

Optimasi Proses *Bleaching* Selulosa Ampas Tebu dengan Menggunakan Metode Respon Permukaan

Processing Optimization of Cellulose Bleaching for Sugarcane Bagasse using Response Surface Method

Simping Yuliatun ¹⁾, Zalma Attaya ²⁾ dan Kiki Febrianto ²⁾

- 1) Pusat Penelitian Perkebunan Gula Indonesia, Pasuruan
2) Universitas Brawijaya, Malang

Alamat korespondensi, Email: simping7@gmail.com

ABSTRAK

Ampas tebu dapat dijadikan sebagai bahan baku produksi α -selulosa. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi NaOCl dan waktu pemanasan terhadap kandungan lignin pada sampel dengan parameter nilai bilangan kappa yang terkecil. Rancangan percobaan yang digunakan adalah rancangan *Central Composite Design* (CCD) dengan 2 faktor yaitu konsentrasi NaOCl (3%, 4%, 5%) dan waktu pemanasan (60 menit, 120 menit, 180 menit) menggunakan fitur *assistant* pada aplikasi minitab 19 sehingga diperoleh 18 satuan percobaan. Data dianalisis dengan menggunakan *Response Surface Method* (RSM) untuk menentukan perlakuan terbaik. Hasil penelitian menunjukkan bahwa perlakuan *bleaching* optimum diperoleh dengan variasi konsentrasi NaOCl 5% dan waktu pemanasan selama 123,03 menit dengan nilai *bilangan kappa* 15,11 dan kadar lignin 3,50%. Kadar α -selulosa yang diperoleh 87,94%. Hasil FTIR menunjukkan bahwa α -selulosa belum murni, masih terdapat lignin.

Kata kunci: ampas tebu, bleaching, selulosa, metode RSM

ABSTRACT

Sugarcane bagasse could be used as raw materials for α -cellulose production. This research aims to determine the effect of NaOCl concentration (3%, 4%, 5%) and reflux time (60 minutes, 120 minutes, 180 minutes) on the lignin content in samples with the smallest kappa number parameters. The experimental design used was a Central Composite Design (CCD) design with 2 factors, NaOCl concentration and heating time using the assistant feature in the Minitab 19 application to obtain 18 experimental units. Data was analyzed using the Response Surface Method (RSM) to determine the best treatment. The research results showed that the optimum bleaching treatment was obtained by varying the NaOCl concentration of 5% and heating time of 123.03 minutes with a kappa number value of 15.11 and a lignin content of 3.50%. The α -cellulose content obtained was 87.94%. FTIR results show that α -cellulose is not pure, there contains small lignin.

Keywords: sugarcane bagasse, bleaching, cellulose, RSM method

PENDAHULUAN

Karboksimetil selulosa (CMC) merupakan turunan selulosa yang sering digunakan sebagai penstabil emulsi pada bidang industri. CMC digunakan sebagai bahan tambahan makanan untuk mengubah tekstur menjadi lebih kental (Young dan Dejager, 2018). CMC digunakan dalam industri kosmetik, produk kertas, keramik, perekat, termasuk bahan makanan dan farmasi. CMC dengan kemurnian tinggi digunakan sebagai pengental pada makanan. Bahan makanan yang ditambahkan CMC proses pengendapannya menjadi lebih lambat karena nilai viskositas meningkat. Penggunaan CMC pada makanan biasa ditambahkan dalam pembuatan dalam jelly, pasta dan es krim untuk memperbaiki kestabilan emulsi (Kamal, 2010). CMC dapat bereaksi dengan logam berat sehingga sering digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan biofilm dan bioplastik (Tavares *et al.*, 2019). CMC digunakan sebagai bahan baku bioplastik karena struktur rantai polimer dan berat molekul tinggi (Tongdeesoontom *et al.*, 2011). CMC dengan kemurnian tinggi yang dapat digunakan dalam industri makanan dan farmasi (Othman *et al.*, 2021).

Ampas tebu merupakan sumber selulosa yang potensinya besar dan keberadaannya cukup melimpah. Ampas tebu merupakan hasil samping dari proses pemerasan nira tebu dari batang-batang tebu. Jumlah ampas tebu sekitar 30-34% dari jumlah tebu yang digiling atau diproses (Anomin, 2007). Komposisi ampas tebu meliputi selulosa 32-45%, hemiselulosa 20-32%, lignin 16-32%, abu 1,0-9,0%, bahan ekstraktif <10% (Asl *et al.*, 2017, Kurniawan dan Yuliatun, 2008). Kandungan selulosa tersebut dapat ditingkatkan dengan isolasi selulosa dari ampas tebu.

Proses *bleaching* bertujuan untuk mendapatkan kemurnian selulosa yang tinggi. Kemurnian selulosa sebesar 80% bisa diperoleh dengan optimasi dalam proses *bleaching*. *Bleaching* bekerja dengan

mengilangkan zat warna yang tidak dibutuhkan. Prinsip proses *bleaching* adalah mereaksikan sampel yang masih mengandung sisa lignin dengan bahan pemutih disertai dengan pemanasan dan pengadukan. Pemanasan dan pengadukan menyebabkan rantai lignin yang panjang pada sampel dapat terdegradasi menjadi rantai lignin pendek. Degradasi rantai lignin memudahkan lignin larut dalam air atau alkali pada proses pencucian (Sumada *et al.*, 2011).

Lignin yang terdegradasi akan larut dalam larutan pemasak dan berubah warna menjadi lebih gelap (Yang *et al.*, 2007). Warna akhir cairan pemasak yang menguning menandakan bahwa sebagian lignin telah larut pada saat proses *bleaching* berlangsung. *Bleaching* dilakukan untuk menambah derajat keputihan dengan menggunakan bahan kimia (*bleaching agent*) seperti klorin, klorin dioksida, peroksida, hipoklorit dan oksigen (Sumada *et al.*, 2011).

Peningkatan konsentrasi larutan NaOCl dapat menyebabkan peningkatan laju delignifikasi pada delignifikasi I maupun delignifikasi II (*bleaching*), sehingga akan mengakibatkan kelarutan selulosa menjadi meningkat (Nawangsari *et al.*, 2019). Apabila kadar lignin dalam sampel besar, maka konsentrasi larutan pemasak juga harus besar. Kadar lignin dalam sampel juga mempengaruhi waktu reaksinya, semakin besar kadar lignin yang terkandung dalam sampel maka waktu reaksinya juga akan semakin lama (Sumada *et al.*, 2011).

Bilangan kappa atau bilangan kappa merupakan metode yang digunakan untuk menentukan kadar lignin dalam sampel *pulp* dengan menghitung banyaknya volume (dalam milliliter) kalium permanganat yang dibutuhkan oleh satu gram *pulp* kering untuk menentukan serta mengindikasikan kandungan lignin di dalam *pulp* (Ardina, 2018). Kalium permanganat merupakan oksidator yang cukup kuat dalam larutan yang bersifat

asam sehingga memiliki kemampuan untuk mengoksidasi sisa lignin di dalam pulp sehingga kadar lignin dalam suatu sampel *pulp* dapat diketahui dengan menggunakan titrasi kappa (Anonim, 1983).

Nilai bilangan *kappa* berbanding lurus dengan nilai kadar lignin. Semakin tinggi nilai bilangan *kappa* mengindikasikan bahwa jumlah lignin dalam *pulp* semakin tinggi. Jumlah lignin yang tinggi akan mempengaruhi kualitas mutu dari suatu *pulp*. Oleh karena itu, dalam proses isolasi α -selulosa dibutuhkan kandungan lignin yang rendah agar kadar α -selulosanya semakin tinggi (Ardina, 2018). Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji pengaruh optimasi *bleaching* isolasi selulosa dari ampas tebu sebagai bahan baku CMC.

METODE

Waktu dan tempat penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Penelitian Pasca Panen, Pusat Penelitian Perkebunan Gula Indonesia (P3GI). Waktu penelitian ini dilakukan pada bulan September sampai Desember 2021.

Bahan dan alat

Bahan yang digunakan ampas tebu diperoleh dari P3GI. Bahan kimia yang digunakan adalah etanol, metanol, natrium hidroksida, kalium permanganat, kalium iodida, kalium dikromat, asam trikloroasetat, natrium hipoklorit, asam asetat glasial dan asam sulfat.

Alat yang digunakan gelas arloji, pipet ukur, gelas ukur, gelas baker, kertas saring, oven, corong gelas, pipet volume, desikator, pengaduk magnet, *magnetic stirrer*, labu ukur, aluminium foil, pH meter, *water bath*, termometer, ayakan, blender, corong Buchner, neraca analitik, *hot plate*, *stopwatch*, spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR).

Metode penelitian

Rancangan penelitian ini adalah

rancangan acak lengkap dengan 2 faktorial yaitu konsentrasi larutan sodium hipoklorit (NaOCl) dan waktu pemanasan. Faktor konsentrasi larutan NaOCl dilakukan 3 variasi yaitu 3%, 4%, dan 5%. Faktor waktu pemanasan (refluks) ada 3 variasi yaitu 60, 120 dan 180 menit.

Persiapan sampel ampas tebu dilakukan dengan pencucian bahan, pengeringan dan pembuatan serbuk dengan ukuran 30 mesh. Kadar air ampas dianalisis dengan metode gravimetri.

Proses isolasi selulosa dilakukan dalam 3 tahap yaitu delignifikasi, *bleaching* dan dehemiselulosa (Ohwoavworhua dan Adelakun, 2005 dengan modifikasi). Proses delignifikasi dilakukan pada ampas tebu dengan menambahkan larutan NaOH 2% dan direfluks pada suhu 80 °C selama 2 jam. Kemudian campuran disaring untuk memisahkan residu dan filtrat. Residu dicuci dengan akuades hingga pH netral, kemudian dikeringkan. Residu kering digunakan untuk proses *bleaching*.

Proses *bleaching* dilakukan pada ampas tebu hasil proses delignifikasi dengan menambahkan larutan NaOCl (3%, 4%, dan 5%) dan direfluks pada suhu 80°C selama 60, 120 dan 180 menit. Setiap perlakuan dilakukan dalam 3 kali ulangan. Kemudian campuran disaring untuk memisahkan residu dan filtrat. Residu padatan dicuci dengan akuades hingga pH netral, kemudian dikeringkan. Residu kering digunakan untuk proses pengendapan alfa selulosa.

Proses dehemiselulosa bertujuan untuk mengendapkan alfa selulosa. Residu padatan dari proses *bleaching* ditambahkan larutan NaOH 17,5% dan direfluks pada suhu 80°C selama 60 menit. Selanjutnya campuran disaring dan dicuci dengan akuades untuk memisahkan residu dari filtrat. Residu padatan kering dianalisis bilangan kappa, kadar lignin, kadar alfa selulosa dan dikarakterisasi dengan spektroskopi FTIR.

Pengujian Bilangan Kappa

Sebanyak 2 g sampel ditambahkan 250 ml akuades dan 50 ml larutan KMnO_4 0,1 N serta 50 ml larutan H_2SO_4 4N dan biarkan 10 menit. Larutan KI 1N sebanyak 10 ml ditambahkan ke dalam campuran, kemudian dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2 N sampai larutan berubah warna menjadi kuning. Indikator amilum ditambahkan 8 tetes hingga berubah warna menjadi biru. Campuran dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2 N berubah warna menjadi bening. Volume tiosulfat dicatat dan dihitung dengan menggunakan rumus pengujian bilangan kappa kemudian didapatkan hasil (Anonim, 1983 dengan modifikasi).

Rumus pengujian bilangan kappa (K):

$$K = \frac{P \times f}{w} \quad P = \frac{(b - a)N}{0,1}$$

Keterangan:

P = banyaknya permanganat yang diperlukan oleh sampel

f = faktor koreksi permanganat

b = volume tiosulfat untuk titrasi blangko (ml)

a = volume tiosulfat untuk titrasi sampel (ml)

N = konsentrasi tiosulfat

W = berat sampel

Kadar lignin (%) dihitung dari persamaan berikut :

$$y = 1.9367e^{0.0392x}$$

(Zhao *et al.*, 2010, Gonçalves *et al.*, 2005)

Keterangan:

y = kadar lignin (%)

x = bilangan kappa

Pengujian Kadar Alfa Selulosa

Prosedur pengujian kadar α -selulosa (TAPPIT 203 om-99 dengan sedikit modifikasi) (Anonymous, 2009). Sebanyak 1,5 g sampel ditambahkan 100 ml larutan

NaOH 17,5%, dan diaduk selama 30 menit. Saring sampel untuk memisahkan filtrat dan residu. Filtrat 15 ml ditambahkan 10 ml larutan kalium dikromat 0,5 N dan 40 ml larutan asam sulfat pekat 96-98% dipanaskan pada suhu 125-130 °C selama 15 menit. Campuran ditambahkan 2-4 tetes indikator feroin dan dititrasikan dengan larutan ferroammonium-sulfat 0,1 N hingga berubah warna menjadi ungu. Volume ferroammonium-sulfat yang terpakai dicatat dan hitung menggunakan rumus titrasi kadar alfa selulosa. Pembuatan blanko dilakukan dengan mengganti filtrat *pulp* dengan 7,5 ml larutan NaOH 17,5% dan 7,5 ml akuades.

Kadar α -selulosa ditentukan dengan perhitungan menggunakan rumus:

$$x = \frac{100 - 6,85 (V_2 - V_1) \times N \times 20}{A \times W}$$

Keterangan:

x = kadar selulosa (%)

V_1 = volume feroammonium sulfat untuk titrasi blanko

V_2 = volume feroammonium sulfat untuk titrasi sampel

N = normalitas feroammonium sulfat

W = berat sampel

A = volume filtrat

Analisis FTIR (Ganzoury *et al.*, 2015).

Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) merk Shimadzu FIR-8400S digunakan untuk mengevaluasi gugus-gugus fungsional karakteristik pada sampel ampas tebu dan selulosa hasil isolasi. Spektra FTIR diamati pada kisaran transmitansi 600 cm^{-1} hingga 4000 cm^{-1} .

Analisis Data

Analisis data dilakukan menggunakan metode *Response Surface Methodology* (RSM). Desain penelitian yang digunakan berupa desain dari rancangan *Central Composite Design* (CCD) menggunakan aplikasi minitab 19.

Penelitian ini menggunakan variabel bebas yaitu konsentrasi NaOCl (%) dan durasi waktu reaksi (menit). Variabel kontrol adalah suhu pemanasan (80°C). Uji normalitas data dengan metode *Kolmogorov-Smirnov*, dan uji lanjut *Paired T-Test* dilakukan menggunakan *software* minitab 19.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi selulosa

Proses isolasi selulosa dari ampas tebu dilakukan dengan 3 tahap yaitu delignifikasi, *bleaching* dan dehemiselulosa. Tahapan *bleaching*

dioptimasi untuk lama waktu pemanasan dan konsentrasi NaOCl yang digunakan. Hasil penentuan bilangan kappa dan kadar lignin dari selulosa hasil isolasi ampas tebu pada perlakuan optimasi *bleaching* disajikan pada Tabel 1. Tabel 1 menunjukkan proses *bleaching* isolasi selulosa dari ampas tebu menghasilkan nilai *bilangan kappa* berkisar antara 15,23-18,94 dengan nilai kadar lignin 3,51% hingga 4,06%. Pengolahan data optimasi proses *bleaching* dilakukan menggunakan *software* minitab 19 dengan metode *Response Surface Methodology* (RSM).

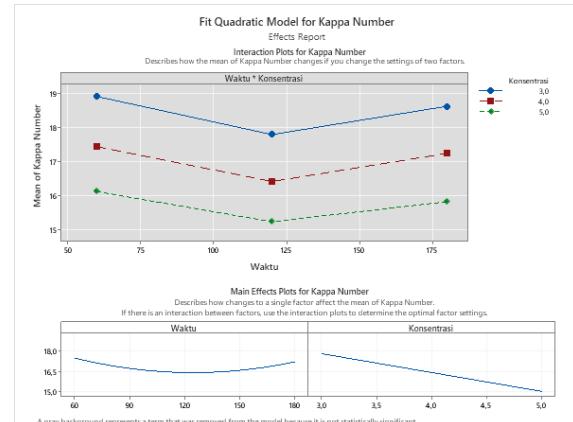
Tabel 1. Data hasil proses *bleaching* isolasi selulosa dari ampas tebu

Table 1. Bleaching process data of cellulose isolation from bagasse

Sampel Samples	Perlakuan Treatments	Waktu (menit) Time (minutes)	Kadar Lignin	
			Nilai Kappa Kappa value	(%) Lignin content (%)
A1.1	3	60	18,94	4,06
A1.2	3	60	18,84	4,05
A2.1	3	120	17,77	3,88
A3.1	3	180	18,70	4,03
A3.2	3	180	18,50	3,99
B1.1	4	60	17,42	3,83
B2.1	4	120	16,27	3,82
B2.2	4	120	16,47	3,69
B2.3	4	120	16,37	3,67
B2.4	4	120	16,66	3,72
B2.5	4	120	16,27	3,66
B2.6	4	120	16,37	3,67
B3.1	4	180	17,23	3,80
C1.1	5	60	16,04	3,63
C1.2	5	60	16,17	3,65
C2.1	5	120	15,23	3,51
C3.1	5	180	15,91	3,61
C3.2	5	180	15,72	3,58

Hubungan waktu pemanasan dan konsentrasi terhadap terhadap kadar lignin disajikan pada Gambar 1. Gambar 1. menunjukkan pengaruh lama waktu pemanasan terhadap kadar lignin sampel. Kadar lignin mengalami penurunan dengan bertambahnya waktu pemanasan pada lama waktu pemanasan 60 menit hingga 120 menit dan meningkat kembali hingga waktu 180 menit. Pengaruh konsentrasi NaOCl yang berbanding terbalik dengan respon nilai bilangan kappa. Semakin tinggi konsentrasi NaOCl yang digunakan maka nilai bilangan kappa semakin kecil. Nilai bilangan kappa terkecil sebesar 15,23 diperoleh pada sampel dengan perlakuan konsentrasi NaOCl 5%. Nilai bilangan kappa 15,23 dikonversi dalam nilai kadar lignin diperoleh sebesar 3,51%.

Peningkatan konsentrasi NaOCl dalam proses *bleaching* menyebabkan penurunan kadar lignin akibat struktur lignin yang teroksidasi. Semakin tinggi konsentrasi NaOCl yang digunakan, proses oksidasi lignin akan semakin meningkat sehingga semakin banyak lignin yang terdegradasi dan akan larut dengan air pada saat proses pencucian (Lismeri *et al.*, 2019). Kandungan lignin pada sampel awal ampas tebu sebesar 18,86% (Kurniawan dan Yuliatun, 2008). Adanya proses *bleaching* menggunakan larutan NaOCl dapat mengurangi kandungan lignin pada sampel ampas tebu. Kadar lignin optimum sebesar 3,51% dengan nilai bilangan kappa 15,23 dapat diperoleh dari proses *bleaching* ini. Natrium hipoklorit memutus rantai-rantai lignin menjadi pendek, sehingga lignin dapat larut saat proses pencucian (Lismeri *et al.*, 2019). Perununan nilai *bilangan kappa* disebabkan karena semakin banyak rantai hemiselulosa dan lignin yang terputus (Rahhutami *et al.*, 2020).



Gambar 1. Hubungan waktu pemanasan dan konsentrasi NaOCl dari proses bleaching terhadap nilai bilangan kappa

Figure 1. Relation of reflux time and concentration of NaOCl of bleaching processing on bilangan kappa

Persamaan model kuadratik nilai bilangan kappa dalam optimasi waktu pemanasan dan konsentrasi NaOCl diperoleh sebagai berikut:

$$Y = +26,89 - 0,06153X_1 - 1,979X_2 - 0,0000034 \\ X_1 X_2 + 0,000250X_1 X_1 + 0,0769X_2 X_2$$

Keterangan:

Y = nilai *bilangan kappa*

X₁ = waktu pemanasan

X₂ = konsentrasi NaOCl

Berdasarkan persamaan model di atas, rata-rata respon nilai bilangan kappa diperoleh 26,89 pada konsentrasi NaOCl dan waktu pemanasan sama dengan 0. Nilai 26,89 merupakan nilai ketetapan atau konstanta pada persamaan tersebut. Dampak relatif dari waktu pemanasan dan konsentrasi NaOCl dapat diketahui dengan membandingkan koefisiennya. Koefisien X yang bernilai positif akan meningkatkan nilai rata-rata respon bilangan kappa pada sampel. Koefisien X yang bernilai negatif akan menurunkan nilai rata-rata respon *bilangan kappa* pada sampel (Muriithi *et al.*, 2017). Nilai interpretasi bernilai positif 26,89 artinya apabila tidak ada pengaruh

konsentrasi NaOCl dan waktu pemanasan, maka nilai *bilangan kappa* didapatkan 26,89. Nilai interaksi koefisien waktu ($X_1 = -0,06153$) bernilai negatif diartikan bahwa hubungannya dengan respon nilai *bilangan kappa* berbanding terbalik. Menandakan bahwa setiap kenaikan waktu pemanasan dapat menurunkan nilai *bilangan kappa*. Nilai negatif pada persamaan diartikan bahwa pada setiap penurunan waktu pemanasan akan berpengaruh sebesar 0,06153.

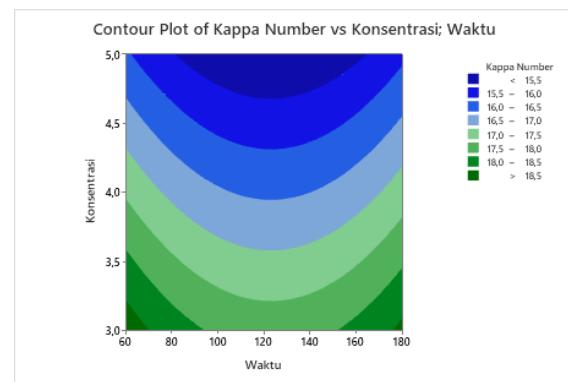
Waktu pemanasan dalam proses *bleaching* dapat meningkatkan kandungan selulosa pada sampel. Hal tersebut dikarenakan semakin banyak rantai hemiselulosa dan lignin yang terputus. Meningkatnya kadar selulosa yang terkandung pada biomassa disebabkan karena proses *bleaching* telah berhasil mendegradasi lignin, sehingga kadar selulosa meningkat akibat berkurangnya kandungan lignin di dalam biomassa (Hidayati *et al.*, 2019).

Nilai interaksi konsentrasi NaOCl ($X_2 = -1,979$) bernilai negatif menunjukkan setiap kenaikan konsentrasi NaOCl yang digunakan dapat menurunkan nilai *bilangan kappa* pada sampel meskipun koefisien konstantanya lebih besar dibandingkan dengan koefisien konstanta konsentrasi NaOCl ($-0,06153 > -1,979$). Nilai negatif pada persamaan diartikan bahwa pada setiap penurunan konsentrasi NaOCl akan berpengaruh sebesar 1,979.

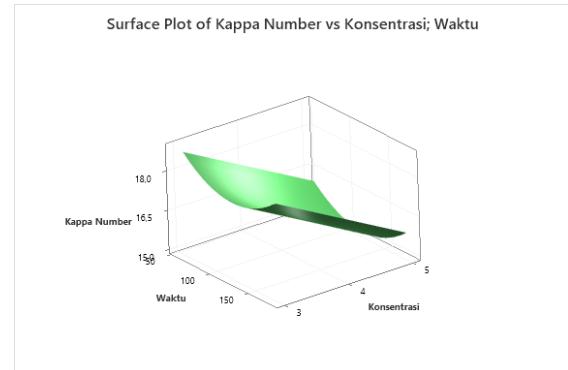
Nilai koefisien interaksi antara kedua faktor bernilai negatif ($X_1X_2 = -0,000034$), menandakan bahwa terdapat interaksi berbeda nyata diantara keduanya dan hubungan keduanya adalah berbanding terbalik yang mengakibatkan penurunan nilai *bilangan kappa* pada sampel sebesar 0,000034. Semakin tinggi konsentrasi NaOCl dan waktu pemanasan yang digunakan maka akan semakin rendah nilai *bilangan kappa* yang diperoleh.

Pengaruh variabel kuadratik faktor waktu pemanasan dan konsentrasi NaOCl terhadap nilai *bilangan kappa* disajikan

dalam peta kontur Gambar 2. Koefisien kuadrat faktor (X_1X_1 dan X_2X_2) yang bernilai positif menunjukkan adanya titik stasioner minimum yang sebanding dengan peningkatan nilai kuadrat faktor (X_1X_1 dan X_2X_2).



(a)



(b)

Gambar 2. Analisa respon permukaan (a) dan grafik tiga dimensi (b) dari pengaruh waktu pemanasan dan konsentrasi NaOCl terhadap nilai *bilangan kappa*

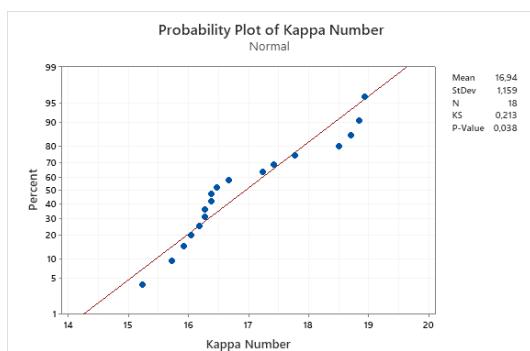
Figure 2. Response surface (a) and three dimensions graphic (b) from the effect of reflux time and NaOCl concentration on value of *bilangan kappa*

Gambar 2(a) dan (b) menunjukkan sumbu x sebagai waktu (menit) dan sumbu y sebagai konsentrasi (%) terhadap respon nilai *bilangan kappa*. Gambar 2(a) menunjukkan gradasi warna biru terhadap nilai *bilangan kappa* yang semakin rendah diperoleh pada rentang waktu pemanasan

123,03 menit dengan konsentrasi NaOCl 5%. Gambar 2(b) menunjukkan grafik tiga dimensi dengan kurva berbentuk parabola menghadap ke atas membuktikan telah diperoleh respon optimum nilai bilangan kappa terkecil pada sampel. Hal menunjukkan waktu pemanasan dan konsentrasi NaOCl memberikan pengaruh yang signifikan terhadap respon nilai bilangan kappa.

Kenormalan Data Nilai Bilangan kappa pada Proses Bleaching

Tingkat kenormalan distribusi data respon nilai bilangan kappa berdasarkan *normal plot of residual* perlu diuji. Hal ini dijadikan acuan untuk mengindikasikan selisih antara respon aktual dengan respon yang diprediksi mengikuti garis kenormalan (garis lurus). Jika titik residual rata-rata berada di sepanjang garis tengah, maka bisa diasumsikan bahwa data tersebut normal (Nurmiah *et al.*, 2013). Data diuji normalitasnya menggunakan software minitab 19 metode *Kolmogorov-Smirnov* untuk membandingkan distribusi data normal baku dengan data hasil penelitian yang diperoleh (Pratama, 2017). Kurva *normal probability plot of residual* terhadap respon nilai bilangan kappa disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Kurva *normal plot of residual* terhadap nilai bilangan kappa

Figure 3. The curve of normal plot of residual on value of bilangan kappa

Gambar 3. menunjukkan penyebaran titik residual yang terbentuk tidak

semuanya tepat pada garis normal, namun penyebarannya masih berada disepanjang garis merah. Hasil uji kenormalan data menunjukkan data tidak terdistribusi secara normal karena *p-value* 0,038 atau $< 0,05$. Untuk mengatasi permasalahan tersebut, uji kenormalan data dapat dilakukan dengan transformasi data menggunakan metode *box-cox* (Ahmad *et al.*, 2008). Transformasi data dilakukan untuk mengurangi heterogenitas pada data akibat *error* mendekati normal. Data hasil transformasi selanjutnya dilakukan pengujian kembali menggunakan metode *Kolmogorov-Smirnov*. Hasil pengujian menunjukkan data transformasi telah terdistribusi secara normal dengan *p-value* sebesar 0,055 atau $> 0,05$; sehingga dapat disimpulkan bahwa data hasil transformasi telah terdistribusi secara normal. *P-value* bernilai $> 0,05$ menunjukkan bahwa data telah terdistribusi secara normal (Ghasemi and Zahedias, 2012).

Formulasi kandungan lignin terendah diperoleh dengan nilai bilangan kappa terkecil. Berdasarkan parameter respon nilai bilangan kappa yang terendah, diperoleh nilai bilangan kappa terendah 15,23 dan nilai bilangan kappa tertinggi 18,94. Nilai bilangan kappa fit/ prediksi yang didapatkan adalah $y = 15,11$ pada kondisi optimum konsentrasi NaOCl sebesar 5% dengan waktu pemanasan selama 123,03 menit.

Tabel 2. Solusi Titik Optimum

Table 2. Solution of optimum value

Waktu (menit) Time	Konsentrasi NaOCl (%) Concentration of NaOCl (%)	Respon Nilai Bilangan Kappa Response of kappa number	Desirability
123,03	5%	15,11	1

Tabel 2. menunjukkan bahwa solusi titik optimum terhadap respon nilai bilangan kappa optimal pada waktu 123,03

menit dengan konsentrasi NaOCl 5%. Nilai *composite desirability* atau tingkat ketelitian respon yang diperoleh adalah 1. Nilai *desirability* berfungsi untuk menentukan ketepatan hasil solusi, nilai *desirability* yang mendekati angka 1,0 menunjukkan semakin tinggi ketepatan hasil solusi dari program. Nilai *desirability* 1,0 berarti keakuratan solusi titik optimum yang disajikan oleh *software* menghasilkan ketepatan prediksi sebesar 100% dan tidak ditemukan adanya kesalahan atau *error* pada hasil prediksi (Nurmiah *et al.*, 2013).

Verifikasi merupakan tahapan yang wajib dilakukan untuk membuktikan bahwa solusi yang diberikan oleh aplikasi dapat menghasilkan respon yang optimal. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan nilai prediksi menggunakan uji *paired T-Test*. Validasi uji lanjut dilakukan dengan uji *Paired T-Regression* pada aplikasi minitab 19. Nilai prediksi yang diperoleh untuk respon nilai bilangan kappa adalah 15,11. Dilakukan 3 kali pengujian pada hasil terbaik yaitu pada konsentrasi NaOCl 5% dan waktu selama 123,03 menit, dengan *desirability* 100%.

Tabel 3. Nilai prediksi dan validasi
Table 3. Values of prediction and validation

No	Prediksi <i>Prediction</i>	Validasi <i>Validation</i>	Verifikasi <i>Verification</i>	PI rendah 95% 95% PI low	PI tinggi 95% 95% PI high
1.	15,11	15,03			
2.	15,11	15,13	15,06	9,79	18,22
3.	15,11	15,03			

Tabel 3. menunjukkan sampel *bleaching* dengan konsentrasi NaOCl 5% selama 123,03 menit diperoleh hasil nilai bilangan kappa berturut-turut 15,03; 15,13 dan 15,03. Hasil *bleaching* dibandingkan dengan nilai prediksi yang disarankan oleh aplikasi minitab 19 sebesar 15,11. Berdasarkan hasil uji *paired T-Test*, didapatkan nilai *p-value* 0,325. Nilai bilangan kappa antara prediksi dan validasi tidak berbeda nyata, karena *p-value* lebih besar dari 0,05. Hasil verifikasi dikatakan sesuai apabila perbedaan masih berada pada rentang antara nilai PI low dan PI high. Nilai verifikasi yang diperoleh adalah 15,06 dan nilai tersebut berada pada rentang nilai 9,79 dan 18,22. Respon nilai bilangan kappa hasil verifikasi mendukung hasil prediksi program dan model RSM mampu menunjukkan respon nilai bilangan kappa yang optimal dan hasil verifikasi telah memenuhi syarat berdasarkan hasil RSM.

Tabel 4. Evaluasi keberhasilan tahap isolasi selulosa

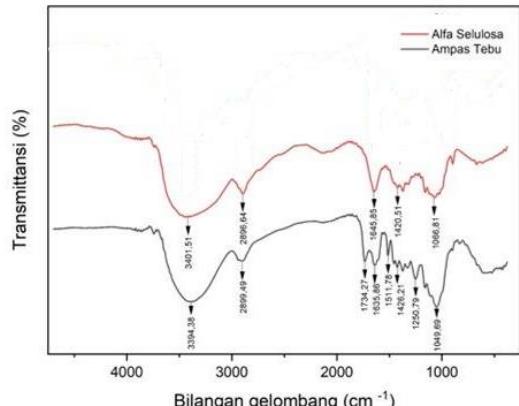
Table 4. Evaluation of cellulose isolation process

Parameter <i>Parameter</i>	Ampas tebu <i>Sugarcane bagasse</i>	α -selulosa hasil isolasi <i>isolated α-cellulose</i>
Rendemen (%) <i>Rendement (%)</i>	-	19,75
Kadar selulosa (%) <i>Cellulose content (%)</i>	43,41	87,94
Kadar Lignin (%) <i>Lignin content (%)</i>	16,86	3,51

Tabel 4. menunjukkan komposisi selulosa dan lignin dari ampas tebu dan α -selulosa hasil isolasi selulosa, serta rendemennya. Nilai rendemen α -selulosa dari proses isolasi ampas tebu sebesar 19,75%. Setiap 100g bahan baku ampas tebu yang digunakan diperoleh 19,75g α -selulosa. Kadar α -selulosa diperoleh sebesar 87,94% dengan kadar lignin sebesar 3,518%. Selulosa dengan kadar tinggi

(>80%) dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku utama pembuatan karboksimetil selulosa (CMC) (Anonymous, 2019).

Hasil karakterisasi dengan FTIR

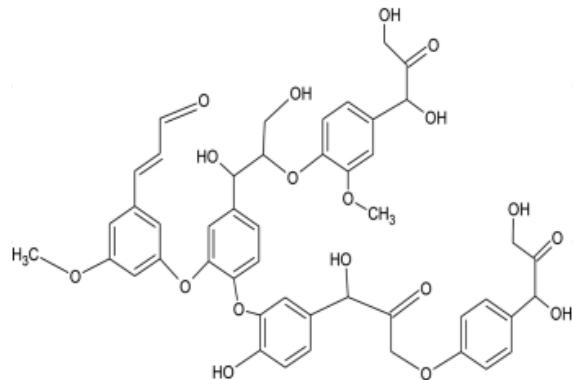


Gambar 4. Spektra FTIR ampas tebu dan α -selulosa hasil isolasi dari ampas tebu

Figure 4. FTIR spectra of sugarcane bagasse and the isolated α -cellulose from sugarcane bagasse

Gambar 4. menunjukkan spektra FTIR untuk sampel ampas tebu dan α -selulosa hasil proses isolasi dari ampas tebu yang diamati pada bilangan gelombang 500 cm^{-1} hingga 4000 cm^{-1} . Kedua spektra tersebut menunjukkan kesamaan adanya pita transmitansi pada $3394\text{-}3401\text{ cm}^{-1}$ menggambarkan adanya vibrasi *stretching* dari OH bebas dari gugus -OH inter molekular dan intra molekular ikatan hidrogen bebas pada molekul selulosa (Ganzoury *et al.*, 2015). Pita transmitansi pada bilangan gelombang $2896\text{-}2899\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya *stretching* gugus CH dan CH_2 dari selulosa. Adanya vibrasi aromatik pada lignin ditandai dengan munculnya pita transmitansi pada bilangan gelombang 1511 cm^{-1} (Boeriu *et al.*, 2004). Pita transmitansi pada bilangan gelombang $1635\text{-}1645\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya senyawa aromatik. Hal ini menunjukkan bahwa ampas tebu dan α -selulosa hasil

proses isolasi dari ampas tebu mengandung selulosa dan lignin.



Gambar 5. Struktur lignin (Mahmood *et al.*, 2018)

Figure 5. Lignin structure (Mahmood *et al.*, 2018)

Gambar 4. menunjukkan adanya pita transmitansi pada bilangan gelombang $1635\text{-}1645\text{ cm}^{-1}$ karakteristik untuk gugus aromatik dari lignin (Boeriu *et al.*, 2004). Gambar 5. menunjukkan struktur lignin ditandai adanya gugus aromatik, ikatan karbonil, eter, hidroksil, metilen (Mahmood *et al.*, 2018). Pita transmitansi pada $1426\text{-}1420\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan C=O stretching dan C=C aromatik dari lignin (Astete *et al.*, 2021) terdapat pada kedua spektra ampas tebu maupun hasil isolasi selulosanya. Pita transmitansi yang muncul pada bilangan gelombang 1250 cm^{-1} menunjukkan adanya C-O dan O-H dari karbohidrat atau hemiselulosa (Astete *et al.*, 2021). Pita transmitansi pada bilangan gelombang $890\text{-}900\text{ cm}^{-1}$ karakteristik adanya selulosa yaitu ikatan beta-glikosidik selulosa (Zhao *et al.*, 2010) yang nampak pada spektra hasil isolasi selulosa ampas tebu. Pita-pita transmitansi yang hanya muncul pada sampel ampas tebu dimungkinkan adanya senyawa-senyawa hemiselulosa dan lignin. Namun demikian pada spektra isolasi selulosa ampas tebu masih muncul karakteristik adanya senyawa lignin, sehingga selulosa tersebut belum murni.

KESIMPULAN

Isolasi selulosa dari ampas tebu telah dilakukan dengan delignifikasi, *bleaching* dan dehemiselulosa. Optimasi proses *bleaching* dalam isolasi selulosa berhasil dilakukan dengan waktu reaksi selama 123 menit dan konsentrasi NaOCl 5%. Hasil isolasi selulosa diperoleh α -selulosa dengan rendemen 19,75 %, kemurnian sebesar 87,94% dan kadar lignin 3,51%. Proses optimasi *bleaching* dalam isolasi selulosa telah berhasil dan kandungan lignin yang diuji secara kimia memiliki presentase yang rendah. Keberhasilan proses isolasi selulosa dikuatkan dengan analisa FTIR yang mengindikasikan bahwa produk selulosa memiliki vibrasi -OH, -CH, C-O dan C-O-C yang mencirikan gugus-gugus fungsional selulosa.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, W.M.A.W., Naing, N.N. & Halim, N.A. (2008). 'An application of box-cox transformation to biostatistics experiment data' *Journal of Bioscience*. 19, 137-145.
- Anonim, 2007. Ikhtisar angka giling Perusahaan tahun giling 2006. Pusat Penelitian Perkebunan Gula Indonesia. Pasuruan.
- Anonymous. (2009). Determination of alpha-, beta-, and gamma-cellulose (Adapted from TAPPIT 203 om-99. Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI) standards.
- Anonymous. (2019). Sodium carboxy methyl cellulose (CMC). Sidley Chemical Co., Ltd
- Anonim. (1983). Technical Assosiation of the Pulp and Paper Industry (TAPPI) T.236 cm-85, *Bilangan kappa of Pulp*.
- Aridi, A., Nyuk, C., Akmal, N., Nadiah, N. & Yusof, M. (2020). 'Structural FTIR analysis of cellulose functional group isolated from *Leucaena leucocephala* pods using different bleaching agent'. *Journal Article AgriR*. 14, 14-20.
- Astete, R.J., Davalos, J.J. & Zolla, G (2021). 'Determination of hemicellulose, cellulose, holocellulose and lignin content using FTIR in *Calycoiphyllum spruceanum* (Benth.) K. Schum. and *Guazuma crinita* Lam' *PLoS ONE*. 16(10), 1-12. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0259833>
- Boeriu, C.G., Bravo, D., Gosselink, R.J.A. & van Dam, J.E.G. (2004). 'Characterisation of structure-dependent functional properties of lignin with infrared spectroscopy' *Industrial Crops and Products*. 20, 205-218.a
- Coniwati, P., Dani, M. & Daulay, Z.S. (2015). 'Pembuatan natrium karboksimetil selulosa (Na-CMC) dari selulosa limbah kulit kacang tanah (*Arachis hypogaea l*)'. *Jurnal Teknik Kimia*. 21(4), 58-65.
- Ganzoury, M., Allam, N. & Nicolet, T. (2015). Introduction fourier transform infrared spectrometry (Reviews). *Journal Renewable and Suistanable Energy*. 50, 1-8.
- Ghasemi, A. & Zahediasi, S. (2012). 'Normality test for statistical analysis: A guide for non-statisticians' *International Journal Endocrinology & Methabolism*. 10(2), 486-489.
- Heradewi. (2007). Isolasi lignin dari lindi hitam proses pemasakan organosolv serat tandan kosong kelapa sawit (TKKS). *Skripsi*. Fakultas Teknologi Pertanian. IPB: Bogor.
- Hidayati, S., Zulferiyenni, Z. & Satyajaya, W. (2019). 'Optimization of biodegradable film from cellulosa of seaweed solid waste eucheuma cottonii with addition of glycerol, chitosan, CMC and tapioca' *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia* 22:(2) 340-354.
- Indriyati, W., Musfiroh I, Kusmawanti R, Sriwidodo & Hasanah AN. (2016). Karakterisasi carboxymethyl cellulose sodium (Na-CMC) dari selulosa eceng gondok (*Eichhornia crassipes* (Lam.) Solms)

- crassipes* (Mart.) Solms.) yang tumbuh di daerah Jatinangor dan Lembang. *IJPST*. 3(3), 99-110.
- Jufrinaldi. (2018). 'Isolasi selulosa dari bagas tebu melalui pemanasan iradiasi gelombang mikro' *Jurnal Ilmiah Teknik Kimia UNPAM*. 2(2), 36-46.
- Kamal, N. (2010). Pengaruh bahan aditif CMC (*carboxymethyl cellulose*) terhadap beberapa parameter pada larutan sukrosa. *Jurnal Teknologi* 1:(17) 78-79.
- Kurniawan, Y. & Yuliatun, S. (2008). Hidrolisis ampas tebu dan daduk menggunakan asam konsentrasi rendah. *Majalah Penelitian Gula*. 44(2), 40-49.
- Kurniawan, Y. & Yuliatun, S. (2009). 'Potensi produksi bioetanol dari tebu' *Prosiding Simposium V. Penelitian dan Pengembangan Perkebunan*. 212-219.
- Lismeri, L., Darni, Y., Sanjaya, M.D. & Immadudin, M.I. (2019). 'Pengaruh suhu dan waktu pretreatment alkali pada isolasi selulosa limbah batang pisang' *Journal of Chemical Process Engineering*. 4(1), 18-22.
- Mahmood, Z., Yameen, M., Jahangeer, M., Riaz, M., Ghaffar, A. & Javid, I. (2018). Lignin as Natural Antioxidant Capacity. In *Lignin - Trends and Applications*. Intech. 181-205
- Nawangsari, D. (2019). Isolasi dan karakterisasi selulosa mikrokristal dari ampas tebu (*Saccharum officinarum L.*). *Jurnal Farmasi Indonesia*. 16(2), 67-72.
- Nawangsari, D., Prabandari, R. & Permatasari, F. (2019). 'Preparasi dan isolasi mikrokristal dari ampas tebu (*Saccharum officinarum L.*)'. *Jurnal Kesehatan, Kebidanan dan Keperawatan* 12:(1) 20-28.
- Nurmiah, S.R., Syarief, R. & Nurtama, B. (2013). 'Aplikasi *response surface methodology* pada optimasi kondisi proses pengolahan alkali treated *cottonii* (ATC)' *JPB Kelautan dan Perikanan*. 8(1), 9-22.
- Ohwoavworhua, F.O. & Adelakun, T.A. (2005). 'Some physical characteristics of microcrystalline cellulose obtained from raw cotton of *Cochlospermum planchonii*' *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*. 4(2), 501-507.
- Othman, N.E.A., Ismail, F., Aziz, A.B. & Wahab, N.A. (2021). 'Preparation and characterization of palm-based sodium carboxymethyl cellulose for application in food additive'. *Journal Biointerface Research in Applied Chemistry*. 11(5), 13053-13063.
- Pratama, A. (2017). Model simulasi antrian dengan metode *kolmogorov-smirnov* normal pada unit pelayanan. *Edik Informatika* 3: 27-37.
- Pratama, J.H., Rohmah, R.L., Amalia, A. & Saraswati, T.E. (2019). 'Isolasi mikroselulosa dari limbah eceng gondok (*Eichhornia crassipes*) dengan metode *bleaching-alkalisasi*' *Jurnal Penelitian Kimia*. 15(2), 239-250.
- Purwaningsih, H. (2012). Rekayasa biopolymer dari limbah pertanian berbasis selulosa dan aplikasinya sebagai material separator. *Disertasi*. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Rachmawaty, R., Meriyani, M. & Priyanto, S. (2013). ,Sintesis selulosa diasetat dari eceng gondok (*Eichhornia crassipes*) dan potensinya untuk pembuatan membrane' *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*. 2(3), 8-16.
- Rahhutami, R., Handini, A.S. & Lestari, I. (2020). 'Pengaruh delignifikasi termal terhadap sustansi dinding sel pada limbah bunga jantan kelapa sawit pasca anthesis' *Jurnal Agro Industri*. 8(2), 61-68.
- Rinaldi, R., Jastrzebski R., Clough, M.T., Raplh, J., Kennema, M. & Bruijnincx, P.C. (2016). 'Paving the way for lignin valorization: Recent advances

- in bioengineering, biorefining and catalysis' *Angew Chem.* 55(80), 8164-8215.
- Sumada, K., Puspita, E.T. & Fiqih, A. (2011). 'Isolation study of efficient α -cellulose from waste plant stem *Manihot esculenta crantz*'. *Jurnal Teknik Kimia.* 5(2), 434-438.
- Tavares, K.M., Campos, A., Mitsuyuki, M.C., Luchesi, B'R., & Marconcini, J.M. (2019). Corn and cassava starch with carboxymethyl cellulose films and its mechanical and hydrophobic properties' *Carbohydrate Polymers.* 223, 1-11.
- Tongdeesoontorn, W., Mauer, L.J., Wongruong, S., Sriburi, P.& Rachtanapun, P. (2011). 'Effect of carboxymethyl cellulose concentration on physical properties of biodegradable cassava starch-based films' *Chemistry Central Journal.* 5(6), 1-8.
- Wibisono, I., Hugo, L., Antaresti, & Aylinawati. (2011). 'Pembuatan pulp dari alang-alang'. *Jurnal Widya Teknik.* 10(1), 11-20
- Yang, H., Yan, R., Chen, H., Lee, D.H. & Zheng, C. (2007). 'Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis' *Fuel Journal.* 86(12-13), 1781-1788.
- Young, W & Dejager, L. (2018). 'Analysis of diglycolic acid in food packaging, over the counter products, direct additive carboxymethyl cellulose and retail foods' *Journal Food Additives & Contaminants.* 35(12), 2309–2314.
- Zhao, X., Heide, E., Zhang, T., & Liu, D. (2010). Delignification of sugarcane bagasse with alkali and peracetic acid and characterization of the pulp. *Bioresources* 5(3), 1565-1580.