

Study on Lignin Isolation from Oil Palm Empty Fruit Bunches

Nurchahyo Iman Prakoso^a, Suryo Purwono^b, Rocmadi^b

^a Progran Studi Kimia, Universitas Islam Indonesia

^b Jurusan Teknik Kimia, Universitas Gadjah Mada

Email: nurcahyo.ip@uii.ac.id

ABSTRAK

Telah dilakukan studi tentang isolasi lignin dari tandan kosong kelapa sawit dengan metode *batch*. Diharapkan melalui studi ini dapat memperoleh metode isolasi lignin yang optimal. Studi yang dilakukan meliputi optimasi suhu reaksi, rasio massa NaOH terhadap pelarut, rasio serabut terhadap pelarut, dan waktu reaksi. Dari semua perlakuan, didapatkan bahwa suhu reaksi, tekanan, konsentrasi NaOH, rasio serabut terhadap pelarut dan waktu reaksi optimum berturut-turut yaitu, 170 °C, 15 atm, 1% (b/v), 9% (b/v), dan reaksi dilakukan selama 5 jam.

Kata Kunci : lignin, isolasi, tandan kosong kelapa sawit.

ABSTRACT

Study on lignin isolation from oil palm empty fruit bunches have been done by using *batch* method. The optimum lignin isolation method was achieved through this study. The study was conducted on the optimization of reaction temperature, mass ratio of NaOH to the solvent, the ratio of fibers to solvents, and reaction time. Of all the treatments, it was found that the reaction optimum temperature, system pressure, concentration of NaOH, the ratio of fibers to solvents and reaction time respectively, 170 °C, 15 atm, 1% (w/v), 9% (w/v), and the reaction was carried out for 5 hours.

Keyword: lignin, isolation, oil palm empty fruit bunches

Pendahuluan

Menurut Cakrabawa dan Nuryati pada tahun 2014, rata-rata pertumbuhan produktivitas kelapa sawit Indonesia mengalami peningkatan dimana produktivitas tertinggi dicapai pada tahun 2013 sebesar 3,85 ton/ha. Industri ini merupakan sektor ekspor pertanian yang paling tinggi nilainya (World Growth, 2011).

Ekspor-impor kelapa sawit Indonesia dilakukan dalam wujud minyak sawit dan perkembangan volume

ekspornya cenderung terus meningkat. Hal tersebut berpengaruh secara langsung pada limbah padat yang dihasilkan industri minyak kelapa sawit yaitu tandan kosong kelapa sawit (TKKS) (Dirjen Perkebunan, 2005).

Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) merupakan limbah industri *Crude Palm Oil* (CPO) yang sangat melimpah. Ketersediaan TKKS sangat menjanjikan bila ditinjau dari jumlah rata-rata nisbah produksi TKKS terhadap tandan buah segar dimana rerata produksi tandan

kosong kelapa sawit adalah berkisar 22% hingga 24% dari total berat tandan buah segar (Arif, 2012).

Sampai saat ini, TKKS secara umum baru dimanfaatkan sebagai bahan baku pupuk kompos dan mulsa di kebun (Simatupang *et al.*, 2012). Pemanfaatan TKKS terkesan minimal bila melihat potensi dari kandungan lignoselulosa TKKS yang cukup tinggi. Kandungan TKKS meliputi selulosa (41-46,5%), hemiselulosa (25,3-33,8 %), dan lignin (27,6-32,5%) (Suriyani, 2009).

Kandungan TKKS yang dapat dimaksimalkan pemanfaatannya adalah lignin. Lignin dapat dimanfaatkan sebagai bahan perekat, pengikat, dispersan, surfaktan, produk polimer, dan sumber bahan kimia lainnya (Fenger dan Wegener, 1995).

Lignin dapat dimanfaatkan sebagai sumber bahan kimia karena lignin mempunyai gugus aktif yang dapat direaksikan dengan gugus lain sehingga menghasilkan senyawa baru. Secara umum lignin tersusun atas unit guaiasil, siringil, parahidroksil propana, -OH, dan beberapa gugus aldehida ujung dalam rantai samping (Sarkanen *et al.*, 1980).

Melihat dari banyaknya manfaat lignin, maka beberapa peneliti mulai

melakukan penelitian dalam bidang isolasi lignin dari bahan baku kayu dan lain-lain.

Simatupang *et al.* (2012) mengisolasi lignin dari TKKS dengan menggunakan digester pada suhu 170 °C. Rendemen lignin yang diperoleh yaitu 16,42% dengan perlakuan pemasakan 2 jam dengan penambahan NaOH 20% dan proses pengenceran lindi hitam 1:2. Dalam penelitian ini pula, sebelum pemasakan dilakukan ekstraksi menggunakan benzena : etanol 96% dengan perbandingan 2:1 untuk menghilangkan zat ekstraktif.

Rambe *et al.* (2013) juga mencoba untuk melakukan studi isolasi lignin dengan melakukan variasi konsentrasi NaOH. Rendemen terbesar (16,42%) didapatkan pada penggunaan NaOH dengan konsentrasi 20%. Hal ini tidak jauh berbeda dengan apa yang sudah dikemukakan oleh Simatupang *et al.* (2012).

Proses isolasi yang dilakukan oleh Simatupang *et al.* (2012) dan Rambe *et al.* (2013) ini sangatlah panjang dan cukup berbahaya karena harus didahului ekstraksi menggunakan benzena yang merupakan senyawa beracun. Selain itu, pada penelitian tersebut terlalu banyak menggunakan NaOH yaitu dengan konsentrasi sebesar 20% pada proses

delignifikasi sehingga dalam proses netralisasi akan membutuhkan asam yang cukup banyak.

Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dilakukan proses isolasi lignin atau dikenal dengan proses delignifikasi dengan menggunakan sistem autoklaf dimana NaOH yang digunakan seminimal mungkin dan tanpa didahului proses ekstraksi menggunakan kombinasi antara benzena dan etanol. Penelitian dilakukan untuk mengetahui kondisi optimum reaksi untuk menghasilkan rendemen terbaik.

Tujuan Penelitian

Tujuan yang akan dicapai dalam penelitian ini yaitu menentukan kondisi optimum pada proses isolasi lignin yang meliputi suhu, tekanan, konsentrasi NaOH, rasio TKKS dengan pelarut dan waktu reaksi.

Metode Penelitian

Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini yaitu seperangkat alas gelas, seperangkat autoklaf kapasitas 2 L, pH meter, *shredder*, penyaring Buchner, kertas saring Whatman-42, oven, spektrometer infra merah (IR, Shimadzu Prestige-21) dan *magnetic stirrer*.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah serabut TKKS, NaOH (pa), etanol teknis 96%, akuades, dan H₂SO₄ 10%.

Cara Kerja

Preparasi Sampel

Sebanyak 100 gram serabut TKKS dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100 °C kemudian dihancurkan menggunakan *shredder* menjadi ukuran 10 mesh. Sampel kemudian ditambahkan akuades 1 L dan dipanaskan pada suhu 100 °C selama 2 jam. Kemudian sampel difiltrasi dan dikeringkan sehingga siap digunakan.

Penentuan suhu dan tekanan optimum

Sebanyak 100 gram serbuk TKKS 10 mesh dimasukkan ke dalam autoklaf dan ditambahkan 1 L larutan 2% NaOH dalam akuadest : etanol 96% 1:1. Sistem dipanaskan selama 5 jam dengan variasi suhu 160, 170 dan 180 °C dimana masing-masing memiliki tekanan terukur secara berturut-turut 13, 15 dan 16 atmosfer. Sampel disaring dan diambil larutan lindi hitam yang terbentuk. Pada larutan lindi hitam dilakukan pengasaman menggunakan H₂SO₄ 10% sampai pH 2. Campuran kemudian didiamkan selama 8 jam sampai terbentuk padatan. Padatan

(lignin) yang terbentuk kemudian disaring menggunakan whatman 42 dan dipanaskan menggunakan oven pada suhu 60 °C. Padatan lignin dari setiap variasi suhu dianalisis menggunakan spektrometer infra merah, ditimbang dan dihitung rendemennya untuk menentukan suhu dan tekanan optimum.

Penentuan konsentrasi NaOH optimum dalam 1L pelarut etanol/akuades 1:1

Sebanyak 100 gram serbuk TKKS 10 mesh dimasukkan ke dalam autoklaf dan ditambahkan 1 L larutan NaOH dalam akuadest : etanol 96% 1:1 dengan variasi konsentrasi masing-masing 1%, 2%, 3% dan 4% (b/v). Sistem dipanaskan selama 5 jam pada suhu dan tekanan optimum. Larutan lindi hitam yang terbentuk kemudian disaring dan diasamkan seperti perlakuan sebelumnya sampai didapatkan lignin. Padatan lignin dari setiap variasi konsentrasi dianalisis menggunakan spektrometer infra merah, ditimbang dan dihitung rendemennya untuk menentukan konsentrasi NaOH optimum.

Penentuan rasio serbuk TKKS dengan pelarut

Sebanyak 70, 80, 90 dan 100 gram serbuk TKKS 10 mesh dimasukkan ke dalam autoklaf dan ditambahkan 1 L larutan NaOH dalam akuadest : etanol 96%

1:1 sesuai dengan konsentrasi optimum. Sistem dipanaskan selama 5 jam dengan suhu dan tekanan optimum. Larutan lindi hitam yang terbentuk disaring dan diasamkan seperti perlakuan sebelumnya sampai didapatkan lignin. Padatan lignin dari setiap variasi rasio TKKS/pelarut dianalisis menggunakan spektrometer infra merah, ditimbang dan dihitung rendemennya untuk menentukan rasio TKKS/pelarut (b/v) yang optimum.

Penentuan waktu reaksi optimum

Sebanyak 90 gram serbuk TKKS 10 mesh dimasukkan ke dalam autoklaf dan ditambahkan 1 L larutan NaOH dalam akuadest : etanol 96% 1:1 sesuai dengan konsentrasi optimum. Sistem dipanaskan pada variasi waktu reaksi 1, 2, 3, 4 dan 5 jam dengan suhu dan tekanan optimum. Larutan lindi hitam yang terbentuk kemudian disaring dan diasamkan seperti dengan perlakuan sebelumnya. Padatan lignin dari setiap variasi waktu reaksi dianalisis menggunakan spektrometer infra merah, ditimbang dan dihitung rendemennya untuk menentukan waktu reaksi yang optimum.

Pembahasan

Penelitian ini bersifat eksploratif dimana nantinya akan didapatkan hasil akhir berupa kondisi optimum reaksi

isolasi lignin atau delignifikasi. Reaksi delignifikasi merupakan reaksi yang sudah umum dilakukan terutama di industri pembuatan kertas.

Dari sekian banyak variasi kondisi yang dilakukan, rendemen tertinggi dari proses isolasi lignin adalah 14,1%. Angka ini merupakan nilai perbandingan antara berat kering lignin dengan berat serbuk TKKS. Sementara itu, rendemen lignin terendah adalah 7,31% pada isolat lignin

dengan perlakuan delignifikasi selama 5 jam dengan penambahan NaOH 2% dan pada suhu reaksi 180 °C dimana rasio antara TKKS dengan pelarut sebesar 10%. Sedangkan nilai rendemen lignin tertinggi adalah 14,1% pada isolat lignin dengan perlakuan delignifikasi selama 5 jam dengan penambahan NaOH 1% dan pada suhu reaksi 170 °C dimana rasio antara TKKS dengan pelarut sebesar 9%.

Tabel 1. Hasil isolasi lignin dengan variasi suhu reaksi delignifikasi

Serbuk TKKS (g)	NaOH dalam pelarut (%b/v)	Waktu (jam)	Suhu (°C)	Tekanan (atm)	Lignin (%)
100	2	5	160	13	10
100	2	5	170	15	13
100	2	5	180	16	7,31

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa rendemen lignin tertinggi didapatkan pada suhu reaksi 170 °C dengan tekanan sistem yang terbaca sebesar 15 atm. Pada tahapan ini, massa serbuk TKKS, konsentrasi NaOH dan waktu reaksi dibuat konstan sehingga dapat terlihat jelas efek yang ditimbulkan dari perbedaan suhu dan tekanan reaksi. Selain itu, didapatkan informasi bahwa rendemen lignin menurun drastis pada suhu reaksi 180 °C. Hal ini dimungkinkan karena terjadinya degradasi senyawa lignin pada suhu dan tekanan tinggi.

Setelah didapatkan suhu dan tekanan optimum, dilakukan variasi konsentrasi NaOH (b/v) dalam sistem reaksi. Dalam hal ini beberapa parameter reaksi seperti massa serbuk TKKS, waktu reaksi, suhu dan tekanan reaksi dibuat konstan yaitu masing-masing 100 g, 5 jam 170 °C dan 15 atm. Massa NaOH yang dilarutkan dalam 1 L pelarut etanol : akuades (1:1) berturut-turut adalah 10 g (1% b/v), 20 g (2% b/v), 30 g (3% b/v) dan 40 g (4% b/v). Data dari proses ini disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil isolasi lignin dengan variasi konsentrasi NaOH

Serbuk TKKS (g)	NaOH dalam pelarut (%b/v)	Waktu (jam)	Suhu (°C)	Tekanan (atm)	Lignin (%)
100	1	5	170	15	13,6
100	2	5	170	15	13
100	3	5	170	15	9,24

Dari Tabel 2 diperoleh informasi bahwa pada variasi konsentrasi NaOH 1% didapatkan rendemen lignin tertinggi yaitu sebesar 13,6%. Semakin rendahnya konsentrasi NaOH yang digunakan ternyata membuat reaksi lebih efektif sehingga rendemen yang didapatkanpun meningkat.

Fenomena ini erat kaitannya dengan faktor pengenceran dari NaOH.

Simatupang *et al.* (2012) dalam penelitiannya menjelaskan bahwa semakin besar nilai pengenceran yang dilakukan maka rendemen lignin yang didapatkan semakin meningkat walaupun tetap terdapat batas nilai pengenceran optimum. Peningkatan konsentrasi NaOH berbanding lurus dengan semakin kecilnya angka pengenceran. Hal ini yang membuat rendemen lignin menurun.

Tabel 3. Hasil isolasi lignin dengan variasi rasio serabut TKKS dengan pelarut

Serbuk TKKS (g)	NaOH dalam pelarut (%b/v)	Waktu (jam)	Suhu (°C)	Tekanan (atm)	Lignin (%)
100	1	5	170	15	13,6
90	1	5	170	15	14,1
80	1	5	170	15	11
70	1	5	170	15	7,8

Pada Tabel 3 disajikan data variasi rasio serabut TKKS dengan pelarut etanol:akuades (1:1). Rendemen lignin tertinggi didapatkan pada perbandingan serabut TKKS dengan pelarut 9 : 100 (b/v) atau dengan kata lain 9% (b/v).

Secara umum semakin tinggi rasio antara serbuk TKKS dengan pelarut akan

meningkatkan rendemen lignin. Akan tetapi setelah mencapai rasio tertentu terjadi penurunan rendemen lignin. Hal ini terjadi pada rasio TKKS/pelarut sebesar 10% (b/v). Ini menandakan bahwa terdapat rasio optimum antara TKKS dengan pelarut yang dapat menghasilkan rendemen lignin yang optimal pula.

Tabel 4. Hasil isolasi lignin dengan variasi waktu reaksi

Serbuk TKKS (g)	NaOH dalam pelarut (%b/v)	Waktu (jam)	Suhu (°C)	Tekanan (atm)	Lignin (%)
90	1	2	170	15	8,8
90	1	3	170	15	11,7
90	1	4	170	15	13,5
90	1	5	170	15	14,1
90	1	6	170	15	13,3

Dari Tabel 4, diperoleh informasi waktu reaksi isolasi lignin yang optimum dimana dihasilkan rendemen lignin terbesar yaitu pada waktu reaksi 5 jam. Ini dikarenakan pada waktu reaksi 5 jam diperoleh rendemen lignin tertinggi yaitu sebesar 14,1%. Semakin lama waktu reaksi, semakin tinggi rendemen yang didapatkan walaupun terjadi penurunan setelah melewati waktu reaksi optimum.

Hal ini dapat terjadi dikarenakan kontak atau singgungan antara pelarut, NaOH dan serabut membutuhkan waktu yang cukup lama walaupun di dalam sistem telah diberikan sarana pemercepat seperti suhu yang tinggi dan pengaduk yang berputar konstan. Fenomena ini sungguh berbeda dengan hasil penelitian yang dikemukakan oleh Simatupang *et al.* (2012) dan Rambe *et al.* (2013) dimana hanya dibutuhkan waktu reaksi 2 jam.

Walaupun membutuhkan waktu reaksi yang lebih lama, namun dalam penelitian ini didapatkan fakta bahwa NaOH yang digunakan cukup sedikit atau

tidak mencapai 20%. Selain itu, dengan tidak melakukan proses ekstraksi di awal menggunakan benzena : etanol tidak terlalu mempengaruhi hasil rendemen yang didapatkan. Rendemen yang didapatkan tidak terlalu berbeda signifikan dengan metode yang dikembangkan oleh Simatupang *et al.* (2012) dan Rambe *et al.* (2013) karena hanya berselisih 2%.

Uji FT-IR Senyawa Lignin

Untuk mengetahui keberhasilan proses isolasi lignin maka harus dilakukan identifikasi gugus fungsi yang ada. Analisis ini dilakukan menggunakan spektrometer FT-IR yang mampu mengidentifikasi serapan-serapan khas untuk masing-masing gugus fungsi.

Menurut Hergert (1971), senyawa lignin secara umum diidentifikasi dengan munculnya beberapa gugus penyusun seperti serapan pada bilangan gelombang 3400-3450 cm^{-1} untuk regang OH, 2820-2940 cm^{-1} untuk regang C-H metil, 1600-1515 cm^{-1} untuk cincin aromatik, 1460-1470 cm^{-1} untuk regang C-H asimetri,

1330-1315 cm^{-1} untuk regang cincin stringil, 1270-1280 cm^{-1} untuk cincin guasil, 1030-1085 cm^{-1} untuk regang eter dan 850-875 cm^{-1} untuk C-H aromatik.

Berdasarkan spektra IR dan dengan membandingkan gugus senyawa lignin standar dengan lignin yang dihasilkan dari penelitian ini maka dapat dilihat bahwa terdapat kemiripan dan sangat relevan dengan gugus umum yang terdapat dalam lignin. Oleh karena itu dapat disimpulkan bahwa senyawa yang berhasil diisolasi merupakan lignin.

Tabel 5. Hasil analisis spektra IR lignin

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Standar Kisaran Pita Serapan (cm^{-1})
Uluran O-H	3425	3400-3450
Uluran C-H metil	2924 dan 2854	2820-2940
Cincin aromatis	1512 dan 1604	1505-1515 dan 1600-1610
C-H asimetri	1458	1450-1470
Cincin Siringil	1327	1315-1330
Cincin Guaiasil	1219	1270-1280
Uluran Eter	1033	1030-1085
C-H aromatis	840	850-875

Kesimpulan

Telah didapatkan kondisi optimum untuk proses isolasi lignin dari serbuk tandan kosong kelapa sawit. Reaksi dilakukan pada suhu reaksi 170 °C, pada tekanan 15 atmosfer dengan konsentrasi NaOH terhadap pelarut 1% (b/v), rasio serabut TKKS terhadap pelarut 9% (b/v), dan reaksi dilakukan selama 5 jam.

Pustaka

- Arif, Z., 2012, Respon Parking Bumper Bahan Komposit Polymeric Foam Diperkuat Serat Tandan Kosong Kelapa Sawit (Tkks) Akibat Beban Tekan Statik Dan Dinamik (Simulasi Numerik), *Tesis Master*, Universitas Sumatera Utara.
- Cakrabawa, D.N., dan Nuryati, L., 2014, *Outlook Komoditi Kelapa Sawit*, Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian Sekretariat Jenderal - Kementerian Pertanian, ISSN 1907-1507
- DirJen Perkebunan, 2005, *Statistika Perkelapa Sawitan Indonesia*, Departemen Pertanian, DirJen Perkebunan Indonesia, Jakarta.
- Fenger, D. dan Wegener, G., 1995, *Kayu : Kimia, Ultrastruktur, Reaksi-Reaksi*, Diterjemahkan oleh Sastrohamidjojo, H. Terjemahan dari : Wood : Chemical, Ultrastructure, Reactions. Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Hergert, H. L. 1971. *Infrared Spectra*. Willey Interscience, New York. 267-297.

- Rambe, M., Nata, A., dan Herlina, N., 2013, Pengaruh Katalis NaOH pada Proses Isolasi Lignin dari Tandan Kosong Kelapa Sawit, *Jurnal Teknik Kimia USU*, 2, 25-27.
- Sarkanen, K., V. S. Assiz and V. Chiang. 1980. *Organosolv Pulping. Semi annual Report I and II*. College of Forest Resources, Univ. of Washington, New York.
- Simatupang, H., Nata, A., dan Herlina, N., 2012, Studi Isolasi dan Rendemen Lignin Dari Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS), *Jurnal Teknik Kimia USU*, 1, 20-24.
- Suriyani, Y., 2009, Utilization of Biomass Waste Empty Fruit Bunch Fiber of Palm Oil for Bioethanol Production, Jakarta 4-5 Februari 2009 : *Research Workshop on Sustainable Biofuel* : 1-15.
- World Growth, 2011, *Manfaat Minyak Sawit Bagi Perekonomian Indonesia*, World Growth Arlington, VA 22203-3693