
49,504	26,158
44,394	35,728
40,064	38,364
35,494	4,098
61,994	19,518
61,454	63,354
45,304	21,194
40,374	34,064
33,124	23,534
42,204	58,464
69,064	26,748
58,714	53,488

3.5.3 Hasil Penentuan Kondisi Optimum Proses Fraksionasi

Respon yang dihasilkan ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Respon optimizer hasil kondisi optimum proses

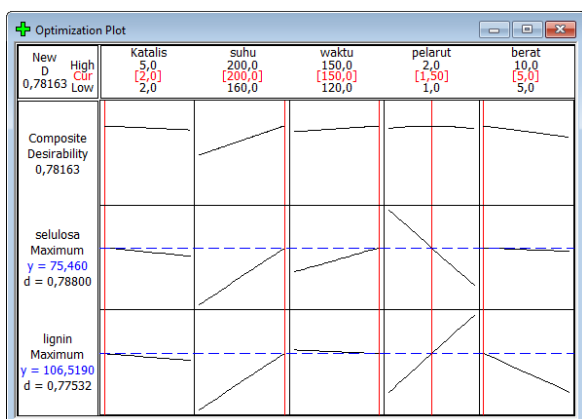
Dari gambar 2 dapat dilihat bahwa pada kondisi konsentrasi katalis 15%, temperatur 160°C, waktu 120 menit, rasio pelarut etanol:air 1:1, dan rasio fraksi berat biomassa 10% mampu menghasilkan respon perolehan selulosa dan penghilangan lignin yang maksimal yaitu berturut-turut 61,454% dan 63,354%.

3.5.4 Hasil Penentuan Kondisi Optimum Proses untuk Range Data yang Baru

Tabel 5. Respon Hasil Substitusi Matriks Data pada Tabel terhadap Persamaan (i) dan (ii)

Respon Hasil	
Selulosa (%)	Lignin (%)
83,985	82,113
66,02	118,725
49,579	98,796
68,459	74,384
44,695	89,935
78,81	95,483
64,49	77,723
61,454	63,354
81,864	79,944
56,894	105,526
57,809	117,726
50,785	88,765

Data-data tersebut kemudian kembali di analisis kondisi optimumnya pada *Respon optimizer* MINITAB 19 hingga diperoleh hasil seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. *Respon optimizer* hasil kondisi optimum proses untuk range data baru

Kondisi optimum proses pada range data baru diantaranya pada kondisi konsentrasi katalis 2%, temperatur 200°C, waktu 150 menit, rasio pelarut 3:2, dan rasio fraksi berat biomassa 5%. Respon hasil optimal yang diperoleh adalah selulosa 75,46% dan penghilangan lignin sebesar 106,52%.

3.5.5 Pengaruh Masing-masing Variabel Proses pada Hasil Fraksionasi

Dari pengolahan kedua sumber data baik range data sebelumnya maupun range data yang baru, keduanya sama-sama menunjukkan bahwa penggunaan konsentrasi katalis dan rasio fraksi berat biomassa yang lebih rendah, serta penggunaan temperatur, waktu, dan rasio etanol:air yang lebih tinggi akan menghasilkan respon yang optimum.

Apabila merujuk pada hasil penelitian A, Aziz dkk., pada suhu 175 °C, waktu 2 jam, dan katalis asam 10% menyisakan lignin sebesar 12,6% dan memperoleh selulosa sebesar 52%, sedangkan pada suhu 170 °C, waktu 2 jam, dan tanpa penggunaan katalis, lignin yang tersisa sebesar 14,7% dan selulosa yang diperoleh sebesar 47,8%. Katalis cukup berperan dalam pemisahan lignin dan selulosa. Penggunaan konsentrasi katalis yang terlalu tinggi dinilai kurang baik karena dapat melarutkan serat-serat selulosa hingga benar-benar menjadi bubur kental sehingga pemisahan lignin dan selulosa tidak efektif [18].

Salah satu parameter yang paling signifikan dari *pretreatment organosolv* adalah suhu. Suhu optimum tergantung pada jenis dan konsentrasi pelarut. Suhu yang terlalu rendah memberikan tingkat delignifikasi yang lebih rendah, tetapi suhu yang terlalu tinggi menyebabkan pembentukan senyawa inhibitor. Pada penelitian Koo dkk. digunakan suhu 120, 130, dan 140°C untuk *pretreatment organosolv* etanol dengan katalis H₂SO₄ dan NaOH. Mereka menemukan bahwa untuk katalis asam, suhu yang lebih tinggi meningkatkan produksi inhibitor, sedangkan suhu tinggi untuk katalis basa tidak berpengaruh pada produksi inhibitor. Suhu optimum berturut-turut pada penelitian ini adalah 120 °C untuk asam dan 140°C basa. Pada penelitian A, Aziz dkk. juga menunjukkan pada suhu yang 175 °C dengan katalis basa mampu menyisakan lignin sebesar 8,2% dan perolehan selulosa sebesar 64,3%, sedangkan pada suhu lebih rendah yakni 165 °C dan tanpa katalis menyisakan lignin 14,7% dan perolehan selulosa 47,8%. Dari beberapa studi penelitian ini bahwa laju delignifikasi sangat bergantung pada suhu. Pada pelarut yang mudah menguap seperti pelarut dengan titik didih rendah dan keton, suhu tinggi meningkatkan tekanan reaksi dalam reaktor *organosolv* sehingga mampu untuk meningkatkan laju delignifikasi.

Waktu *pulping* didefinisikan sebagai waktu di mana pelarut dan biomassa berinteraksi dalam reaktor dan tergantung pada kondisi *pretreatment* [12]. Dari hasil pengolahan data menunjukkan waktu pemasakan yang lebih lama menghasilkan perolehan selulosa dan penghilangan lignin yang optimal. Pada penelitian Baeza dkk., dilakukan waktu *pulping* yang berbeda antara 155 dan 190 menit untuk *pretreatment organosolv* asam format. Tingkat delignifikasi tertinggi pada penelitian tersebut adalah 55,1% pada waktu *pulping* 173 menit. Dari studi tersebut dapat diketahui bahwa waktu pemasakan atau *pulping time*

yang lebih lama mampu meningkatkan laju delignifikasi [12].

Pengaruh rasio fraksi berat biomassa terhadap hasil fraksionasi juga cukup berperan. Pengolahan data menunjukkan rasio yang lebih rendah menghasilkan respon yang lebih optimal. Pada penelitian Baeza dkk., dilakukan percobaan dengan rasio 1:10, 1:20, dan 1:30. Tidak ditemukan perbedaan apapun yang signifikan dalam hasil pulp, penghilangan lignin, ataupun perolehan selulosa. Akan tetapi penurunan efektivitas meningkat dengan meningkatnya rasio padat:cair[12].

Katalis juga merupakan variabel yang cukup berpengaruh terhadap hasil fraksionasi. Katalis basa cenderung meningkatkan *yield* lignin sedangkan katalis asam cenderung meningkatkan *yield* selulosa. Katalis yang digunakan dalam percobaan yang diolah di pengolahan data adalah katalis basa (NaOH). Semakin kecil konsentrasi katalis basa, hasil fraksionasinya semakin optimal karena jika konsentrasinya terlalu besar malah akan menghasilkan inhibitor [13]. Dengan digunakannya katalis basa, *yield* selulosa lebih banyak terbentuk daripada *yield* lignin seperti pada hasil penelitian yang dilakukan oleh Darojati., dkk.

Pada penelitian Xia., dkk, dalam penggunaan *solvent* tunggal (tanpa tambahan air) dalam fraksionasi proses *organosolv*, dibutuhkan tambahan H₂ dan katalis logam untuk mendapatkan hasil yang optimum. Penambahan ini menyebabkan biaya operasi tinggi sehingga dibutuhkan alternatif lain untuk mendapatkan H₂. Pelarut etanol dan air merupakan sistem *co-solvent* dengan dua polaritas yang berbeda. Air sebagai pelarut dengan polaritas tinggi yang mengandung gugus hidroksil yang dapat digunakan sebagai sumber H₂. Penambahan pelarut air dapat mengurangi biaya operasi. Pelarut air berfungsi sebagai agen nukleofil yang bereaksi memutuskan ikatan hemiselulosa dan ikatan intramolekular lignin. Sedangkan pelarut etanol berfungsi untuk melarutkan lignin dan hemiselulosa. Oleh karena itu dibutuhkan rasio pelarut etanol yang lebih besar daripada pelarut air [12].

4 KESIMPULAN

Proses fraksionasi lignoselulosa pada TKKS dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya jenis pelarut, konsentrasi katalis, temperatur, waktu, rasio pelarut, dan rasio fraksi berat. Penggunaan pelarut etanol dan katalis basa dianggap paling baik digunakan pada proses fraksionasi dari segi ekonomis, keamanan pada lingkungan, dan efektivitasnya dalam memisahkan komponen lignoselulosa. Adapun pengaruh variabel proses terhadap hasil faksionasi adalah semakin tinggi suhu, lama waktu pemasakan, dan rasio pelarut:air menunjukkan hasil pemisahan komponen lignoselulosa yang lebih baik. Sedangkan untuk penggunaan konsentrasi katalis dan rasio fraksi berat yang lebih rendah akan menunjukkan hasil pemisahan yang akan lebih baik. Kondisi operasi

optimum yang didapatkan dari hasil pengolahan data sekunder dari hasil penelitian Darojati dkk. (fraksionasi tkks dengan proses *organosolv* menggunakan pelarut etanol dan katalis basa) adalah pada konsentrasi katalis 2%, suhu 200°C, waktu selama 150 menit, rasio etanol:air sebanyak 3:2, dan rasio fraksi berat biomassa 5% dengan respon hasil optimal yang diperoleh adalah selulosa 75,46% dan penghilangan lignin sebesar 106,52%.

5. SARAN

Agar tercapainya luaran penelitian yang lebih baik, sebaiknya penelitian ini dilakukan secara langsung di laboratorium untuk mengetahui secara pasti masing-masing faktor yang berpengaruh dalam fraksionasi tkks dengan proses *organosolv*.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Ibu Emmanuela Maria Widyanti, M.T dan Ibu Lidya Elizabeth, M.T selaku dosen pembimbing juga kepada semua pihak yang terlibat dalam penyusunan artikel jurnal penelitian sehingga dapat diselesaikan dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] E. Nufus Kanani, Rahmayetty, "Pengaruh Penambahan FeCl₃ dan Al₂O₃ Terhadap Kadar Lignin pada Delignifikasi Tongkol Jagung dengan Pelarut NaOH Menggunakan Bantuan Gelombang Ultrasonik," pp. 1–9, 2018, [Online]. Available: jurnal.umj.ac.id/index.php/semanastsek.
- [2] BPS-Statistics Indonesia, "Indonesian Oil Palm Statistics 2009," 2020.
- [3] H. Pranoto, "Pemanfaatan limbah Tandan kosong kelapa Sawit Sebagai Bahan Baku Pembuatan Glukosa," *Chem. J. Tek. Kim.*, vol. 3, no. 1, p. 1, 2016, doi: 10.26555/chemica.v3i1.4274.
- [4] N. Mahmuda, "Hidrolisis Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) Oleh *Aspergillus* sp. (VTM1) dan *Pestalotiopsis* sp. (VM9) Sebagai Media Tumbuh *PST Saccharomyces cerevisiae*," Universitas Jember, 2016.
- [5] M. E. Rahmasita, M. Farid, and H. Ardhyananta, "Analisa Morfologi Serat Tandan Kosong Kelapa Sawit Sebagai Bahan Penguat Komposit Absorpsi Suara," *J. Tek. ITS*, vol. 6, no. 2, 2017, doi: 10.12962/j23373539.v6i2.24332.
- [6] Anggraini D & Roliadi H, "Manufacture of Pulp from Empty Oil-Palm Fruit Bunches For Paperboard at Small-Scale Endeavor," *Pus. Litbang Keteknikan Kehutan. dan Pengolah. Has. Hutan*, vol. 53, p. 160, 2011.
- [7] E. H. Widya Fatriasari, Nanang Masruchin, *Selulosa Karakteristik dan Pemanfaatannya*,

- vol. 1, no. 1. Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), 2019.
- [8] Nasruddin, "Delingifikasi Tandan Kosong Kelapa Sawit Dilanjutkan Dengan Hidrolisis Bertahap Untuk Menghasilkan Glukosa," *J. Din. Penelit. Ind.*, vol. 23, no. 1, pp. 1–11, 2012.
- [9] E. C. Bensah and M. Mensah, "Chemical pretreatment methods for the production of cellulosic ethanol: Technologies and innovations," *Int. J. Chem. Eng.*, vol. 2013, 2013, doi: 10.1155/2013/719607.
- [10] P. Harmsen, L. Bermudez, and R. Bakker, "Literature Review of Physical and Chemical Pretreatment Processes for Lignocellulosic Biomass," *Biomass*, no. January, pp. 1–49, 2010.
- [11] S. Hidayati, A. S. Zuidar, and W. Satyajaya, "Effect of acetic acid: Formic acid ratio on characteristics of pulp from oil palm empty fruit bunches (OPEFB)," *ARNP J. Eng. Appl. Sci.*, vol. 12, no. 12, pp. 3802–3807, 2017.
- [12] M. N. Borand and F. Karaosmanoğlu, "Effects of organosolv pretreatment conditions for lignocellulosic biomass in biorefinery applications: A review," *J. Renew. Sustain. Energy*, vol. 10, no. 3, 2018, doi: 10.1063/1.5025876.
- [13] E. D. Kartiningrum, "Panduan Penyusunan Studi Literatur," *Lemb. Penelit. dan Pengabd. Masy. Politek. Kesehat. Majapahit, Mojokerto*, pp. 1–9, 2015.
- [14] H. A. Darojati, R. Purwadi, and C. B. Rasrendra, "Proses Fraksionasi Biomassa dari Tandan Kosong Kelapa Sawit melalui Metode Organosolv Etanol dengan Penambahan Katalis," *J. Selulosa*, vol. 10, no. 02, p. 73, 2020, doi: 10.25269/jsel.v10i02.303.
- [15] Heradewi, "Isolasi Lignin dari Lindi Hitam Proses Pemasakan Organosolv Serat Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)," Institut Pertanian Bogor, 2007.
- [16] K. Mondylaksita, J. A. Ferreira, R. Millati, W. Budhijanto, C. Niklasson, and M. J. Taherzadeh, "Recovery of high purity lignin and digestible cellulose from oil palm empty fruit bunch using low acid-catalyzed organosolv pretreatment," *Agronomy*, vol. 10, no. 5, 2020, doi: 10.3390/agronomy10050674.
- [17] D. W. K. Chin, S. Lim, Y. L. Pang, C. H. Lim, and S. H. Shuit, "Effects of organosolv pretreatment using ethylene glycol on degraded empty fruit bunch for delignification and fractionation," *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.*, vol. 463, no. 1, 2020, doi: 10.1088/1755-1315/463/1/012003.
- [18] A. Abdul Aziz, M. Husin, and A. Mokhtar, "Preparation of Cellulose From Oil Palm Empty Fruit Bunches Via Ethanol Digestion: Effect of Acid and Alkali Catalysts," *J. Oil Palm Res.*, vol. 14, no. 1, pp. 9–14, 2002, [Online]. Available: <http://palmoilis.mpob.gov.my/publications/jopr/v14n1-9.pdf>.