

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Roket FFAR (*Fin Folded Aerial Rocket*) adalah roket senjata yang digunakan oleh angkatan perang di Indonesia. Roket ini menggunakan bahan bakar *double base* yang komponen utamanya adalah Nitroselulosa dan Nitrogliserin. Penguasaan roket senjata ini tidak lepas dari kemandirian dalam hal penguasaan dalam hal pembuatan bahan bakar tersebut.

Berdasarkan hal tersebut Kementerian Negara Riset dan Teknologi Republik Indonesia dalam buku putih Indonesia 2005-2025 menetapkan arah penelitian dan pengembangan teknologi pertahanan keamanan dengan salah satu rencana agenda pengembangan yaitu produksi Propellan, disamping itu teknologi yang harus dikuasai adalah teknologi bahan baku peledak dan pendorong serta teknologi material [Kemenristek RI, 2006].

Disisi lain ketersediaan limbah biomassa sisa dari industri sawit, jumlahnya sangat berlimpah terutama di Propinsi Riau. Ini dikarenakan hampir 35% luas lahan perkebunan sawit di Indonesia berada di Propinsi Riau [BPS, 2004]. Indonesia dalam tahun 2008 memproyeksikan produksi *crude palm oil* (CPO) sebesar 15 juta ton. Setiap ton minyak sawit yang diproduksi akan menghasilkan juga biomassa sebesar 0.8 ton, berarti untuk mencapai produksi CPO sebesar 15 juta ton akan dihasilkan juga 12,5 juta ton biomassa [Padil, 2006; Susanto dan Budhi, 1997]. Data ini menunjukkan betapa besar biomassa industri sawit yang dibuang kelingkungan dan ini akan terus meningkat sejalan dengan pertumbuhan industri sawit. Pelepah sawit merupakan salah satu limbah biomasa sawit yang dihasilkan setiap proses pemanenan dan selama ini hanya ditumpuk diantara batang sawit.

Untuk menjawab permasalahan yang dihadapi yaitu masih diimpornya bahan baku nitroselulosa dan mengingat jumlah limbah pelepah sawit yang besar, maka dipandang perlu melakukan suatu penelitian untuk mencari sumber-sumber bahan baku pembuatan nitroselulosa yang digunakan dalam pembuatan

propellan. Dengan menggunakan proses hidrolisa dan proses *bleaching* serta proses nitrasi diharapkan limbah pelepah sawit dapat dikonversi menjadi nitroselulosa yang memiliki kadar nitrogen 12,5-13,5% yang dapat dijadikan sebagai sumber bahan baku dalam pembuatan propellan.

1.2. Lokasi Penelitian :

1. Laboratorium Teknologi Produk dan Laboratorium Kimia Organik
Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Riau
2. Laboratorium R & D PTPN V.

1.3. Hasil yang Ditargetkan

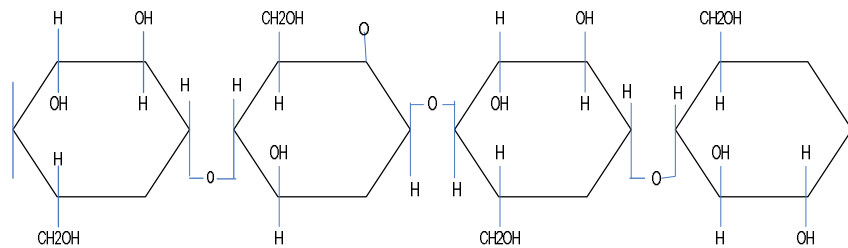
1. Pemanfaatan limbah pelepah sawit sebagai alternatif bahan baku pembuatan nitroselulosa
2. Teknologi pemurnian selulosa menggunakan ekstrak abu tandan kosong sawit sebagai pelarut dan enzim xilanase sebagai *bleaching agent*
3. Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan prototipe reaktor hidrolisis dan reaktor nitrasi dalam skala laboratorium untuk mengkonversikan pelepah sawit menjadi produk nitroselulosa
4. Menghasilkan publikasi ilmiah melalui jurnal terkreditasi: Natur Indonesia serta Jurnal Internasional Elsevier, International Energy Journal.
5. Hasil penelitian ini diharapkan dapat ditindaklanjuti untuk menjalin kerjasama dengan PTPN V dalam rangka pemanfaatan limbah pelepah sawit.

II. TINJAUAN PUSTAKA

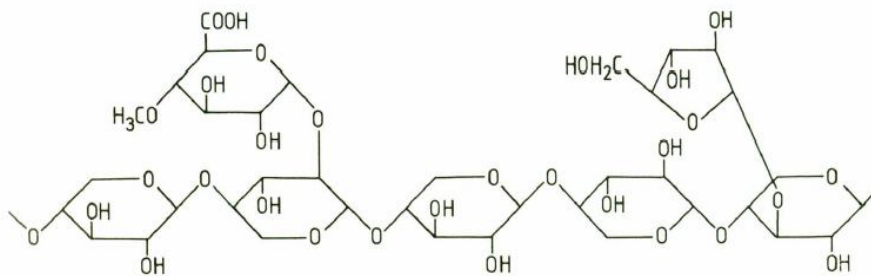
2.1 Pelepah Sawit Sebagai Sumber Nitroselulosa

Pelepah sawit merupakan salah satu sumber bahan baku pembuatan nitroselulosa. Pelepah sawit sebagai sumber nitroselulosa yang sangat potensial pada abad 21 dikarenakan karakteristiknya yaitu, pertama, pelepah sawit sebagai sumber bahan organik yang dapat diperbaharui dan ketersediaannya melimpah (berdasarkan data yang dilaporkan suwono kira-kira mencapai 40 milyar ton/tahun) dan kedua, pelepah sawit dapat mengikat karbon dioksida dari atmosfer [Song dkk, 2000].

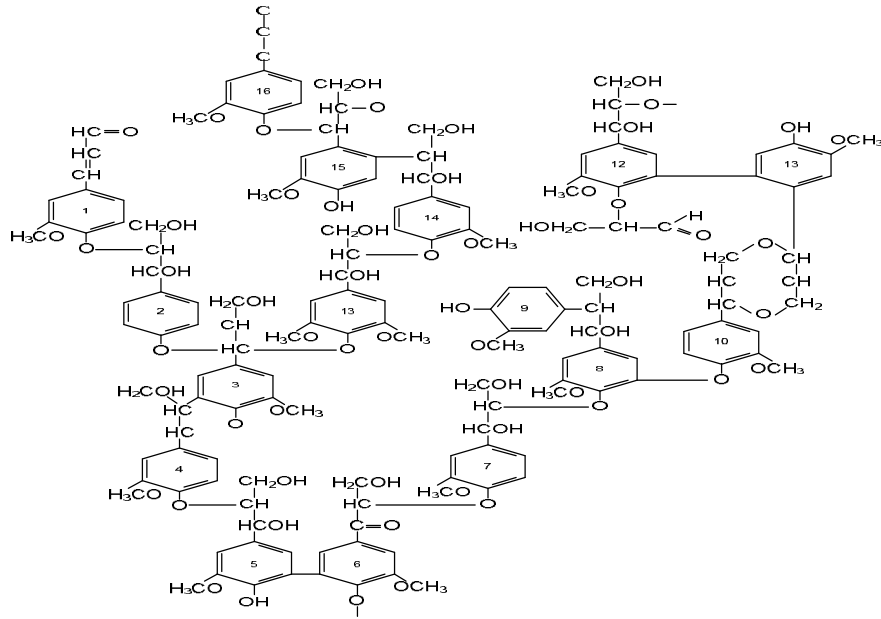
Kandungan pelepah sawit yang terdiri dari selulosa, hemiselulosa dan lignin dapat dijadikan dasar sebagai kandungan yang terdapat nitroselulosa [Blomquist.,H.R, dan Gilbert.AZ, 2005,]. Pada umumnya biomassa memiliki kandungan selulosa, hemiselulosa dan lignin yang berbeda-beda tergantung dari jenis biomasanya, struktur kimia dari kandungan biomassa dapat dilihat pada gambar berikut ini:



Gambar 1. Struktur Kimia Selulosa $[C_6(H_2O)_5]_n$



Gambar 2. Struktur Kimia Hemiselulosa $[C_5(H_2O)_4]_n$



Gambar 3. Struktur Kimia Lignin $[C_{10}H_{12}O_3]_n$

Proses yang digunakan untuk mengkonversi pelepah sawit menjadi nitroselulosa dapat dibagi menjadi tiga tahapan. Proses hidrolisa, *bleaching*, dan proses nitrasi. Penelitian hidrolisa telah banyak dilakukan baik menggunakan bahan kayu maupun non kayu, proses yang digunakan adalah proses kimia, semikimia maupun mekanik [Byrd dan Hurter 2005, Hosokawa *et al.* 1989, Kamishima *et al.* 1994, Snell *et al.* 2004]. Hasil-hasil kajian tersebut menunjukkan bahwa hasil hidrolisis baik dari bahan kayu maupun non kayu dapat dijadikan kertas maupun produk turunan selulosa lainnya. Namun demikian, pengolahan kayu maupun non kayu menjadi produk pulp maupun turunan selulosa lainnya dengan metode-metode tersebut belum begitu tepat. Kebanyakan produk pulp maupun turunan selulosa dari kayu maupun non kayu diproses secara kimia menggunakan proses kraft (sulfat), maupun proses sulfit. Kedua proses ini memiliki kelemahan yaitu menimbulkan pencemaran lingkungan akibat penggunaan senyawa sulfur, dan teknologi *bleaching* yang masih menggunakan klorin.

Pembuatan produk pulp maupun turunan selulosa dari kayu maupun non kayu diharapkan dapat dilakukan dengan proses yang relatif lebih murah, ramah

lingkungan dan membutuhkan energi yang lebih sedikit. *Organosolv pulping* merupakan metode pembuatan pulp dengan menggunakan pelarut-pelarut organik yang ramah lingkungan. Namun, proses ini masih belum bisa diandalkan, karena sulitnya *recovery* pelarut organik yang digunakan. Begitu juga dengan proses CTMP (*Chemithermomechanical Pulping*) dan TMP (*Thermomechanical Pulping*) yang membutuhkan energi yang cukup banyak. Pemrosesan menggunakan larutan basa alkali (*alkaline base pulping*) merupakan metode pembuatan produk pulp dan turunan selulosa lainnya yang bebas sulfur dan dapat dilangsungkan dengan pasokan energi yang lebih sedikit dibandingkan dengan CTMP dan TMP, seperti proses semi mekanis yang dilakukan pada suhu didih normal larutan pemasak. Selama ini sumber alkali yang digunakan dalam pembuatan pulp adalah sodium hidroksida (NaOH). Hosokawa *et al.* [1989] membuktikan bahwa kalium hidroksida (KOH) dapat juga digunakan sebagai sumber alkali dalam proses hidrolisa. Sumber-sumber kalium dapat diperoleh dari abu beberapa biomassa, seperti abu batang pisang dan abu tandan kosong sawit. Penggunaan ekstrak abu tandan kosong sawit dalam proses hidrolisa kayu maupun non kayu memiliki potensi yang bagus untuk dikembangkan pada skala industri, sehingga kebutuhan produk pulp maupun produk turunan selulosa lainnya dapat terus terpenuhi.

Untuk mengkonversikan pelepah sawit menjadi nitroselulosa yang dapat digunakan sebagai bahan baku propellan kemurnian selulosa alfa harus > 92%. Padil dan Yelmida [2009] telah membuktikan bahwa kandungan selulosa alfa dari pelepah sawit setelah proses hidrolisa ternyata masih rendah yaitu 45,26%. Menurut Richana.N [2002] dan Tarmansyah.S.U [2007] untuk menghilangkan lignin dan hemiselulosa serta meningkatkan kemurnian selulosa alfa perlu dilakukan proses *bleaching*. Proses *bleaching* terhadap hasil hidrolisa dengan berbagai bahan kimia telah banyak dilakukan oleh peneliti-peneliti sebelumnya.

Ulia.H., [2008] telah melaporkan efisiensi penggunaan hidrogen peroksida pada tahap akhir proses *bleaching* dibandingkan dengan ClO₂ dengan menggunakan bahan baku akasia. Proses yang dilakukan dua tahapan proses *bleaching* yaitu: tahap klorin dioksida, tahap ekstraksi, sedangkan tahapan yang

kedua adalah tahap klorin dioksida, tahap ekstraksi, tahap klorin dioksida, tahap hidrogen peroksida. Pada tahap hidrogen peroksida dilakukan variasi dosis H_2O_2 dan temperatur reaksi dengan waktu 180 menit. Proses *bleaching* berlangsung dalam plastik tertutup yang berada dalam *water bath*.

Menurut Fuadi.A.M., dan Sulistya.H.,[2008] peningkatan kemurnian selulosa alfa pada berbagai penambahan *bleaching agent* (H_2O_2) tidak menunjukkan perbedaan yang berarti, bahkan peningkatannya kecil. Hal ini disebabkan karena pengaruh beberapa *metal ions* yang ada di dalam pulp yang mempengaruhi keefektifan H_2O_2 sebagai *bleaching agent*. Untuk meningkatkan *bleach ability* hidrogen peroksida, perlu dilakukan *treatment* awal untuk melepaskan *metal ions* yang ada di dalam pulp, disamping itu pada pH yang tinggi H_2O_2 mudah terdekomposisi membentuk H_2O , O_2 dan HO .

Proses *bleaching* dalam pembuatan pulp pelepah sawit juga pernah dilakukan oleh Darnoko,dkk [2001] dengan *bleaching agent* yang digunakan klorin (Cl_2) dan senyawa klor (ClO_2). *Bleaching* pelepah sawit dilakukan dengan sistem konvensional dengan tahapan klorinasi, ekstraksi, dan hipoklorinasi, dari proses yang dilakukan ini masih terdapat kelemahannya yaitu kemurnian selulosa alfa masih rendah. Disamping itu [Zulferiyenni dan Hidayati.,S.,2003] melaporkan penggunaan asam parasetat sebagai *bleaching agent* pada pulp dari kertas bekas, dengan peningkatan konsentrasi asam parasetat akan menyebabkan meningkatnya rendemen dan kemurnian selulosa alfa. Konsentrasi optimum untuk *bleaching* pulp kertas koran adalah 9% dengan rendemen 12,47% dan kadar selulosa alfa 69,34%.

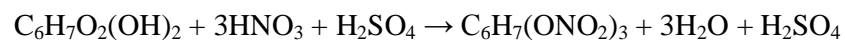
Dari berbagai proses *bleaching* yang telah dilakukan, proses dengan *bleaching agent* asam parasetat adalah yang terbaik dilihat dari peningkatan kemurnian selulosa alfa yang dihasilkan. Ditinjau dari *bleaching agent* dan pelarut yang digunakan, proses ini masih memiliki kekurangan yaitu masih menggunakan bahan kimia sebagai *bleaching agent* dan pelarut pada proses hidrolisa, sehingga sisa proses yang dibuang dapat mencemari lingkungan. Masalah tersebut akan coba diperbaiki dengan menggunakan ekstrak abu tandan kosong sawit sebagai sumber kalium dalam proses hidrolisis dan enzim xilanase sebagai pengganti cara kimia dalam proses *bleaching*. Hal ini diperkirakan akan

meningkatkan kemurnian selulosa alfa yang terdapat dalam pelepah sawit dan akan menghindari pencemaran racun limbah kimia dan akan terbentuknya *zero waste* dari industri sawit.

Untuk pengembangan ke depan, proses hidrolisa pelepah sawit menggunakan ekstrak abu TKS dan proses *bleaching* menggunakan enzim xilanase akan lebih menjanjikan karena relatif lebih sederhana dan bahan yang digunakan relatif lebih murah karena merupakan limbah dari pabrik kelapa sawit itu sendiri. Kemurnian selulosa alfa yang diinginkan untuk pembuatan nitroselulosa yaitu > 92% akan mudah didapatkan dengan bantuan proses *bleaching*.

Der.V.E., [2008] mendapatkan nitroselulosa dari serat pendek selulosa dengan panjang rata-rata sama dengan atau lebih pendek dari 0.85mm, berasal dari koil atau lembaran alfa selulosa yang dipecah yang densitasnya menjadi antara 0.7 dan 1 g/cm³ dan viskositasnya di atas 300 cp, yang bereaksi dengan air, asam sulfat dan asam nitrat (campuran sulfonitrat atau SNM) dengan rasio campuran sulfonitrat/selulosa antara 1:7 dan 1:45. Selulosa dinitrasi dengan cara direndam dengan campuran sulfonitrat, yang mengawali terbentuknya nitroselulosa.

Proses pembuatan terdiri dari pemurnian linier mentah untuk mendapatkan selulosa, nitrasi selulosa dengan campuran sulfonat, penstabilan dan perebusan ekstraksi asam residu ditahan di serat nitroselulosa. Ada tiga gugus fungsi per unit fundamental β-D glukosa, yang dapat diesterifikasi dengan asam nitrat seperti reaksi berikut :



Level nitrogen mendekati 13,5% mungkin saja dicapai. Level ini merupakan level tertinggi yang ditemukan di antara produk komersil.

Pourmortazavi.S.M.,dkk.[2009] menyatakan bahwa selulosa bereaksi dengan asam nitrating (campuran asam nitrat dan asam sulfat). Setelah proses nitrasi selesai, Nitroselulosa (NC) dipisahkan dengan menggunakan *centrifuge* dari campuran asam nitrat, asam sulfat dan air yang kemudian akan dilakukan proses daur ulang. Tahap selanjutnya adalah pra tahap stabilisasi dimana

nitrosellulosa dicuci dengan air , selanjutnya viskositas nitrosellulosa disesuaikan oleh tekanan didih.

2.2 Enzim Xilanase

Enzim adalah molekul biopolimer yang tersusun dari serangkaian asam amino dalam komposisi dan susunan rantai yang teratur dan tetap. Enzim memegang peranan penting dalam berbagai reaksi di dalam sel. Sebagai protein, enzim diproduksi dan digunakan oleh sel hidup untuk mengkatalisis reaksi antara lain konversi energi dan metabolisme pertahanan sel. Xilanase merupakan kelompok enzim yang memiliki kemampuan menghidrolisis hemiselulosa dalam hal ini ialah xilan atau polimer dari xilosa dan xilo-oligosakarida. Xilanase dapat diklasifikasikan berdasarkan substrat yang dihidrolisis, yaitu β -xilosidase, eksoxilanasase, dan endoxilanasase (Richana.N., 2002).

Jenis mikroorganisme yang sudah umum menghasilkan xilanase ialah jamur dan bakteri, beberapa mikroorganisme penghasil endoxilanasase adalah *Aspergillus* sp. *Aureobasidium* sp, *Bipolaris sorokinana* ,*Cryptococcus flavus* ,*Fusarium oxysporium*, *Gloeophyllum trabeum* , *Humicola grisea* , *Myrothecium verrucaria* , *Neurospora crassa* ,*Penicillium* sp,*Trichoderma* sp.

Beberapa jenis bakteri dan jamur diketahui mampu menghasilkan xilanase secara ekstraseluler. Xilanase dari *Clostridium acetobutylicum* telah diteliti oleh Lee *et al.* (1985), yaitu dari 20 strain *Clostridium* sp. ternyata *C. acetobutylicum* NRRL B527 dan ATCC 824 menghasilkan xilanase terbanyak. Strain NRRL B527 menghasilkan xilanase pada pH 5,2, sedangkan strain ATCC 824 menghasilkan xilanase, xilopiranosidase, dan arabinofuranosidase pada kultur anaerob. *Bacillus* sp. penghasil xilanase bersifat alkalofilik yang telah diteliti adalah *Bacillus* sp. YC 335 (Park *et al.*, 1992), *Bacillus* sp. 41M-1 (Nakamura *et al.*, 1993), dan *Bacillus* sp. TAR-1 yang juga bersifat termofilik (Nakamura *et al.*, 1994). Kubata *et al.* (1992) telah mengisolasi *Aeromonas caviae* ME-1 penghasil xilanase I dari usus *herbivorous insect*, sedangkan Dung *et al.* (1993) melakukan penelitian β -1,4-xilanase 2 dan 3 dari *A. caviae* W-61. Irawadi (1992) berhasil memproduksi selulase dan xilanase dari *Neurospora sitophila* pada substrat padat

limbah kelapa sawit. Richana *et al.* (2000) telah melakukan isolasi bakteri penghasil xilanase alkalofilik yang berasal dari tanah berkapur pH 7,9. Seleksi dilakukan berdasarkan ukuran koloni dan zona bening di sekeliling koloni yang tumbuh pada media pertumbuhan.

Penggunaan xilanase dan enzim sejenisnya pada proses *bleaching* membantu pengurangan bilangan *kappa* dan meningkatkan kandungan selulosa alfa (Viikari *et al.*, 1994; Yang *et al.*, 1992; Daneault *et al.*, 1994). Sejumlah kajian pengaruh xilanase pada proses *bleaching* yang dilakukan dengan enzim berasal dari *Trichoderma* sp. dan ternyata pengurangan penggunaan khlorin mencapai 20-30% (Viikari *et al.*, 1991; 1994).

2.3 Penelitian yang Sudah Dilaksanakan

Dalam mencari alternatif sumber-sumber bahan baku nitroselulosa yang memiliki kemurnian selulosa alfa > 92% yaitu dengan cara memanfaatkan pelepah sawit yang sangat banyak di Indonesia terutama di Propinsi Riau. Penelitian pengolahan limbah padat industri minyak sawit telah lama dilakukan di Jurusan Teknik kimia Universitas Riau.

Padil dan Yelmida [2009] telah melakukan analisa kimia terhadap kandungan limbah padat sawit diantaranya sabut sawit kandungan selulosa alfanya 27,49%, tandan kosong sawit 34,26%, pelepah sawit (PSt) 34,89% dan batang sawit 35,92%.

Padil dan Yelmida [2009] telah melakukan penelitian tentang penggunaan ekstrak abu tandan kosong sawit sebagai pelarut dalam proses hidrolisis pelepah sawit. Dari hasil analisa ekstrak abu tandan kosong sawit memiliki kadar Kalium (K), Silika (SiO_2) dan Karbonat (CO_3) yang tinggi dibandingkan dengan unsur atau senyawa lainnya yang ada di dalam abu tandan kosong sawit. Kalium dan karbonat larut dalam air membentuk ion K^+ dan CO_3^{2-} . Ion karbonat bersifat reaktif sehingga akan mengikat ion H^+ yang ada di dalam air dan membentuk HCO_3^- . Sedangkan ion potassium bersifat tidak reaktif sehingga tidak berikatan dengan ion OH^- . Sifat ion potassium yang tidak reaktif ini menyebabkan jumlah ion OH^- lebih banyak dibandingkan dengan ion H^+ , sehingga larutan ekstrak abu

tandan kosong sawit bersifat basa dengan $\text{pH} > 7$. Larutan ekstrak abu tandan kosong sawit memiliki pH 13. Jika dibandingkan pH larutan pemasak dengan proses soda, larutan ekstrak abu tandan kosong sawit cukup memungkinkan untuk digunakan sebagai larutan pemasak pada proses hidrolisa. pH larutan pemasak untuk proses soda dingin berkisar antara 13 – 14. Hasil penelitian terdahulu juga menunjukkan nilai pH yang berimbang dibandingkan dengan pH ekstrak abu tandan kosong sawit. Hosokawa *et al.* [1989] dan Snell *et al.* [2004] adalah peneliti yang menggunakan ekstrak abu tandan kosong sawit dalam proses hidrolisa *non-wood*. Ekstrak abu tandan kosong sawit pada penelitian Hosokawa *et al.* [1989] memiliki nilai pH 13,5 dan pada penelitian Snell *et al.* [2004] memiliki nilai pH 13,5 – 14.

Penelitian Padil dan Yelmida [2009] dengan menggunakan ekstrak abu TKS sebagai larutan pemasak dalam proses hidrolisa didapatkan kondisi optimum hidrolisa pada waktu 30 menit, nisbah padatan larutan 1 : 4, serta temperatur pemasakan 85°C adapun kemurnian selulosa alfa pada berbagai limbah padat sawit adalah 33,54% untuk sabut sawit, 49,64% untuk tandan kosong sawit, 45,26% untuk pelepah sawit serta 48,71% untuk batang sawit.

Herma [2010] telah melakukan penelitian lanjutan untuk mendapatkan selulosa alfa yang lebih murni dengan proses *bleaching*. Kondisi operasi yang dilakukan yaitu temperatur $60\text{-}80^{\circ}\text{C}$, waktu reaksi 3-5 jam, konsentrasi *bleaching agent* 4-16%, serta pH 9,8 dan 11. Hasil yang didapatkan yaitu kemurnian selulosa alfa mengalami peningkatan 45,34% untuk sabut sawit, 54,34% untuk tandan kosong sawit, 56,66% untuk pelepah sawit serta 65,31% untuk batang sawit pada suhu operasi 75°C , waktu 4,5 jam, konsentrasi *bleaching agent* 12% dan pH 11. Dari hasil yang didapat ini belum memenuhi syarat untuk diolah lebih lanjut menjadi nitroselulosa, karena kemurnian selulosa alfa masih rendah. Oleh sebab itu pada penelitian ini akan menggunakan enzim xilanase yang berasal dari *Trichoderma sp* sebagai *bleaching agent* pada proses *bleaching*.

Puspita F.,dkk (2007) telah berhasil mengisolasi *Trichoderma sp* yang berasal dari rizosfer kelapa sawit Indah Kecamatan Tapung Kabupaten Kampar. Hasil identifikasi diperoleh isolat *Trichoderma pseudokoningii*.

Puspita.F, dkk., (2008) telah melakukan produksi enzim xilanase dengan media *Trichoderma asperellum* T.N.J63 dan T.N.C52, *Trichoderma* sp. isolat tanaman kelapa sawit, dengan kondisi dishaker selama 2 hari diletakkan dalam kulkas pada suhu 4⁰C selama 1 jam. Setelah 1 jam, enzim dipisahkan dari jamur dengan cara disentrifuge dalam keadaan dingin dengan kecepatan 9500 rpm selama 10 menit. Supernatan divakum, disaring dengan *filter glass fiber* (*Whatman GF/C* No. Katalog 1822 055) dan disterilisasi dengan *Corning sterile syringe filter* 0,45 µm . Enzim yang dihasilkan tambahkan dengan NaN₃ 0.02 % dan disimpan di freezer. Hasil rata – rata aktivitas enzim xilanase (µ mol gula pereduksi /ml.menit)U/mL masing-masing adalah 2.853 ± 2.124 *Trichoderma asperellum* T.N.J63 ; 0.495 ± 0.416 *Trichoderma asperellum* T.N.C52 dan 0.665 ± 0.326 *Trichoderma* sp.

Rahmad, dkk [2010] melalui dana PKMP DP2M Dikti yang dibimbing oleh Padil dan Yelmida melakukan penelitian pembuatan nitroselulosa dari *reject pulp* limbah pabrik *pulp and paper*. Penelitian awal yang dilakukan adalah menentukan kandungan selulosa- *α reject pulp* yaitu sebesar 87%. Kondisi operasi yang dilakukan yaitu perbandingan *reject pulp* dan asam nitrat 1:2 – 1:4, waktu nitrasi 45 – 75 menit dan temperatur nitrasi 60⁰C – 105⁰C.

Untuk lebih jelasnya **Road Map** penelitian nitroselulosa dari limbah padat sawit dan produksi enzim xilanase di Universitas Riau dapat dilihat pada **Lampiran A** .

III. TUJUAN DAN MANFAAT

3.1. Tujuan

Tujuan yang akan dicapai dari penelitian ini adalah:

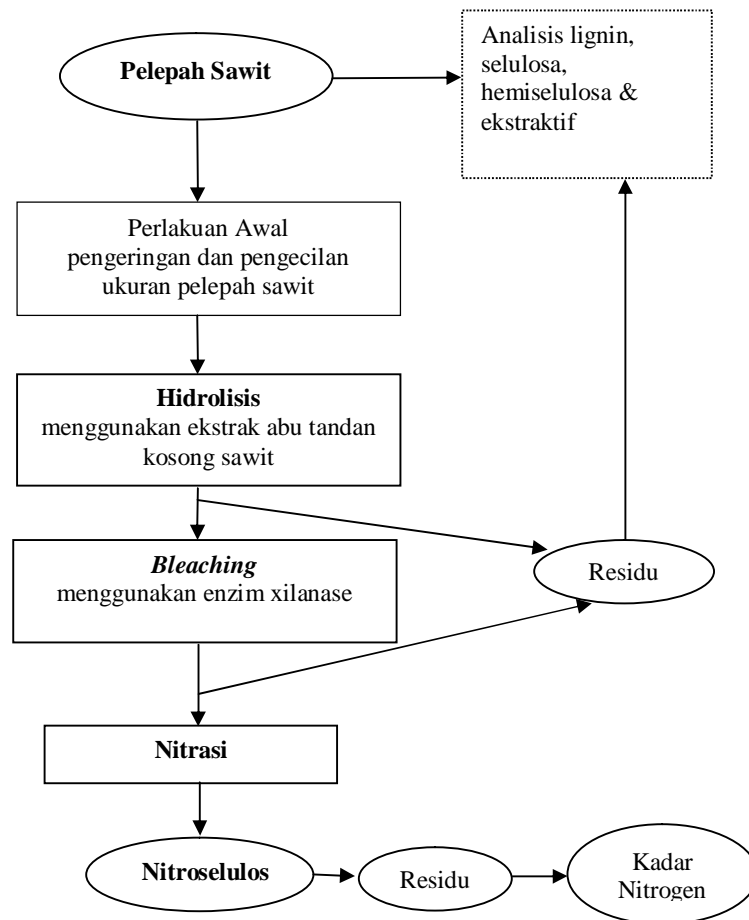
1. Mengembangkan teknik konversi selulosa yang terdapat pada limbah pelepah sawit menjadi nitroselulosa
2. Mendapatkan data kondisi proses yang optimum dari proses hidrolisa, *bleaching* menggunakan enzim xilanase untuk pemurnian selulosa hasil hidrolisa limbah pelepah sawit
3. Mendapatkan data kondisi proses yang optimum dari proses nitrasi limbah pelepah sawit menggunakan HNO_3 dan H_2SO_4 sebagai katalis
4. Mengembangkan teknik *zero waste* industri sawit dalam rangka menurunkan beban pencemaran limbah padat sawit.

3.2. Manfaat

Pada penelitian tahun pertama dilakukan Proses *bleaching* hasil hidrolisa pelepah sawit bertujuan untuk menghilangkan lignin dan zat ekstraktif sehingga mendapatkan kadar selulosa alfa yang tinggi. Selama ini proses *bleaching* menggunakan bahan kimia sebagai *bleaching agent* seperti klorin (Cl_2), senyawa klor (ClO_2), dan paretat. Pada penelitian ini dilakukan perbaikan proses yaitu mengganti penggunaan klorin pada proses *bleaching* dengan enzim yaitu enzim xilanase sehingga pencemaran racun limbah kimia akan dapat dihindari. Diharapkan proses hidrolisa pelepah sawit menggunakan ekstrak abu TKS dan proses *bleaching* menggunakan enzim xilanase akan lebih menjanjikan karena relatif lebih sederhana dan bahan yang digunakan relatif lebih murah karena merupakan limbah dari pabrik kelapa sawit itu sendiri.

IV. METODE PENELITIAN

Secara garis besar penelitian ini memproduksi nitroselulosa dari pelepah sawit menggunakan proses hidrolisis, *bleaching* dan nitrasi. Kegiatan pertama dilakukan menggunakan *bench scale* reaktor volume 10 L dan kegiatan kedua dilakukan *scale-up* menggunakan reaktor 100 L. Gambar 1 menunjukkan bagan alir penelitian yang dilakukan.



Gambar 4. Bagan utama penelitian

Proses hidrolisis, *bleaching* dan nitrasi dengan menggunakan *bench scale* reaktor volume 10 L

Tahun pertama dilakukan hidrolisis pelepah sawit menggunakan ekstrak abu tandan kosong sawit, *bleaching* menggunakan enzim xilanase dan nitrasi

menggunakan *bench scale* reaktor 10 L. Kemudian dilakukan analisa hasil *bleaching* berupa selulosa, hemiselulosa, lignin dan ekstraktif serta analisa kadar nitrogen hasil nitrasi untuk mengetahui kadar nitrogen dari nitroselulosa yang terbentuk.

Sampel yang digunakan adalah pelepah sawit dengan perlakuan awal. Prosedur hidrolisis, *bleaching* dan nitrasi serta analisa dan pengumpulan data adalah sebagai berikut:

4.1. Persiapan sampel

Pelepah sawit dihaluskan (kurang lebih 40-80 mesh) sehingga ukuran partikel lebih seragam, kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven selama 1 jam pada suhu 60-70⁰C sehingga kadar air maksimal 10% dan disimpan ditempat yang kering.

4.2. Proses hidrolisis

Hidrolisis pelepah sawit dengan menggunakan ekstrak abu tandan kosong sawit (TKS) sebagai pelarut (Gambar 2) . Proses hidrolisis pelepah sawit dilakukan dengan memulai pembuatan cairan pemasak dari ekstrak abu TKS. Mula-mula abu TKS disaring menggunakan saringan berukuran 40 *mesh*. Abu yang tersaring ditambahkan air dengan perbandingan massa abu dan air adalah 1:4, larutan tersebut selanjutnya diaduk selama 30 menit kemudian dibiarkan hingga semua abu terendapkan. Larutan hasil ekstrak diperoleh dengan memisahkan endapan abu dari larutan, kemudian larutan tersebut dianalisa kandungan kaliumnya dan disiapkan sebagai larutan pemasak. Dilakukan prehidrolisa yang bertujuan untuk mempercepat penghilangan hemiselulosa dalam bahan baku, menggunakan larutan pemasak dari ekstrak abu TKS. Kondisi prehidrolisa adalah pada temperatur 100⁰C, rasio bahan baku terhadap larutan pemasak 1:6 dan waktu prehidrolisa selama 1 jam. Setelah prehidrolisa, filtratnya dikeluarkan (ditiriskan) dan selanjutnya dilakukan pemasakan terhadap residu. Proses selanjutnya pemasakan (*cooking*) terhadap residu yang diperoleh dimana kondisi operasi yang digunakan adalah kondisi optimum yang didapatkan dari penelitian

sebelumnya yaitu waktu pemasakan 30 menit, nisbah padatan larutan 1:4 dan temperatur pemasakan 85⁰C, dengan ukuran partikel pelepah sawit yang tetap yaitu 1-2 cm. Pulp larut (*dissolving pulp*) yang diperoleh akan dianalisa komponen kimianya antara lain kadar air dan kemurnian sellulosa alfa dengan menggunakan SNI 87-7070-2005 dan SNI 0444-2-2009.

4.3. Produksi Enzim Xilanase

Produksi Enzim Xilanase, menggunakan media *Trichoderma asperellum* T.N.J63 dan T.N.C52, *Trichoderma* sp. Isolat tanaman kelapa sawit yang telah dishaker selama 2 hari diletakkan dalam kulkas pada suhu 4⁰C selama 1 jam. Setelah 1 jam, enzim dipisahkan dari jamur dengan cara *disentrifuge* dalam keadaan dingin dengan kecepatan 9500 rpm selama 10 menit. Supernatan divakum, disaring dengan *filter glass fiber (Whatman GF/C)* dan disterilisasi dengan *Corning sterile syringe filter* 0,45 µm. Enzim yang dihasilkan tambahkan dengan NaN₃ 0.02 % dan disimpan di freezer. Kemudian enzim xilanase yang diperoleh dilakukan analisa aktivitas sesuai prosedur yang telah ditentukan. (Prosedur Pembuatan Media padat PDA, Peremajaan *Trichoderma s.p*, Pembuatan Media Kentang Xilan Cair (KXC), Penentuan jumlah spora (konidia), Inokulasi Jamur ke Media Produksi, Analisis Aktivitas Enzim xilanase di **Lampiran C**)

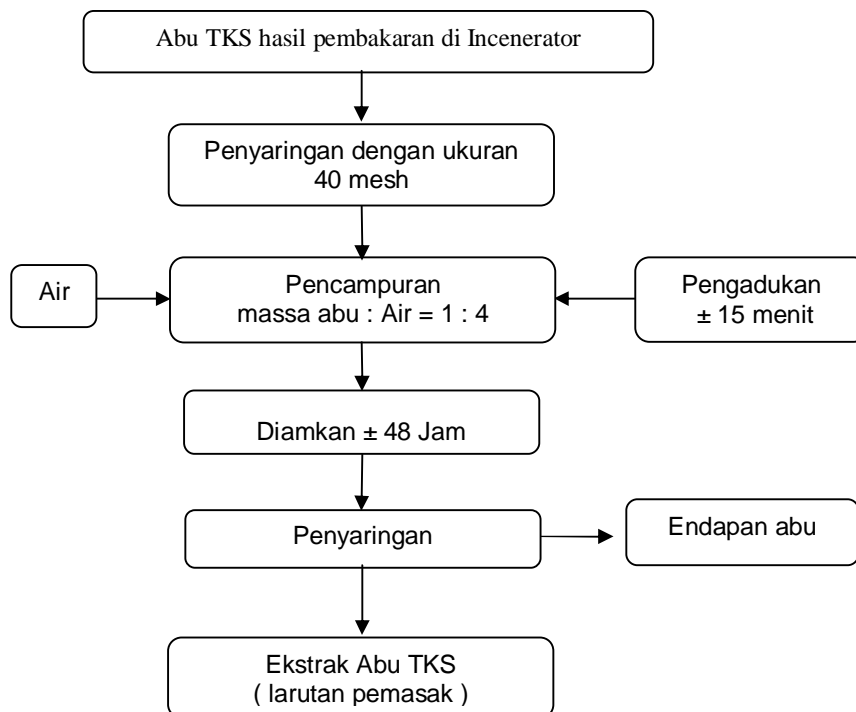
4.4. Proses *Bleaching* Menggunakan Enzim Xilanase

Proses *bleaching* dilakukan dengan menimbang pulp basah (80% air) sebanyak 137,4 gram (40 gram kering) dicampur dengan 600 ml aquadest dimasukkan dalam kantung plastik dipanaskan dalam *waterbath*. Setelah suhu mencapai 63⁰ C, kantung plastik diambil kemudian ditambah enzim xilanase sebanyak 4% dari pulp kering dan aquadest sehingga mencapai konsistensi 5%, dicampur hingga sempurna kemudian dimasukkan kedalam *waterbath*. Kondisi *bleaching* dengan enzim xilanase dilakukan pada kisaran suhu antara 60⁰ C hingga 80⁰ C selama 3 jam hingga 5 jam (Dence and Reeve, 1996). Hal yang sama dilakukan pada berbagai kadar enzim xilanase (0%, 2%, 4% dan 6%) serta waktu (3 jam, 4 jam, dan 5 jam) dan pH (8 sampai 12). Pada akhir

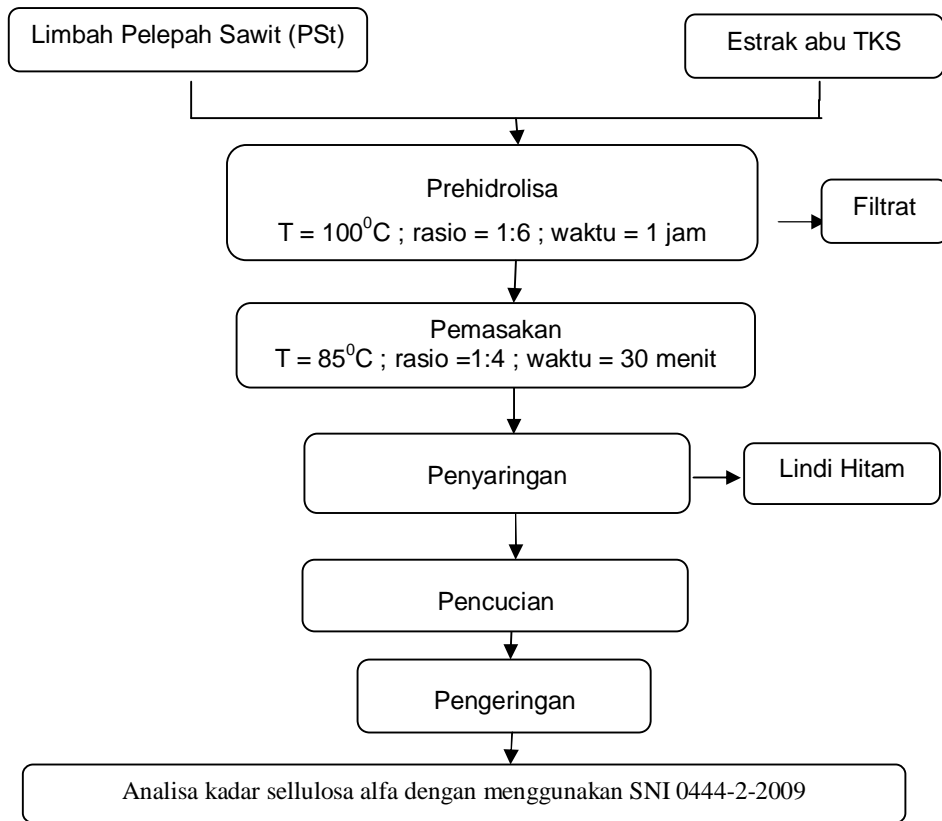
proses dilakukan analisa terhadap komponen kimianya (sellulosa alfa dengan menggunakan SNI 0444-2- 2009).

4.5. Proses Nitration

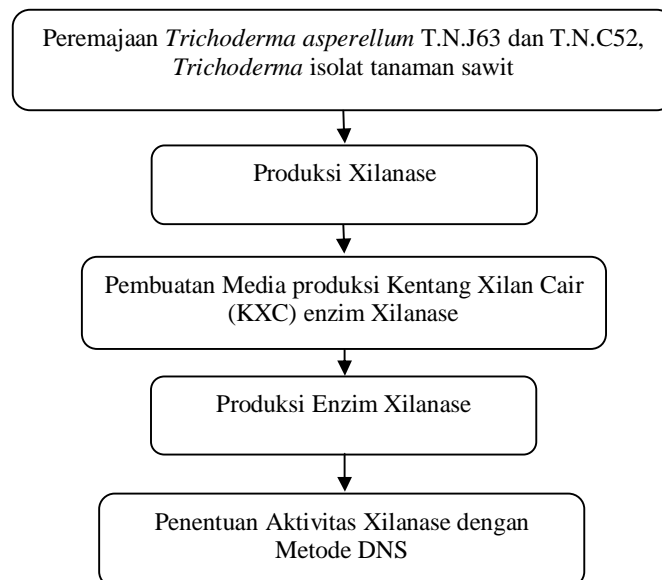
Produksi nitrosellulosa dilakukan dengan mereaksikan sellulosa hasil *bleaching* dengan asam nitrating (HNO_3 dan H_2SO_4) dengan kondisi rasio bahan baku/asam nitrat 1:2 sampai dengan 1:4, waktu nitration 45 menit sampai dengan 75 menit, serta temperatur nitration 60°C sampai dengan 105°C sedangkan pengadukan diambil sebagai variabel tetap. Setelah selesai reaksi bahan dikeluarkan dari nitrator dan dimasukkan dalam *sentrifuge* untuk memisahkan nitrosellulosa yang terbentuk dari asam nitrating (HNO_3 dan H_2SO_4). Asam yang sudah terpisah di *recycle* untuk digunakan dalam proses nitration kembali. Tahap selanjutnya adalah pra tahap stabilisasi dimana nitrosellulosa dicuci dengan air dingin untuk memisahkan sisa asam yang tertinggal di serat. Selanjutnya residu hasil nitration dianalisa kadar nitrogennya dengan metode TAPPI dan menggunakan kurva FTIR. Bagan proses hidrolisis, bleaching dan nitration terdapat pada Gambar 5,6,7 dan 8.



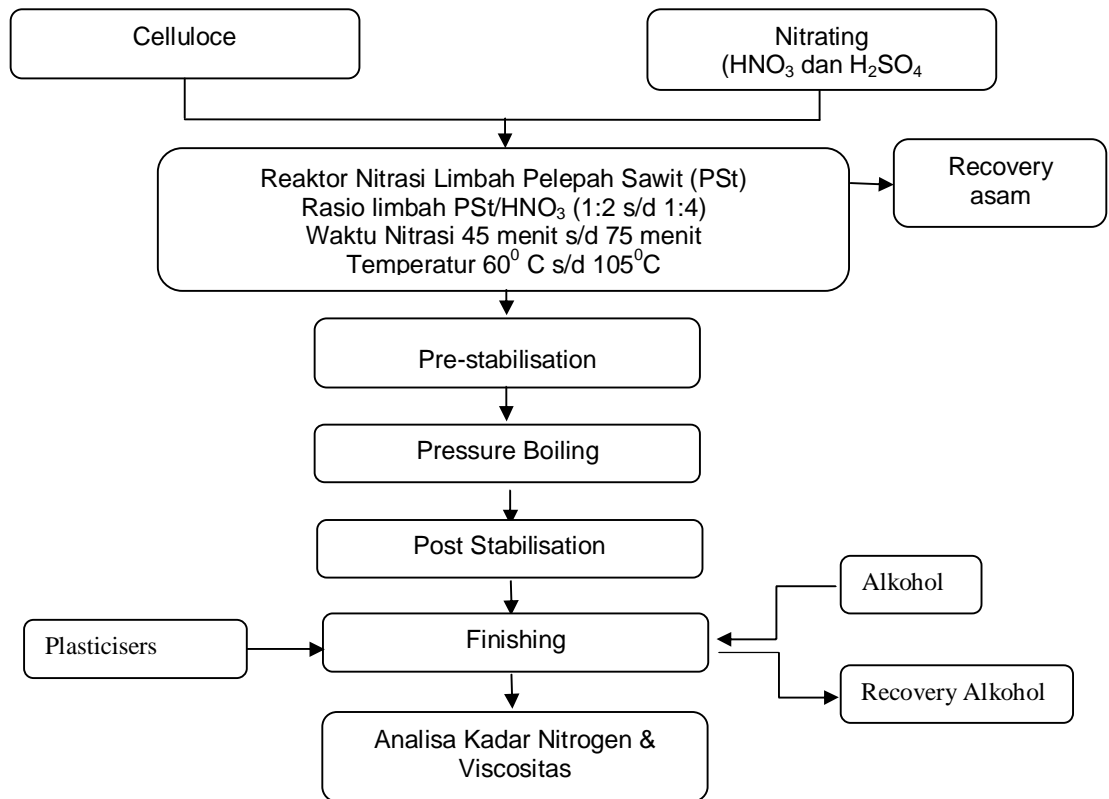
Gambar 5. Diagram alir pembuatan Ekstrak abu TKS



Gambar 6. Diagram alir hidrolisis pelepah sawit



Gambar 7. Diagram alir pembuatan enzim xilanase



Gambar 8. Diagram alir Nitrasi Limbah Pelepah Sawit (PSt) menjadi Nitrosellulosa (NC)

V. HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Bahan Baku

Bahan baku yang digunakan adalah pelepah sawit, pelepah sawit dilakukan analisa kimia yang meliputi penentuan kadar air, kadar lignin, kadar holosellulosa, kadar selulosa α , dan kadar hemisellulosa. Hasilnya disajikan pada Tabel 1. Data yang diperoleh sebagian besar sesuai data dari Fengel dan Wegener (1995) untuk kayu tropis. Oleh karena komponen terbesar limbah pelepah sawit ini adalah selulosa, oleh karena itu limbah pelepah sawit ini berpotensi untuk dikonversikan menjadi nitroselulosa.

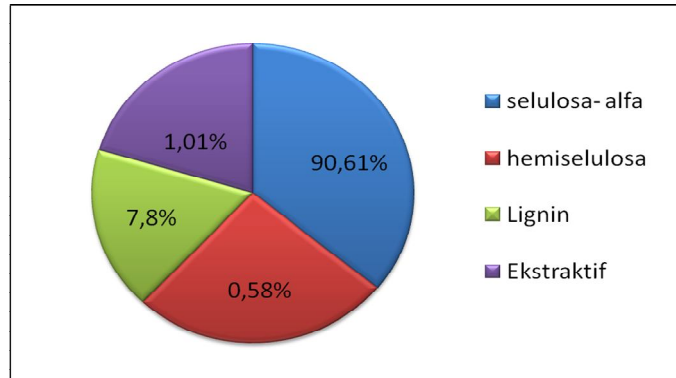
Tabel 1. Hasil analisa komponen kimia limbah pelepah sawit

No	Parameter	Hasil Uji (%)	
		Komposisi	Metoda Uji
1	Kadar Air	8,89	SNI 14-7070-2005
2	Kadar Lignin	19,87	SNI 14-0492-1990
3	Kadar Holosellulosa	70,60	SNI 01-1303-1989
4	Kadar Selulosa - α	34,89	In House methods
5	Kadar Pentosan	27,14	SNI 01-1561-1989

Sumber: Padil,dkk, 2012

5.2 Proses Hidrolisis

Hasil analisa komponen kimia bahan baku pelepah sawit menunjukkan bahwa kadar selulosa- α pelepah sawit sekitar 35%. Setelah dilakukan proses hidrolisis menggunakan larutan pemasak ekstrak abu TKS, diperoleh kadar selulosa 90,61% . Hasil analisa komponen kimia pelepah sawit setelah hidrolisis ditampilkan pada Gambar 9.

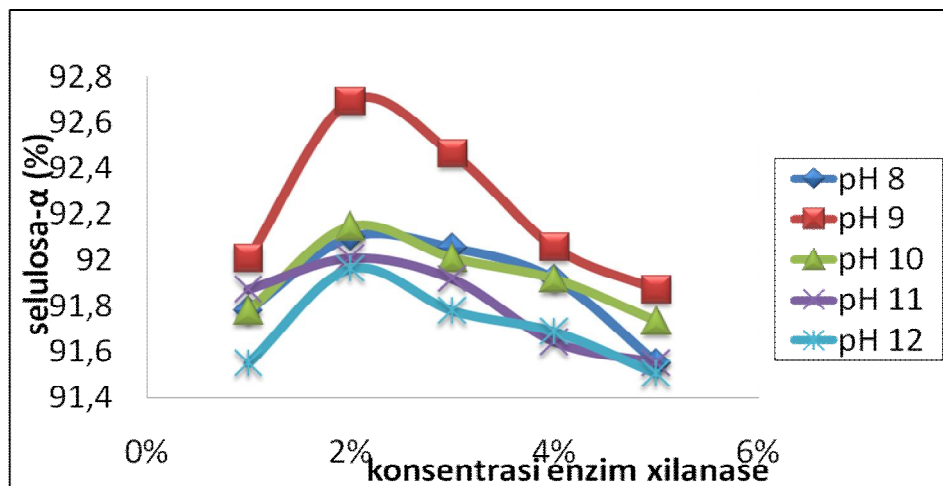


Gambar 9. Komposisi pelepah sawit setelah proses hidrolisis

Kadar selulosa pelepah sawit 90,61% hasil hidrolisis, belum memenuhi syarat untuk memproduksi nitroselulosa sebagai bahan baku pembuatan propelan atau bahan peledak. Kadar selulosa- α yang dibutuhkan untuk bahan baku nitroselulosa harus lebih besar dari 92%, sehingga perlu dilakukan proses *bleaching*.

5.3 Proses *Bleaching*

Hasil dari proses *bleaching* menggunakan enzim xilanase dengan memvariasikan konsentrasi enzim xilanase pada berbagai pH ditampilkan pada Gambar 10. berikut.



Gambar 10. Pengaruh konsentrasi enzim xilanase pada berbagai pH

Dari Gambar 10. terlihat bahwa variasi konsentrasi enzim xilanase sebagai *bleaching agent* memberikan pengaruh berupa peningkatan kadar selulosa – α pelepah sawit. Hal ini disebabkan karena semakin besar konsentrasi enzim xilanase maka semakin banyak pula ion oksidator dalam proses *bleaching*, sehingga mengakibatkan semakin banyak oksidator yang dapat memutus ikatan $C\alpha-C\beta$ molekul lignin sisa dalam pulp menjadi *veratryl alcohol*. Terlihat bahwa kenaikan konsentrasi enzim xilanase akan meningkatkan kadar selulosa- α , tetapi ketika konsentrasi enzim xilanase 3% kadar selulosa mengalami penurunan. Hal ini terjadi karena selulosa- α akan terdegradasi menjadi molekul yang lebih sederhana seperti selulosa- β atau selulosa- γ yang dapat menurunkan nilai kadar selulosa- α nya, hal ini sejalan dengan penelitian yang dilakukan oleh [Jayanudin, 2010]. Kadar selulosa - α yang tertinggi dicapai pada konsentrasi enzim xilanase 2% yaitu sebesar 92,7%.

Hasil penelitian untuk pH optimum, menunjukkan aktivitas enzim xilanase meningkat dengan meningkatnya pH sampai pH 9, kemudian pada pH yang lebih tinggi aktivitasnya menurun. Aktivitas enzim xilanase pada pH 8 adalah 92,08%, 92,10% pada pH 10, 91,9% pada pH 11, dan 91,83% pada pH 12, kemudian aktivitas xilanase mengalami penurunan yang tajam (Gambar 10). Kondisi pH optimum dibutuhkan oleh enzim untuk mengaktifkan seluruh enzim yang mengikat substrat dan mengubahnya menjadi produk. Hasil ini hampir sama dengan hasil penelitian Nakamura *et al.* (1994), pada xilanase dari isolat *Bacillus* sp. TAR-I alkalofilik dan termofilik yang memperlihatkan aktivitas xilanase pada kisaran pH 5-9,5 dan optimum pada pH 9 dan menunjukkan penurunan drastis pada pH 10 dan 11. Semua xilanase dari bakteri alkalofilik menunjukkan aktivitas dekat titik pH netral, meskipun aktivitas tertinggi di daerah basa.

VI. KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh beberapa kesimpulan yaitu

1. Kadar selulosa- α limbah pelepah sawit adalah 34,89 %, setelah proses hidrolisis kadar selulosa- α meningkat sampai 90,61%
2. Kondisi optimum proses bleaching menggunakan enzim xilanase yaitu konsentrasi enzim xilanase 2% dan pH *bleaching* 9 dengan kemurnian selulosa - α mencapai 92,70%.

6.2 Saran

Setelah proses hidrolisis, kadar selulosa- α pelepah sawit meningkat sampai 90%. Disarankan untuk menghitung kinetika reaksi pada proses hidrolisis tersebut dan menentukan faktor-faktor yang dapat meningkatkan laju reaksi hidrolisis limbah pelepah sawit.

DAFTAR PUSTAKA

- Asri.,S. 2009, *Bleaching Pulp* Dengan Menggunakan Hidrogen Peroksida, Laporan Skripsi Mahasiswa, Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau.
- Blomquist.,H.R, dan Gilbert.AZ, 2005, Nitrocellulose gas Generating Material for A Vehicle Occupant Protection Apparatus, US Patent No. 6.680.208.B2
- Bourbonnais, R., M.G. Paice, B. Freiermuth, E. Bodie, and S. Borneman. 1997. Reactives of various mediators and laccases with kraft pulp and lignin model compounds. *Appl. Environ. Microbiol.* 63:4632
- Byrd, M. Hurter, R.W. (2005) Simplified Pulping and Bleaching of Corn Stalk [Internet], Canada, Dept. of Wood & Paper Science, NC State University. Available from:<www.hurterconsult.com/HTMLobj-1008/> [Accessed 12 Agustus 2006].
- Coughlan, M.P. and G.P. Hazlewood. 1993. β -1,4-D-Xylan-degrading enzyme systems: Biochemistry, molecular biology, and applications. *Biotechnol. Appl. Biochem.* 17:259-289
- Daneault, C., C. Leduc, and J.L. Valade. 1994. The use of xylanase in kraft pulp bleaching. *In Sunna and Antranikian (Eds). Xylanolytic Enzymes from Fungi and Bacteria. Crit. Rev. in Biotechnol.* 17(1):39-67
- Darnoko,Guritno,P.,Erwinsyah, Pratiwi.W., 2001, Pemanfaatan Pelepah Kelapa Sawit Untuk Pembuatan Pulp dan Kertas Sobek, *Jurnal Pusat Penelitian Kelapa Sawit* vol 9 No 2 dan 3.
- Der.V.E.,2008, Process for Obtaining Nitrocellulose, Process for Nitrating Wood Cellulose to Obtain Nitrocellulose and Nitrocellulose obtain from such proses Internasional Publication Number WO 2008/070945 A2
- Dence, C.W., and Reeve D.W., 1996, *Pulp Bleaching Principle and Practice*, Tappi Perss, Atlanta,Page 349-415.
- Dung, N.V., S. Vetayasuporn, Y. Kamio, N. Abe, J. Kaneko, and K. Izaki. 1993. Purification and proper2002 N. RICHANA: Produksi dan Prospek Enzim Xilanase 35 ties of β -1,4 xylanase 2 and 3 from *Aeromonas caviae* W-61. *Biosci. Biotech. Biochem.* 57(10):1708-1712.

- Fermi.M.I, 2005, Organosolv Pulping Pelepah Sawit Dengan Pelarut Asam Formiat, Laporan Penelitian Research Grant Program Semique V, Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau.
- Fuadi.A.M., dan Sulistya.H.,2008, Pemutihan Pulp Dengan Hidrogen Peroksida, Jurnal Reaktor Vol 12 No 2, Hal 123-128.
- Hosokawa, J. Matsuo, R. Kamishima, H. Akamatsu, I. Bin Husin, M. Bin Miswan, O. Ramli, R. O. (1989) Chemithermomechanical Pulping of Oil Palm Fronds Using Bunch Ash Extract as Chemicals. *Appita*, Vol. 42 (No. 6), pp.429-432.
- Irawadi, T.T., H.S. Rukmini, dan I. Mapiliandari. 1992. Teknik pemurnian selulase. Pusat Antar Universitas Bioteknologi, Institut Pertanian Bogor
- Kamishima, H. Hosokawa, J. Akamatsu, I. Satoh, T. Bin Hassan, K. Bin Ramli,R. Bin Husin, M. Hassan, D. H. A. H. (1994) Development of Chemithermomechanical Pulping Process of Oil Palm Fronds. *Mokuzai Gakkaishi*, Vol. 40 (No. 7), pp.777-782.
- Kemenristek RI, 2006, Penelitian, Pengembangan dan Penerapan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bidang Pertahanan dan Keamanan, Buku Putih Indonesia 2005-2025,
- Kubata, K.B., H. Horitsu, K. Kawai, K. Takamizawa, and T. Suzuki. 1992. Xylanase I of *Aeromonas caviae* ME-1 Isolated from the intestine of a herbivorous Insect (*Samia cyrithia pryeri*) Bioschi. *Biotech. Biochem* 56(9):1463-1464
- Lee, S.F, C.W. Forsberg, and L.N. Gibbins. 1985. Xylanolytic activity of *Clostridium acetobutylicum*. *Appl. and Environ. Microbiol.* 50(4):1068-1076
- Nakamura, S., K. Wakabayashi, R. Nakai, R. Aono, and K. Horikoshi, 1994. Purification and some properties of an alkaline xylanase from alkaliophilic *Bacillus* sp. Strains 41M1. *Appl. and Environ. Microbiol.* 59(7): 2311-2316
- Padil, 2006 , “Potensi Limbah Padat Sawit Sebagai Sumber Energi Alternatif”, Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Teknologi Oleokimia dan Petrokimia Indonesia 2006, Fakultas Teknik Universitas Riau Pekanbaru

- Padil dan Yelmida, 2009, "Produksi Nitroselulosa Sebagai Bahan Baku Pembuatan Propellan Yang Berbasis Limbah Padat Sawit", Laporan Penelitian Hibah Kompetitif Penelitian Sesuai Prioritas Nasional, Lembaga Penelitian Universitas Riau.
- Padil, 2010, "Proses Pembuatan Nitroselulosa Berbahan Baku Biomasa Sawit", Seminar Nasional Fakultas Teknik Universitas Riau, Hotel Pangeran Pekanbaru, 29-30 Juni 2010.
- Park Y.S., D.Y. Yum, D.H. Bai, and J.H. Yu. 1992. *Xylanase from alkalophilic Bacillus sp. YC-335*. Biosci. Biotech. Biochem. 56(8):1355-1356
- Pourmortazavi.S.M.,S.G. Hosseini, M. Rahimi-Nasrabadi, S.S. Hajimirsadeghi, H.2009,Momenian Effect of nitrate content on thermal decomposition of nitrocellulose Journal of Hazardous Materials Contents lists available at ScienceDirect.
- Puspita.F., ,Yetti Elfina, 2007, Identifikasi Isolat Jamur Trichoderma Lokal Riau dan Potensinya Sebagai Biofungisida dalam Pengendalian Penyakit Damping-off pada Tanaman Cabai Journal Sagu Volume 2.
- Puspita.F.,., 2008, *Application Various Dosage Trichoderma pseudokoningii to Control Ganoderma boninense Fungi Caused Basal Stem Rot in Palm Oil in the Per-Nursery. Proceeding Internatinal Seminar and the 20th National Congress of Indonesian Pjytopathological Society*
- Rahmad.A., Wirayuda.,J., Junia, Hermanto, 2010, Produksi Nitroselulosa Dari Reject Pulp Sebagai Bahan Baku Pembuatan Propellan, Proposal Penelitian PKMP DP2M Dikti
- Richana, N., P. Lestari, A. Thontowi, dan Rosmimik. 2000. Seleksi isolat bakteri lokal penghasil xilanase. J. Mikrobiologi Indonesia 5(2):54-56
- Richana, N. 2002. Produksi dan Prospek Enzim Xilanase dalam Pengembangan Bioindustri di Indonesia. *Buletin Agrobio*. 5(1) : 29-36.
- Ruiz-Arribas, A., J.M. Fernandez- Abalos, P. Sanches, A.L. Gardu, and R.I. Santamaria. 1995. Over production, purification, and biochemical characterization of xylanase I (xys 1) from *Streptomyces halstedii* JM8. *Appl. and Environ. Microbiol.* 61(6):2414-2419

- Snell, R. Mott, L. Suleman, A. Sule, A. Mayhead, G. (2004) Potassium-Based Pulping Regimes For Oil Palm Empty Fruit Bunch Material [Internet], Bangor, Biocomposite Center. Availablefrom: <www.bc.bangor.ac.uk/_03_research/research4_pulp_paper.htm> [Accessed 12 Agustus 2006].
- Song,.C, Hu,.H, Wang,.G, dan Chen,.G. 2000. *Liquefaction of Biomass with Water in Sub – and Supercritical States*. Scientific Research Fund For Doctoral Award Unit In Chines University
- Susanto, H., Budhi, W., 1997, “Pemanfaatan Tandan Kosong Sawit Sebagai Sumber Energi Alternatif Melalui Proses Gasifikasi”, Prosiding Pertemuan Teknis Kelapa Sawit, hal 41-53, Medan
- Tarmansyah.S.U 2007, Pemanfaatan Serat Rami Untuk Pembuatan Sellulosa, Puslitbang Indhan balitbang Depertemen Pertahanan dan Keamanan Republik Indonesia, Jakarta.
- Ulia.H., 2008, Alternatif Penggunaan Hidrogen Peroksida Pada Tahap Akhir Proses Pemutihan Pulp, Master Thesis, Chemical Engineering, Universitas Sumatra Utara.
- Viikari, L., J. Sundquist, and A. Kantelinen. 1991. Xylanase enzymes promote pulp bleaching. *Paper Timber* 73:384-389.
- Viikari, L., A. Kantelinen, J. Sundquist, and M. Linko. 1994. Xylanases in bleaching from an idea to industry. *FEMS Microbiol. Rev.* 13:335-350
- Yang, J.L., G. Lu, and K.E.L. Erickson. 1992. The impact of xylanase on bleaching of kraft pulps. *Tappi J.* 75:95-101
- Zulferiyenni dan Hidayati.,S.,2003, Penggunaan Parasetat Untuk Pemutihan Pulp Dari Kertas Bekas, Laporan Penelitian, Fakultas Pertanian Universitas Lampung.