PROSES PULPING ORGANOSOLV BERBANTU GELOMBANG MIKRO AMPAS TEBU: Optimasi Parameter Proses dengan Response Surface Methodology

Indah Hartati^{1*}, Ismiyatul Kholisoh¹

¹Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Wahid Hasyim Semarang
Jalan Menoreh Tengah X no 22 Semarang

*Email:hartatiprasetyo@gmail.com

Abstrak

Penelitian ini bertujuan mengkaji proses pulping organosolv dengan pemanasan gelombang mikro pada ampas tebu. Penelitian dirancang menggunakan Central Composite Design–Statistika 8 dan dianalisa menggunakan Response Surface Methodology. Parameter proses yang dikaji meliputi waktu (10-30 menit), konsentrasi etanol (40-50%) dan konsentrasi katalis (H_2SO_4) (0,5-1,5%). Hasil analisa menunjukkan bahwa interaksi antara variabel linier waktu dan variabel linier konsentrasi katalis merupakan variabel yang berpengaruh pada proses pulping berbantu gelombang mikro ampas tabu dengan menggunakan etanol dan katalis asam. Persamaan polinomial yang menghubungkan antara bilangan Kappa dan variabel proses waktu (X_1), konsentrasi etanol (X_2), dan konsentrasi katalis (X_3) telah dapat diperoleh. Penurunan bilangan Kappa yang terbesar diperoleh pada proses pulping organosolv dengan pemanasan gelombang mikro selama 30 menit dengan konsentrasi etanol sebesar 50% dan konsentrasi katalis sebesar 1,5% dimana bilangan Kappa pulp adalah sebesar 22,26.

Kata kunci: organosolv, ampas tebu, RSM, gelombang mikro

PENDAHULUAN

Aspek keberlanjutan telah mendorong industri industri untuk mengembangkan sumber terbarukan guna produksi bahan bakar dan senyawa kimia. Terkait bahan baku, biomassa berlignoselulosa merupakan bahan baku yang sangat menjanjikan karena keberadaannya yang melimpah serta terbarukan. Biomassa berselulosa merupakan sumber terbesar material organik terbarukan dalam. Biomassa berselulosa mengandung 3 polimer utama yakni selulosa, hemiselulosa dan lignin; serta komponen minor seperti protein, ekstrakatif, dan mineral anorganik. Biomassa berselulosa dibedakan atas beberapa tipe yakni: (i) limbah pertanian dan agroindustri (ampas tebu, tongkol jagung, bonggol jagung, jerami padi, jerami gandum, limbah pemeraman anggur dll), (ii) tanaman yang ditujukan sebagai sumber energy (*Miscanthus*, rumput timothy, switchgrass dll), dan (iii) material berkayu (batang, ranting, limbah penggergajian dll) (Ozdenkci et al., 2017).

Konsep biorefineri biomassa berselulosa yang berkelanjutan diharapkan memenuhi kriteria kriteria seperti: (i) tidak mengganggu ketahanan pangan, (ii) mampu menjaga regenerasi biomassa dan biodiversity, (iii) menimbulkan dampak terhadap lingkungan yang minimal, (iv) mampu

beradaptasi dengan variasi kualitas biomass, (v) proses operasi yang fleksibel guna beradaptasi dengan permintaan pasar, (vi) melibatkan proses konversi dengan variasi bahan baku dan menghasilkan produk yang bervariasi (multi-produk) (Ozdenkci et al., 2017).

Salah satu tahapan penentu pada proses fraksinasi biomassa adalah proses delignifikasi/pulping. Kefektifan proses pulping menggunakan senyawa kimia adalah didasarkan pada kemampuannya untuk memecah, memodifikasi molekul lignin dan melarutkan molekul lignin sehingga lignin dapat terpisah dari hemiselulosa dan selulosa. Faktor penentu pada proses delignifikasi adalah proses putusnya ikatan ether pada struktur lignin (Doherty, 2006). Proses pulping dapat dilakukan melalui beberapa metode seperti proses Kraft, proses Soda, proses Sulfit, proses Organosolv, hidrotermal, dan proses hidrotropi (Artati, 2009; Ansari et al., 2013; Obumneme, 2013; Devendra et al., 2016).

Proses Kraft dengan larutan alkali yang mengandung senyawa sulfur seperti natrium sulfat merupakan metode delignifikasi yang paling banyak digunakan. Proses Organosolv yang dilakukan menggunakan senyawa organik dengan berat molekul ringan dan berlangsung pada

tekanan atmosferik dan temperatur yang lebih rendah, dinyatakan memiliki kelebihan lebih rendah, dan (ii) menghasilkan produk samping lignin dengan karakteristik yang lebih baik yaitu berat molekul yang lebih rendah dan memiliki kandungan sulfur yang lebih rendah (Ferrer, 2013; Nazir, 2013). Sementara itu proses kimia dengan radiasi gelombang mikro berpotensi meningkatkan laju reaksi karena transfer energi berlangsung lebih cepat, meningkatkan yield, menurunkan waktu operasi, dan berpotensi meningkatkan kualitas produk (Chimentao, 2014; Hartati, 2014; Hartati, 2015).

Menimbang kelebihan proses organosolv dan pemanasan gelombang mikro, maka dalam penelitian ini telah dikaji proses pulping organosolv dengan pemanasan gelombang mikro

seperti: (i) tingkat korosivitas yang pada ampas tebu. Proses kajian dilakukan menggunakan Response Surface Methodology.

METODE PENELITIAN

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah ampas tebu yang diperoleh dari Pabrik Gula Trangkil. Bahan kimia yang digunakan dalam proses analisa adalah asam asetat, kalium iodida, asam sulfat, kalium permanganat, sodium thiosulphate, hydrogen peroksida, dan amilum.

Rancangan Percobaan

Percobaan dirancang menggunakan metode RSM dengan Central Composite Design dengan rincian seperti tersaji pada Tabel 1.

Tabel 1. Rancangan Percobaan

Waktu (menit)	Konsentrasi etanol (%)	Konsentrasi katalis H_2SO_4 (%)
10	40	0,5
10	40	1,5
10	50	0,5
10	50	1,5
30	40	0,5
30	40	1,5
30	50	0,5
30	50	1,5
3,18	45	1
6,81	45	1
20	36,59	1
20	66,76	1
20	45	0,15
20	45	1,8
20	45	1
20	45	1

Proses pulping

Ampas tebu dikeringkan dan digiling menggunakan grinder. Serbuk ampas tebu disimpan dalam desikator hingga siap digunakan. 15 gram serbuk ampas tebu ditambah larutan etanol dengan rasio solid liquid 1,5:10 dengan konsentrasi sesuai dengan rancangan percobaan serta ditambah dengan katalis H_2SO_4 . Proses pulping dilakukan selama 10 menit (atau sesuai variabel). Proses pulping gelombang mikro

dilakukan menggunakan pada daya 30% daya maksimal mikrowave sebesar 399W. Setelah proses pulping berakhir, residue pulping dianalisa bilangan Kappanya.

Penentuan Bilangan Kappa

Bilangan Kappa diuji untuk menentukan jumlah lignin dengan mengukur oksidan yang dibutuhkan oleh pulp. Proses uji bilangan Kappa dilakukan pada pulp kering dengan menggunakan $(KMnO_4)$ berdasarkan metode SNI no 0494:2008.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ampas tebu yang digunakan sebagai bahan baku dianalisis Bilangan Kappanya. Hasil penelitian menunjukkan bahwa Bilangan Kappa ampas tebu adalah sebesar 37,08. Ampas tebu selanjutnya didelignifikasi dengan pelarut etanol serta dengan penambahan katalis H_2SO_4 . Proses pulping ampas tebu dilakukan menggunakan pemanasan gelombang mikro. Berat ampas tebu ditetapkan sebesar 15 gram. Larutan etanol ditambahkan dengan rasio solid liquid sebesar

1,5:10 dengan konsentrasi 40% sebagai level bawah, 45% sebagai level tengah dan 50% sebagai batas atas. Waktu proses pulping divariasi dari 10 menit sebagai level bawah, 20 menit sebagai level tengah dan 30 menit sebagai batas atas. Katalis H_2SO_4 ditambahkan sebesar 0,5% sebagai level bawah, 1% sebagai level tengah dan 1,5% sebagai batas atas. Pulp yang dihasilkan dianalisa bilangan Kappanya dan disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Bilangan Kappa pulp ampas tebu yang diperoleh dengan proses pulping organosolv dengan pemanasan gelombang mikro

Waktu (menit)	Konsentrasi etanol (%)	Konsentrasi katalis H_2SO_4 (%)	Bilangan Kappa
10	40	0,5	28,16
10	40	1,5	30,91
10	50	0,5	30,71
10	50	1,5	33,18
30	40	0,5	33,40
30	40	1,5	22,90
30	50	0,5	31,27
30	50	1,5	22,26
3,18	45	1	35,21
6,81	45	1	34,55
20	36,59	1	31,55
20	66,76	1	31,12
20	45	0,15	34,85
20	45	1,8	23,22
20	45	1	31,62
20	45	1	31,62

Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai bilangan Kappa berada pada range antara 22,26-35,21. Penurunan bilangan Kappa yang terbesar diperoleh pada proses pulping organosolv dengan pemanasan gelombang mikro selama 30 menit dengan konsentrasi etanol sebesar 50% dan konsentrasi katalis sebesar 1,5% dimana bilangan Kappa pulp adalah sebesar 22,26. Sementara penurunan lignin yang terkecil diperoleh dari proses pulping organosolv dengan pemanasan gelombang mikro selama 3,18 menit dengan konsentrasi etanol sebesar 45% dan konsentrasi katalis sebesar 1% dimana bilangan Kappa pulp adalah sebesar 35,21. Ruzene et al. (2007)

melakukan proses delignifikasi ampas tebu menggunakan larutan etanol-air dengan katalis asam yakni 0,02 M H_2SO_4 dan senyawa basa yakni 5%b NaOH. Proses delignifikasi dilakukan pada suhu $160^{\circ}C$ dan bilangan Kappa pulp yang dihasilkan adalah sebesar 41,1 dan 46,2 untuk proses dengan katalis asam dan basa secara berturut-turut.

Data yang diperoleh dianalisa menggunakan Response Surface Methodology. Response Surface Methodology merupakan teknik statistik empiris yang digunakan untuk melakukan analisa regresi multiple dengan menggunakan data kuantitatif. Hasil analisa menunjukkan bahwa interaksi antara

variabel linier waktu dan variabel linier konsentrasi katalis merupakan variabel yang berpengaruh pada proses pulping berbantu

gelombang mikro ampas tabu dengan menggunakan etanol dan katalis asam (Gambar 1).

Gambar 1. Diagram Pareto

Sementara berdasar harga efek rata rata dan efek interaksi variabel dan antar variabel (Tabel 3) maka diperoleh hubungan antara bilangan kappa dan variabel proses dinyatakan dalam persamaan polinomial (Persamaan 1).

$$y = 32,62 - 2,16x_1 - 0,28x_2 + 1,66x_3 - 0,14x_1^2 - 1,01x_2^2 - 2,46x_3$$

Dimana y mewakili respon yakni bilangan Kappa dan variabel proses waktu (X_1), konsentrasi etanol (X_2), dan konsentrasi katalis (X_3).

Tabel 3. Nilai efek rata rata dan efek interaksi variabel dan antar variabel

Effect Estimates; Var.: Bilangan Kappa; R-sqr=.91829; Adj.: 79572 (inTeka 2w 017.sta) 3 factors, 1 Blocks, 16 Runs; MS Residual=3.56654 DV: Bilangan Kappa										
Factor	Effect	Std.Err.	t(6)	p	-95.% Cnf.Limt	+95.% Cnf.Limt	Coeff.	Std.Err. Coeff.	-95.% Cnf.Limt	+95.% Cnf.Limt
Mean/Interc.	32.62236	1.016601	32.08965	0.000000	30.13483	35.10989	32.62236	1.016601	30.13483	35.10989
(1)Waktu (L)	-2.16079	1.274125	-1.69590	0.140835	-5.27846	0.95688	-1.08039	0.637062	-2.63923	0.47844
Waktu (Q)	-0.28645	0.668852	-0.42827	0.683400	-1.92307	1.35017	-0.14323	0.334426	-0.96154	0.67509
(2)Persentase Etanol(L)	1.66002	1.401186	1.18472	0.280923	-1.76856	5.08860	0.83001	0.700593	-0.88428	2.54430
Persentase Etanol(Q)	-0.14128	0.364217	-0.38791	0.711471	-1.03249	0.74992	-0.07064	0.182109	-0.51625	0.37496
(3)Persentase Katalis(L)	-1.01119	1.356698	-0.74533	0.484235	-4.33091	2.30853	-0.50559	0.678349	-2.16545	1.15427
Persentase Katalis(Q)	-2.46174	1.273544	-1.93298	0.101424	-5.57799	0.65451	-1.23087	0.636772	-2.78899	0.32725
1L by 2L	-1.24976	0.880691	-1.41907	0.205677	-3.40474	0.90521	-0.62488	0.440345	-1.70237	0.45260
1L by 3L	-4.07775	0.880691	-4.63017	0.003577	-6.23272	-1.92278	-2.03888	0.440345	-3.11636	-0.96139
2L by 3L	0.30462	1.335391	0.22811	0.827133	-2.96296	3.57221	0.15231	0.667696	-1.48148	1.78610

Gambar 2. Data eksperimen vs prediksi

Gambar 3. Plot Response Surface Bilangan Kappa sebagai fungsi konsentrasi katalis dan konsentrasi etanol (a), fungsi konsentrasi katalis dan waktu (b) serta fungsi konsentrasi etanol dan waktu (c)

Kualitas model yang dibangun dapat dievaluasi berdasarkan nilai koefisien kolerasinya. Hasil analisa menggunakan Response Surface Methodology menunjukkan bahwa nilai koefisien korelasinya adalah sebesar 0,918. Hal tersebut mengindikasikan bahwa 91,8% dari total variasi proses pulping organosolv berbantu gelombang mikro ampas tebu disebabkan oleh variabel eksperimen yang dikaji. Nilai koefisien korelasi sebesar 0,918 dapat diartikan bahwa antara model dan data eksperimen memiliki kesesuaian yang baik sebagaimana tersaji pada Gambar 2. Sementara plot Response Surface Bilangan Kappa sebagai fungsi konsentrasi katalis dan konsentrasi etanol, fungsi konsentrasi katalis dan waktu serta fungsi konsentrasi etanol dan waktu disajikan pada Gambar 3.

KESIMPULAN

Hasil analisa menunjukkan bahwa interaksi antara variabel linier waktu dan variabel linier konsentrasi katalis merupakan variabel yang berpengaruh pada proses pulping berbantu gelombang mikro ampas tabu dengan menggunakan etanol dan katalis asam. Persamaan polinomial yang menghubungkan antara bilangan Kappa dan variabel proses waktu (X₁), konsentrasi etanol (X₂), dan konsentrasi katalis (X₃) telah dapat diperoleh. Penurunan bilangan Kappa yang terbesar diperoleh pada proses pulping organosolv dengan pemanasan gelombang mikro selama 30 menit dengan konsentrasi etanol sebesar 50% dan konsentrasi katalis sebesar 1,5% dimana bilangan Kappa pulp adalah sebesar 22,26.

DAFTAR PUSTAKA

- Ansari, K.B., Gaikar, V.G., Green hydrotropic extraction technology for delignification of sugarcane bagasse by using alkybenzene sulfonates as hydrotropes. *Chem. Eng. Sci.*
- Artati EK, Effendi A, Haryanto T. (2009). Pengaruh Konsentrasi Larutan Pemasak pada Proses Delignifikasi Eceng Gondok dengan Proses Organosolv. *Equilibrium*. 8(1):25-27.
- Chimentao RJ, Lorente F, Gispert GUirado F, Lopez MF. (2014). Hydrolysis of Dillute Acid Pretreated Cellulose Under Mild Hydrothermal Conditions. *Carbohydrate Polymers*.
- Devendra L.P., A. Pandey. (2016). Hydrotropic pretreatment on rice straw for bioethanol production, *Renewable Energy*.
- Doherty B, Rainey, T. (2006). Bagasse Fractionation by the Soda Process. In Hogarth, D (Ed.) *Proceedings of the Australian Society of Sugar Cane Technologists 2006*, 2-5 May 2006, Australia, Queensland, Mackay.
- Ferrer A, Vega A, Rodriquez A, Jimenez L. (2013). Acetosolv Pulping for the Fractination of Empty Fruit Bunches from Palm Oil Industry. *Bioresource Technology*. 132: 115-120
- Hartati I, Kurniasari L, Anas Y, Aniq N. (2014). The Application of Hydrotropes as Medium in the Microwave Assisted Extraction of Andrographolide. *Indonesian Journal of Pharmacy Vol 24*.
- Hartati I, Kumoro AC. (2015). Microwave Assisted Extraction of Dioscorin from Gadung (*Dioscorea Hispida* Dennst) Tuber Flour. *Procedia Chemistry Vol 14*, 2015
- Nazir MS, Wahjoedi BA, Yussof AW, Abdullah MA. (2013). Eco Friendly Extraction and Characterization of Cellulose from Oil Palm Empty Fruit Bunches. *Bioresources*. 8(2):2161-2172.
- Obumneme OO. (2013). The Effect of Pulping Concentration Treatment on the Properties of Microcrystalline Cellulose Powder Obtained from Waste Paper. *Carbohydrate Polymer*. 98:721-725
- Özdenkçi K, De Blasio C, Muddassar HR, Melin K, Oinas P, Koskinen J, Sarwar G, Mika Järvinen M. (2017). Novel biorefinery integration concept for lignocellulosic biomass. *Energy Conversion and Management*. 149. 974–987
- Ruzene DS, Goncalves AR, Teixeira JA, De Amorim MTP. (2007). Carboxymethyl cellulose obtained by ethanol/water organosolv process under acid conditions. *Appl. Biochem. Biotechnol*. 573, 582.