

## BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan pulp *organosolv* dari pelepah sawit dilakukan dalam reaktor *batch* bervolume 1 liter. Selama pemasakan berlangsung, reaktor (digester) dipanaskan dengan pemanas listrik, dan untuk mencegah hilangnya panas reaktor juga dilengkapi dengan isolator. Kondisi pemasakan bahan baku dilangsungkan pada suhu didih cairan pemasak dan tekanan atmosferik. Rata-rata suhu pemasakan sekitar 107°C, dan waktu pemasakan mulai dihitung pada saat cairan pemasakan mulai mendidih. Pengendalian suhu cairan pemasak dilakukan dengan kondenser refluks, sehingga selama pemrosesan bahan baku suhu pemasakan diasumsikan tetap.

Hasil percobaan pembuatan pulp *organosolv* pelepah sawit pada seluruh kondisi yang dilakukan disajikan dalam Tabel 5.1. Kualitas pulp yang dihasilkan ditentukan melalui perolehan (*yield*) dan kadar lignin pulp. Perolehan pulp yang dihasilkan dari penelitian ini berkisar antara 33,30 – 50,09% dengan kadar lignin 11,20 – 19,12%.

**Tabel 5.1 Hasil percobaan pada berbagai kondisi operasi**

No	Variabel Operasi			Perolehan Pulp, %	Kadar Lignin Pulp, %
	[HCOOH], % berat	[H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ], % berat	Waktu, jam		
1	65	1	2	48,32	11,16
2	65	3	1	50,09	19,12
3	65	3	3	36,74	13,46
4	65	5	2	41,46	13,10
5	75	1	1	43,10	13,72
6	75	1	3	42,29	13,17
7	75	3	2	34,59	10,95
8	75	3	2	34,94	11,20
9	75	5	1	38,33	18,37
10	75	5	3	34,17	14,83
11	85	1	2	27,03	10,44
12	85	3	1	29,22	13,14
13	85	3	3	33,30	11,91
14	85	5	2	33,63	11,77

Pengaruh variabel pemasakan terhadap kualitas pulp, baik perolehan maupun kadar ligninnya dipelajari melalui persamaan empirik yang disusun dari polinomial sampai orde dua. Besarnya pengaruh variabel pemasakan terhadap kualitas pulp dapat diketahui dengan melihat koefisien-koefisien model yang dihasilkan. Keabsahan model yang dihasilkan dari data percobaan diuji dengan mengaplikasikan uji- $F$ , pada tingkat signifikansi 95%, dan signifikansi koefisien-koefisien model diuji dengan uji- $t$ . Nilai koefisien-koefisien model ditentukan dengan metode regresi multivariabel. Hasil regresi serta besaran statistik dalam pengujian model disajikan dalam Tabel 5.2. Jika  $F_{hitung} > F_{tabel}$  berarti model diterima, sehingga variabel pemasakan dapat memprediksi kualitas pulp pada rentang kondisi yang dipelajari.

**Tabel 5.2. Hasil regresi multivariabel koefisien model polinomial**

Koefisien Model	Perolehan Pulp ( $Y_1$ )	Kadar Lignin ( $Y_2$ )
$b_0$	34,761	11,071
$b_1$	-6,679	-1,071
$b_2$	-1,643	1,198
$b_3$	-1,784	-1,249
$b_4$	0,356 <sup>*)</sup>	-0,161 <sup>*)</sup>
$b_5$	3,365	-0,153 <sup>*)</sup>
$b_6$	4,358	0,854
$b_7$	2,489	0,705 <sup>*)</sup>
$b_8$	-0,840 <sup>*)</sup>	-0,747 <sup>*)</sup>
$b_9$	2,221	2,243
$R^2$	0,957	0,948
$R^2_{ajd}$	0,860	0,830
Standard error	2,509	1,014
$F_{hitung}$	9,853	8,031
$F_{tabel}$	6,000	6,000
Probabilitas	0,021	0,030

<sup>\*)</sup> NS = tidak signifikan

Persamaan-persamaan yang dihasilkan untuk masing-masing variabel percobaan, yang hanya memuat variabel koefisien model yang memenuhi tingkat signifikansi 90% sebagai berikut,

$$Y_1 = 34,761 - 6,679X_1 - 1,643X_2 - 1,784X_3 + 3,365X_1X_2 + 4,358X_1X_3 + 2,489X_2^2 + 2,221X_3^2 \quad (5.1)$$

$$Y_2 = 11,074 - 1,071X_1 + 1,198X_2 - 1,249X_3 + 0,854X_1X_3 + 3,243 X_3^2 \quad (5.2)$$

Dengan,  $Y_1$  = Perolehan pulp, %  
 $Y_2$  = Kadar lignin pulp, %  
 $X_1$  = Konsentrasi asam formiat tanpa dimensi,  $[C(\%) - 75]/10$   
 $X_2$  = Konsentrasi hidrogen peroksida tanpa dimensi,  $[C(\%) - 3]/2$   
 $X_3$  = Waktu pemasakan tanpa dimensi,  $[t(\text{jam}) - 2]/1$

Persamaan 5.1 dan 5.2 memperlihatkan semua variabel pemasakan, konsentrasi asam formiat, konsentrasi hidrogen peroksida dan waktu pemasakan memberikan pengaruh yang nyata serta berpengaruh positif terhadap perolehan dan kadar lignin pulp. Peningkatan dan penurunan perolehan dan kadar lignin pulp dapat diperkirakan melalui persamaan empirik yang dihasilkan dengan koefisien determinasi ( $R^2$ ) sebesar 95,7% dan 94,5%, berturut untuk perolehan pulp dan kadar ligninnya (lihat kembali Tabel 5.2, besaran statistik). Selanjutnya, pengaruh variabel pemasakan terhadap peningkatan ataupun penurunan perolehan dan kadar lignin pulp, hanya sekitar 95% dapat dijelaskan melalui persamaan 5.1 dan 5.2.

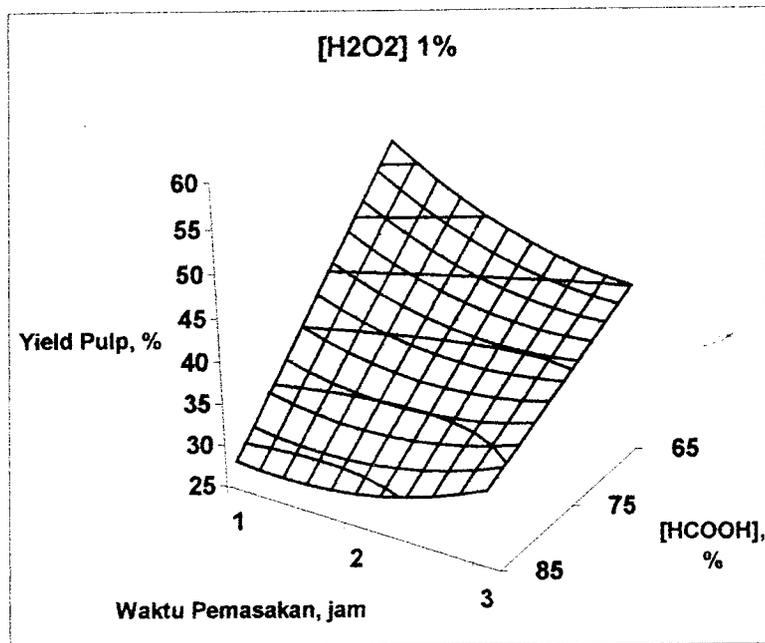
Pengaruh variabel pemasakan yang terbesar terhadap perolehan pulp diberikan oleh konsentrasi asam formiat ( $X_1$ ), sedangkan terhadap kadar lignin pulp adalah waktu pemasakan ( $X_3$ ). Variabel pemasakan yang terkecil pengaruhnya terhadap perolehan pulp adalah konsentrasi asam hidrogen peroksida ( $X_2$ ), dan terhadap kadar lignin pulp adalah konsentrasi asam formiat ( $X_1$ ). Hasil ini menunjukkan bahwa pengaruh variabel pemasakan tidak seragam terhadap kedua parameter kualitas pulp. Walaupun, terhadap perolehan pulp variabel konsentrasi asam formiat memberikan pengaruh yang terbesar, terhadap kadar lignin pulp pengaruh variabel ini yang terkecil. Sebaliknya, variabel

konsentrasi hidrogen peroksida, yang memberikan pengaruh terkecil terhadap perolehan pulp, ternyata terhadap kadar lignin pulp bukan memberikan pengaruh yang terbesar.

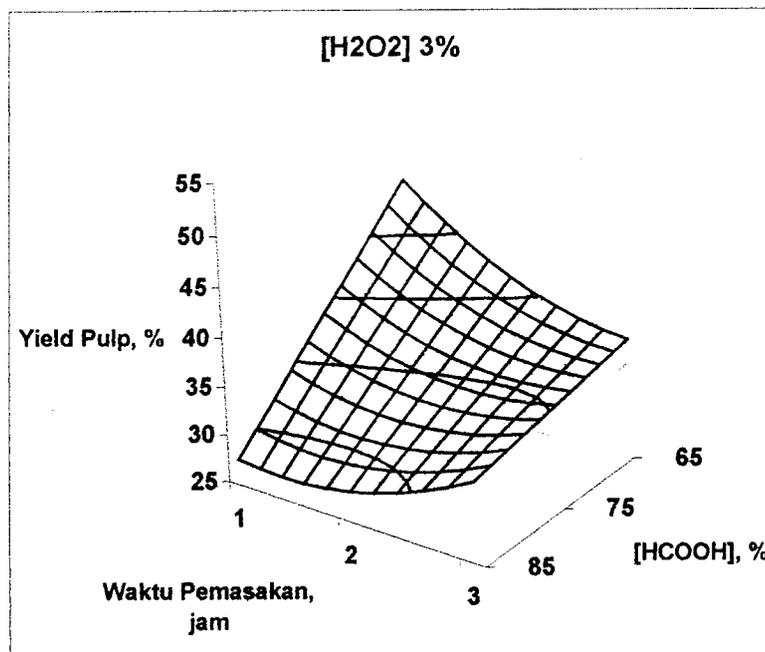
Walaupun tidak seluruh interaksi antar variabel (variabel interaksi) berpengaruh terhadap perolehan dan kadar lignin pulp, variabel-variabel interaksi ini juga berpengaruh nyata. Untuk perolehan pulp, interaksi antara konsentrasi asam formiat dan konsentrasi hidrogen peroksida ( $X_1X_2$ ), dan interaksi antara konsentrasi asam formiat dan waktu reaksi ( $X_1X_3$ ) sangat nyata. Sedangkan pada kadar lignin pulp hanya interaksi antara konsentrasi asam formiat dan waktu reaksi ( $X_1X_3$ ). Baik, pada perolehan pulp maupun kadar lignin, pengaruh interaksi variabel konsentrasi hidrogen peroksida dan waktu reaksi ( $X_2X_3$ ) tidak nyata. Selain itu, variabel kuadratik juga berpengaruh nyata pada parameter kualitas pulp. Variabel kuadratik konsentrasi hidrogen peroksida ( $X_2^2$ ) dan waktu pemasakan ( $X_3^2$ ) berpengaruh nyata pada perolehan pulp. Tetapi untuk kadar lignin pulp, variabel kuadratik yang berpengaruh nyata hanya waktu pemasakan ( $X_3^2$ ).

### 5.1. Perolehan Pulp

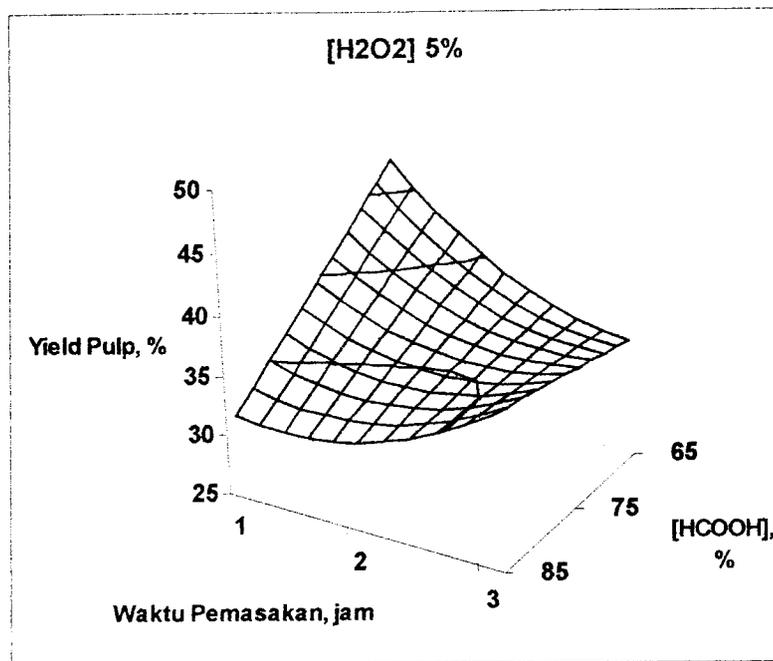
Perkiraan perolehan pulp dari persamaan empirik yang dihasilkan ditampilkan dalam *surface curve* pada Gambar 5.1 - 5.3. Secara umum, selama pemasakan berlangsung perolehan pulp yang dihasilkan cenderung menurun. Berkurangnya perolehan ini disebabkan adanya reaksi delignifikasi dan hidrolisis polisakarida [Parajo *et al.* 1993]. Penurunan perolehan pulp ini sangat nyata dipengaruhi ketiga variabel pemasakan, pengaruh terbesar diberikan oleh konsentrasi asam formiat, kemudian diikuti waktu pemasakan dan konsentrasi hidrogen peroksida. Perolehan pulp yang dihasilkan berkisar antara 27,74 - 57,30%, bervariasi menurut kondisi pemasakan. Perolehan pulp terbesar dihasilkan pada kondisi pemasakan yang menggunakan asam formiat 65%, dengan lama pemasakan 1 jam dan membutuhkan katalis hidrogen peroksida 1% (Gambar 5.1). Sedangkan perolehan pulp terkecil terjadi pada pemasakan menggunakan konsentrasi asam formiat 85%, waktu pemasakan 1 jam pada konsentrasi hidrogen peroksida 3%. (Gambar 5.2).



Gambar 5.1. Pengaruh waktu pemasakan dan konsentrasi asam formiat terhadap perolehan pulp pada pemakaian  $H_2O_2$  1%



Gambar 5.2. Pengaruh waktu pemasakan dan konsentrasi asam formiat terhadap perolehan pulp pada pemakaian  $H_2O_2$  3%



**Gambar 5.3. Pengaruh waktu pemasakan dan konsentrasi asam formiat terhadap perolehan pulp pada pemakaian H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 5%**

Perolehan pulp pada *organosolv* pulping pelepah sawit menggunakan asam formiat ini, ternyata memberikan hasil yang relatif lebih rendah dibandingkan dengan perolehan pulp dari biomassa kayu (43 – 64%) dengan menggunakan media pemasakan yang sama [Seisto and Popius-Levlin 1997]. Hasil ini memperlihatkan bahwa pelepah sawit lebih mudah didelignifikasi dengan asam formiat dibandingkan dengan kayu. Sedangkan dibanding biomassa tandan kosong sawit (TKS) yang dimasak dengan proses yang sama, perolehan pulp yang dihasilkan dari pelepah sawit relatif berimbang yakni berkisar antara 32 – 42% untuk perolehan pulp dari biomassa TKS [Azman *et al.* 2002]. Kemudahan pelepah sawit didelignifikasi dalam asam formiat dibanding kayu sesuai dengan perbedaan komposisi kimia biomassa tersebut. Baik pelepah sawit maupun TKS memiliki kadar lignin yang relatif lebih sedikit dibanding kayu keras (lihat kembali Tabel 2.1), dan umumnya biomassa kayu memiliki kadar lignin yang banyak dibanding biomassa non-kayu.

### 5.1.1. Pengaruh Konsentrasi Asam Formiat

Secara umum peningkatan konsentrasi asam formiat dalam cairan pemasak dari 65 sampai 85% cenderung menurunkan perolehan pulp yang dihasilkan. Pada pemakaian konsentrasi hidrogen peroksida 1 dan 3%, untuk seluruh waktu reaksi (1, 2 dan 3 jam) yang tetap, peningkatan konsentrasi asam formiat menurunkan perolehan pulp. Namun pada pemakaian konsentrasi hidrogen peroksida 5% dan lama pemasakan 3 jam, peningkatan konsentrasi asam formiat dari 65 menjadi 85% ternyata menaikkan perolehan pulp (dari 35% menjadi 37%). Berkurangnya perolehan pulp dalam proses pembuatan pulp disebabkan adanya proses delignifikasi (penyisihan lignin) dan hidrolisis polisakarida. Perolehan pulp yang ideal untuk suatu pemasakan dalam pembuatan pulp kira-kira sebanding dengan kadar selulosa dalam bahan baku.

Pemakaian konsentrasi asam formiat yang tinggi, selain mampu mempercepat proses delignifikasi dan hidrolisis polisakarida juga dapat mengakibatkan repolimerisasi lignin yang telah larut. Hal ini terlihat dari perolehan-perolehan pulp yang dihasilkan pada pemakaian konsentrasi asam asetat 85%, yakni berkisar antara 27,73 – 37,01%. Jika dibandingkan dengan kadar selulosa pelepah sawit (45%), kecilnya perolehan pulp ini disebabkan terdegradasinya selulosa dalam cairan pemasak. Kenaikan perolehan pulp dengan meningkatnya konsentrasi asam formiat dari 65 menjadi 85%, mengindikasikan adanya repolimerisasi lignin yang telah larut ke selulosa (pulp).

### 5.1.2. Pengaruh Waktu Pemasakan

Bertambahnya waktu pemasakan dari 1 menjadi 3 jam menurunkan perolehan pulp, pada seluruh konsentrasi hidrogen peroksida yang digunakan dan pemakaian asam formiat 65 dan 75%. Sebaliknya pada pemakaian asam formiat 85%, perolehan pulp akan naik seiring dengan bertambahnya waktu pemasakan. Untuk pemakaian media pemasakan dengan konsentrasi asam formiat 65% pada seluruh konsentrasi hidrogen peroksida, turunnya perolehan pulp seiring bertambahnya waktu pemasakan, terlihat lebih tajam dibandingkan pemakaian asam formiat 75% (turun sekitar 12% untuk pemakaian asam formiat 65% dan hanya turun sekitar 3% untuk pemakaian asam

formiat 75%). Sedangkan penggunaan media asam formiat 85%, terjadi kenaikan perolehan pulp sekitar 5%, pada seluruh konsentrasi hidrogen peroksida, dengan bertambahnya lama pemasakan dari 1 menjadi 3 jam.

Dengan bertambahnya waktu pemasakan, jumlah lignin yang terlarut dalam cairan pemasak akan bertambah pula, sehingga perolehan pulp cenderung menurun. Selain itu, lamanya waktu pemasakan pelepah sawit dalam media asam formiat akan menyebabkan terjadinya repolimerisasi lignin. Hasil ini terlihat dari berkurangnya laju pengurangan dan naiknya kembali perolehan pulp seiring dengan bertambahnya waktu pemasakan, kenaikan perolehan ini akan terjadi pada penggunaan konsentrasi asam formiat yang lebih tinggi (85%).

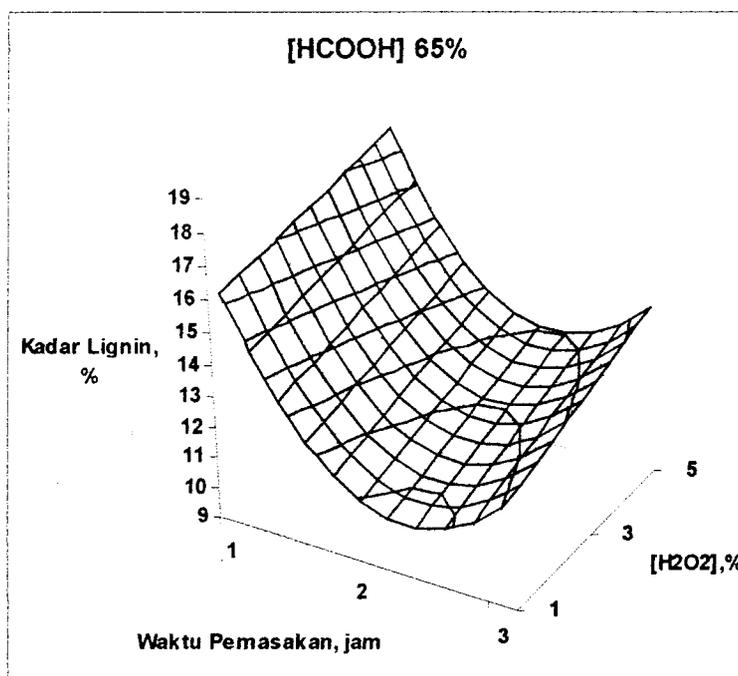
### 5.1.3. Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Peroksida

Pengaruh konsentrasi katalis hidrogen peroksida mulanya akan menurunkan perolehan pulp, dengan meningkatnya konsentrasi hidrogen peroksida dari 1 menjadi 3%. Kemudian perolehan akan turun kembali, jika konsentrasi hidrogen peroksida ditingkatkan menjadi 5%. Tetapi, untuk penggunaan konsentrasi asam formiat 65%, peningkatan konsentrasi hidrogen peroksida dari 1 menjadi 5% akan menurunkan perolehan pulp, pada seluruh waktu pemasakan yang digunakan.

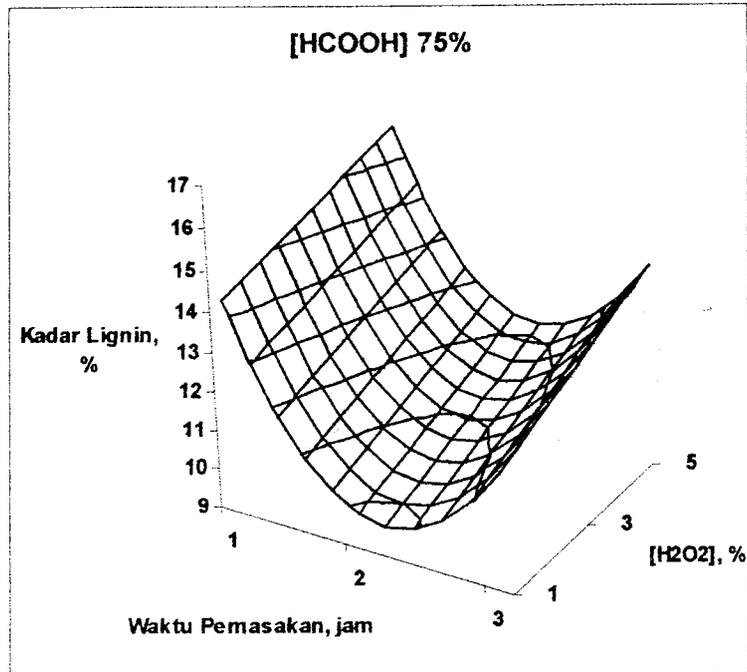
Peningkatan konsentrasi hidrogen peroksida dari 1 sampai 5% sebagai katalis dalam media pemasakan hanya berpengaruh positif pada pemakaian media asam formiat 65%. Bertambahnya konsentrasi hidrogen peroksida dalam media pemasakan, berarti meningkatkan jumlah ion hidrogen ( $H^+$ ) dalam media pemasakan dan akan mempercepat reaksi delignifikasi. Selain mampu mempercepat reaksi delignifikasi, adanya katalis dalam pembuatan pulp *organosolv* juga mampu mendorong terjadinya reaksi repolimerisasi lignin yang telah larut dan terdegrasasinya selulosa lebih lanjut [Parajo et al. 1993]. Meningkatnya kembali perolehan pulp dengan bertambahnya konsentrasi hidrogen peroksida menjadi 5%, dalam media asam formiat berkonsentrasi 75 dan 85%, memperkuat dugaan terjadinya reaksi repolimerisasi lignin yang telah larut ataupun hidrolisis selulosa.

## 5.2. Kadar Lignin Pulp

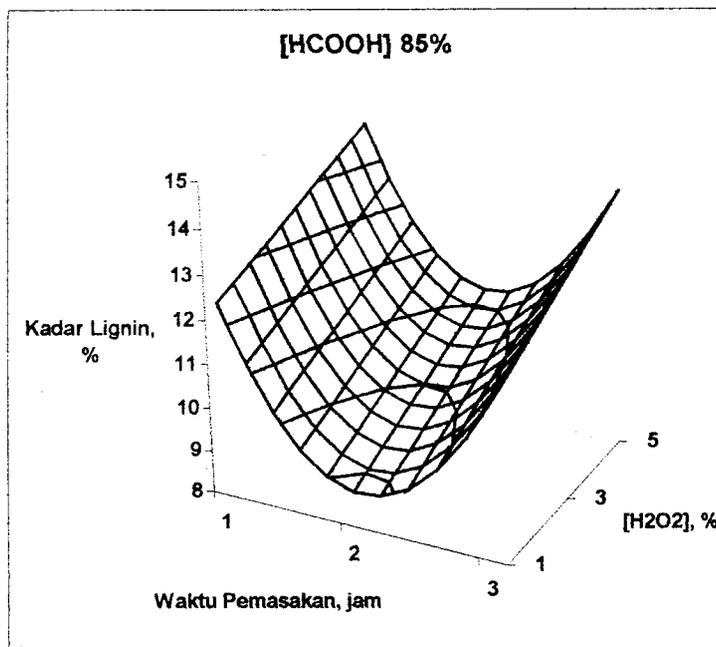
Pengaruh variabel pemasakan, konsentrasi asam formiat, konsentrasi hidrogen peroksida dan waktu pemasakan terhadap kadar lignin pulp, diperlihatkan pada *surface curve* yang disajikan dalam Gambar 5.4 – 5.6. Waktu pemasakan memberikan pengaruh yang terbesar terhadap kadar lignin pulp, kemudian konsentrasi hidrogen peroksida, dan yang terkecil pengaruhnya adalah konsentrasi asam formiat. Kadar lignin pulp diperkirakan, berkisar antara 8,8 sampai 18,7%, bervariasi menurut kondisi pemasakan. Pulp dengan kadar lignin terendah, dihasilkan pada kondisi pemasakan menggunakan asam formiat 85%, konsentrasi hidrogen peroksida 1% dengan lama pemasakan 2 jam (Gambar 5.6). Sedangkan pulp dengan kadar lignin tertinggi dihasilkan dengan kondisi pemasakan menggunakan asam formiat 65%, konsentrasi hidrogen peroksida 5% dan waktu pemasakan 1 jam (Gambar 5.4).



Gambar 5.4. Pengaruh waktu pemasakan dan konsentrasi hidrogen peroksida terhadap kadar lignin pulp pada pemakaian asam formiat 65%



**Gambar 5.5. Pengaruh waktu pemasakan dan konsentrasi hidrogen peroksida terhadap kadar lignin pulp pada pemakaian asam formiat  $H_2O_2$  75%**



**Gambar 5.6. Pengaruh waktu pemasakan dan konsentrasi hidrogen peroksida terhadap kadar lignin pulp pada pemakaian asam formiat 85%**

Kadar lignin pulp yang dihasilkan dari penelitian ini relatif masih tinggi jika dibanding dengan kadar lignin pulp komersil maupun pulp yang dihasilkan dari TKS dengan media pemasakan yang sama (<5%) [Azman *et al.* 2002]. Dibandingkan dengan kadar lignin pulp yang dihasilkan dari pelepah sawit dengan media pemasakan etanol (>15%), kadar lignin pulp yang dihasilkan relatif berimbang [Adisalamun *et al.* 2000].

### 5.2.1. Pengaruh Waktu Pemasakan

Lama waktu pemasakan sangat berpengaruh terhadap kadar lignin pulp yang dihasilkan. Untuk keseluruhan konsentrasi asam formiat dan hidrogen peroksida, dengan bertambahnya lama pemasakan dari 1 menjadi 2 jam, kadar lignin pulp cenderung berkurang. Tetapi akan meningkat kembali, jika waktu pemasakan ditambah sampai 3 jam. Perubahan kadar lignin pulp dengan bertambahnya waktu pemasakan dari 1 menjadi 3 jam, memperlihatkan adanya waktu optimum serta menggambarkan pola parabola silinder, dan semakin terlihat untuk pemakaian konsentrasi asam formiat yang lebih pekat.

Meningkatnya kembali kadar lignin pulp untuk waktu pemasakan yang lebih lama menunjukkan adanya reaksi repolimerisasi lignin yang telah larut. Pada seluruh konsentrasi asam formiat yang digunakan, penambahan lama pemasakan menjadi 3 jam akan mengakibatkan terjadi repolimerisasi tersebut. ataupun degradasi polisakarida lebih lanjut terhadap selulosa. Sehingga penentuan waktu reaksi dalam pembuatan pulp *organosolv* dalam media asam formiat menjadi penting.

### 5.2.2. Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Peroksida

Pada seluruh waktu pemasakan dan konsentrasi asam formiat yang digunakan, peningkatan konsentrasi hidrogen peroksida dari 1 menjadi 5%, akan menaikkan kadar lignin pulp. Kenaikan kadar lignin pulp seiring dengan bertambahnya konsentrasi hidrogen peroksida cenderung linier, dan kenaikan tersebut semakin tajam pada pemakaian asam formiat yang lebih pekat. Hasil ini memperkuat hipotesa sebelumnya,

bahwa selain mampu mempercepat reaksi delignifikasi, adanya hidrogen peroksida juga mendorong terjadinya reaksi repolimerisasi lignin yang telah larut.

### **5.2.3. Pengaruh Konsentrasi Asam Formiat**

Peningkatan konsentrasi asam formiat yang digunakan sebagai media pemasakan dari 65 menjadi 85% berpengaruh positif terhadap kadar lignin. Untuk semua waktu pemasakan dan konsentrasi hidrogen peroksida yang digunakan, penurunan kadar lignin pulp seiring dengan meningkatnya konsentrasi asam formiat berkisar 1 – 2%. Pulp dengan kadar lignin paling sedikit dihasilkan dengan media asam formiat berkonsentrasi 85% (Gambar 5.6). Walaupun demikian, pemakaian konsentrasi asam formiat yang lebih pekat cenderung mendorong terjadi reaksi polimerisasi sehingga peningkatan kembali kadar lignin pulp, yang diakibatkan naiknya konsentrasi hidrogen peroksida dan bertambah waktu pemasakan.