



KARAKTERISTIK LIGNIN DAUN TEBU YANG DIISOLASI DENGAN ASAM KONSENTRASI RENDAH

IZDIHAR KHONSANI HANI



**DEPARTEMEN HASIL HUTAN
FAKULTAS KEHUTANAN DAN LINGKUNGAN
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2021**

- Hak Cipta Dilindungi Undang-undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
 2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



@Hak cipta milik IPB University

IPB University



IPB University
— Bogor Indonesia —

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



PERNYATAAN MENGENAI SKRIPSI DAN SUMBER INFORMASI SERTA PELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi dengan judul “Karakteristik Lignin Daun Tebu yang Diisolasi dengan Asam Konsentrasi Rendah” adalah karya saya dengan arahan dari dosen pembimbing dan belum diajukan dalam bentuk apa pun kepada perguruan tinggi mana pun. Sumber informasi yang berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan maupun tidak diterbitkan dari penulis telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam Daftar Pustaka di bagian akhir skripsi ini.

Dengan ini saya melimpahkan hak cipta dari karya tulis saya kepada Institut Pertanian Bogor.

Bogor, November 2021

Izdihar Khonsani Hani
E24170022

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkannya dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



ABSTRAK

IZDIHAR KHONSANI HANI. Karakteristik Lignin Daun Tebu yang Diisolasi dengan Asam Konsentrasi Rendah. Dibimbing oleh **DEDED SARIP NAWAWI** dan **WIDYA FATRIASARI**

Lignin daun tebu merupakan salah satu komponen biomassa yang berpotensi sebagai sumber bahan kimia alami. Sifat kimia dan metode isolasi mempengaruhi sifat bioproduk. Penelitian ini bertujuan mengkaji pengaruh metode sekuensial pra-perlakuan daun tebu dan metode isolasi lignin terhadap rendaman isolasi lignin, sifat fisikokimia dan termal. Padatan kemudian dikarakterisasi fisikokimia dan termal (TGA dan DSC). Hasil penelitian menunjukkan kadar α -selulosa pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* lebih tinggi dibandingkan dengan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dengan kelarutan hingga mencapai 94%. Hasil isolasi pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* lebih tinggi dibandingkan dengan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* yang mencapai diatas 68%. Lignin hasil isolasi kedua proses pra-perlakuan memiliki nisbah S/G yang sama. Isolat lignin menunjukkan keberhasilan proses isolasi yang ditandai dengan adanya gugus fungsi penciri lignin dalam spektra FTIR seperti -CH, C=O dan C-O. Analisis TGA lignin masing-masing pra-perlakuan memiliki karakteristik degradasi termal yang sama. Analisis DSC menunjukkan adanya satu titik transisi glass (Tg) dengan masing-masing suhu Tg hasil pra-perlakuan asam *microwave* -basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* yaitu 128,44 °C dan 131,02 °C.

Kata kunci: daun tebu, fraksionasi bertahap, iradiasi gelombang mikro, karakteristik lignin, pemanasan *autoclave*

ABSTRACT

IZDIHAR KHONSANI HANI. Sugarcane Leaf Lignin Characteristics Isolated with a Low Acid Concentration. Supervised by **DEDED SARIP NAWAWI** and **WIDYA FATRIASARI**.

Sugarcane leaf lignin is one of the chemical components of biomass that have prospects for natural chemicals. The chemical characteristics and the isolation method of lignin influence the bioproduct properties. The research examined the effect of the sequential pre-treatment method of sugarcane leaf and lignin isolation method on isolated lignin's yield, physicochemical and thermal characteristics. The pulp was then characterized by the chemical component and the yield, while the isolated lignin was analyzed the physicochemical and the thermal (TGA, DSC) characteristics. The results showed that the cellulose content of pretreated with acid microwave-alkaline autoclave was higher than the pre-treatment of the acid microwave-alkaline microwave with the lignin removal reached up to 94 %. The yield of isolated lignin derived from acid microwave-alkaline microwave was higher than the pre-treatment of acid microwave-alkaline autoclave, which was reached 68 %. The isolated lignin from both pre-treatment methods has the same S/G ratio. FTIR spectra indicate the functional groups of typical lignin such as -CH, C=O, and CO, indicating the isolation method's success. TGA analysis of lignin indicated that both lignins have similar thermal degradation characteristics. In contrast, DSC analysis showed a glass transition (Tg) with each Tg temperature to sugarcane trash lignin from the acid microwave-alkaline microwave and acid microwave-alkaline autoclave were 128.44 °C and 131.02 °C, respectively.

Keywords: autoclave heating, characteristics of lignin, gradual fractionation, microwave irradiation, sugarcane leaf



KARAKTERISTIK LIGNIN DAUN TEBU YANG DIISOLASI DENGAN ASAM KONSENTRASI RENDAH

IZDIHAR KHONSANI HANI

Skripsi
sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana pada
Program Studi Hasil Hutan

**DEPARTEMEN HASIL HUTAN
FAKULTAS KEHUTANAN DAN LINGKUNGAN
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2021**

- Hak Cipta Dilindungi Undang-undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
 2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



@Hak cipta milik IPB University

IPB University



IPB University
— Bogor Indonesia —

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

Tim Penguji pada Ujian Skripsi:

1 Prof. Dr. Ir. Prijatno Pamoengkas, M.Sc, F.Trop

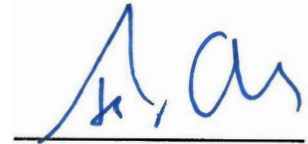


Judul Skripsi : Karakteristik Lignin Daun Tebu yang Diisolasi dengan Asam
Konsentrasi Rendah

Nama : Izdihar Khonsani Hani
NIM : E24170022

Disetujui oleh

Pembimbing 1:
Dr. Ir. Deded Sarip Nawawi, M.Sc



Pembimbing 2:
Dr. Widya Fatriasari, S.Hut, M.M



Diketahui oleh

Ketua Departemen Hasil Hutan
Dr. Ir. Deded Sarip Nawawi, M.Sc
NIP 196601131991031001



Tanggal Ujian: 4 November 2021

Tanggal Lulus: 11 NOV 2021

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah subhanaahu wa ta'ala atas segala karunia-Nya sehingga karya ilmiah ini berhasil diselesaikan. Tema yang dipilih dalam penelitian dilaksanakan sejak bulan Februari sampai bulan Agustus 2021 ini ialah pengujian karakteristik daun tebu terhadap asam konsentrasi rendah, dengan judul “Karakteristik Lignin Daun Tebu yang Diisolasi dengan Asam Konsentrasi Rendah”.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dr. Ir. Deded Sarip Nawawi, M.Sc dan Dr. Widya Fatriasari, S.Hut, M.M yang telah membimbing dan banyak memberi saran. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada Teh Azizatul Karimah S.Si dan Bang Rasyid Ridho, S.Hut yang telah membantu selama proses penelitian di BRIN Cibinong baik saat pengujian maupun pengumpulan data dan banyak memberi saran saat proses penulisan. Ucapan terima kasih juga disampaikan pada kedua orang tua saya Bapak Gunawan dan Ibu Umi Hanik serta Kakak saya Tiffany Hanik Lestari, S.Si, M.Sc yang telah memberikan dukungan, doa, saran, dan kasih sayangnya. Terima kasih juga saya ucapkan kepada teman-teman bimbingan yang telah membantu selama penelitian berlangsung. Tidak lupa juga kepada teman-teman Tectona 54 yang sudah memberikan dukungan selama proses penelitian ini.

Semoga karya ilmiah ini bermanfaat bagi pihak yang membutuhkan dan bagi kemajuan ilmu pengetahuan.

Bogor, November 2021

Izdihar Khonsani Hani

DAFTAR ISI

DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan	2
1.4 Manfaat	3
II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Lignin	4
2.2 Pra-perlakuan <i>Microwave</i> dan <i>Autoclave</i>	4
2.3 Daun tebu (<i>Saccharum officinarum</i> (L))	5
III METODE	6
3.1 Waktu dan Tempat	6
3.2 Alat dan Bahan	6
3.3 Prosedur Kerja	6
IV HASIL DAN PEMBAHASAN	14
4.1 Kadar Komponen Kimia	14
4.2 Kehilangan Komponen Kimia	15
4.3 Kadar Kemurnian Lignin	16
4.4 Nisbah Siringil/Guaiasil Lignin	17
4.5 Karakteristik Gugus Fungsi Lignin	17
4.6 Analisis Termal Menggunakan TGA	18
4.7 Analisis Termal Menggunakan DSC	19
V SIMPULAN DAN SARAN	21
5.1 Simpulan	21
5.2 Saran	21
DAFTAR PUSTAKA	22
LAMPIRAN	27
RIWAYAT HIDUP	30



DAFTAR TABEL

1	Komponen kimia berbagai biomassa lignoselulosa	3
2	Komponen kimia pra-perlakuan asam <i>microwave</i> -basa <i>microwave</i> dan asam <i>microwave</i> -basa <i>autoclave</i>	13
3	Kehilangan komponen kimia setelah pra-perlakuan asam <i>microwave</i> -basa <i>microwave</i> dan asam <i>microwave</i> -basa <i>autoclave</i>	14
4	Komponen kimia lignin setelah pra-perlakuan asam <i>microwave</i> -basa <i>microwave</i> dan asam <i>microwave</i> -basa <i>autoclave</i>	15
5	Proporsi jenis monomer penyusun daun tebu dengan PyGCMS	16

DAFTAR GAMBAR

1	Tanaman tebu (a) dan daun tebu (b)	4
2	Bagan alir karakteristik lignin daun tebu yang diisolasi	6
3	Spektra FTIR lignin daun tebu	17
4	TGA lignin daun tebu pra-perlakuan asam <i>microwave</i> -basa <i>microwave</i> dan asam <i>microwave</i> -basa <i>autoclave</i>	17
5	DSC lignin daun tebu pra-perlakuan asam <i>microwave</i> -basa <i>microwave</i> dan asam <i>microwave</i> -basa <i>autoclave</i>	19

DAFTAR LAMPIRAN

1	Produk pirolisis lignin daun tebu	27
2	Interpretasi pita serapan FTIR isolasi lignin pra-perlakuan daun tebu	28
3	Kehilangan berat pra-perlakuan daun tebu	29
4	Tg lignin pra-perlakuan daun tebu	29
5	Perhitungan kehilangan berat	29

I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Lignin merupakan salah satu komponen utama biomassa selain selulosa dan hemiselulosa. Lignin adalah suatu polimer kompleks yang merupakan polimer polifenol dengan bobot molekul tinggi dan juga merupakan komponen utama penyusun lignoselulosa dengan kadar berkisar 15–30% dan merupakan salah satu bahan baku senyawa aromatik (Gillet *et al.* 2017). Lignin berbeda kadar dan struktur kimianya bergantung pada jenis tumbuhan, dan lignin dalam kayu dan non kayu dapat diduga dengan monomer penyusunnya. Monomer lignin tersusun oleh unit guaiasil (G), siringil (S) dan p-hidroksifenil (H) (Vanholme *et al.* 2010).

Lignin dapat dibagi menjadi beberapa tipe menurut unsur-unsur strukturnya yaitu lignin daun jarum (*softwood*) disebut lignin guaiasil karena sebagian besar disusun oleh unit guaiasil (sebagian kecil unit p-hidroksifenil (H)), kayu daun lebar (*hardwood*) disebut lignin guaiasil-siringil yang disusun oleh unit guaiasil dan siringil dalam rasio tertentu sedangkan lignin *Gramineae* (rumput-rumputan) tersusun oleh unit siringil:guaiasil:p-hidroksifenil dengan rasio 40%:40%:20% (Bruce dan Palfreyman 1998, Boerjan *et al.* 2003). Reaktivitas lignin ditentukan oleh komposisi monomer penyusunnya dan untuk lignin guaiasil-siringil dapat diduga oleh nisbah antara unit siringil dan guaiasil (siringil/(siringil+guaiasil). Dalam reaksi delignifikasi, unit siringil memiliki reaktivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan unit guaisail (Nawawi *et al.* 2017). Lignin dapat dimanfaatkan untuk berbagai produk kimia melalui proses *biorefinery*, industri pulp dan kertas, serta sebagai bahan energi biomassa (Solihat *et al.* 2021). Ikatan antara unit siringil dan guaiasil dalam lignin sangat bervariasi, dan proporsi relatifnya dapat mempengaruhi reaktivitas lignin selama proses pembutan pulp (Sjostrom 1995). Lignin dapat dimanfaatkan secara komersil sebagai bahan perekat, pengikat produk polimer dan bahan kimia lainnya (Susilowati *et al.* 2013). Selain itu, lignin merupakan senyawa aromatik yang dapat menggantikan bahan bakar fosil dan penggunaannya sebagai sumber daya berkelanjutan (Limarta *et al.* 2018). Rahayu *et al.* (2019) menyatakan bahwa lignin dapat dimanfaatkan sebagai bahan bakar yang dapat meningkatkan nilai ekonomi untuk mendukung terpenuhnya energi terbarukan.

Tanaman tebu termasuk ke dalam kelompok *gramineae* sehingga memiliki struktur lignin berbeda dengan kayu. Struktur lignin *gramineae* lebih kompleks disusun oleh unit siringil, guaiasil dan p-hidroksifenil (Bruce dan Palfreyman 1998). Kadar dan sifat kimia komponen penyusun biomassa, termasuk lignin, berperan penting dalam pemanfaatan biomassa berbasis komponen kimianya melalui proses *biorefinery*. Tanaman tebu dimanfaatkan untuk produksi gula sedangkan limbah biomasannya belum dimanfaatkan secara maksimal. Biomassa tanaman tebu terutama ampas batang tebu berpotensi sebagai bahan baku pulp (Fajriutami *et al.* 2016) atau digunakan oleh masyarakat untuk pakan ternak. Kadar lignin, selulosa dan hemiselulosa ampas tebu cukup tinggi sebesar 22,09 %, 37,65 % dan 27,97 % (Setiati *et al.* 2016). Biomassa daun tebu merupakan limbah tanaman tebu selain ampas tebu, dan belum banyak dimanfaatkan. Struktur lignoselulosa yang kompleks pada daun tebu dapat menimbulkan tantangan dalam proses *biorefinery* untuk isolasi dan pemanfaatan komponen biomassa daun tebu,



sehingga diperlukan berbagai modifikasi proses. Salah satunya adalah pra-perlakuan asam organik dengan *microwave*. Anita *et al.* (2020) menyatakan bahwa asam organik (maleat) menunjukkan efisiensi katalitik yang lebih tinggi untuk hidrolisis daripada asam anorganik.

Proses isolasi bahan lignoselulosa seringkali memerlukan modifikasi proses untuk memudahkan proses isolasi dan salah satunya dengan pra-perlakuan. Diantara banyak metode pra-perlakuan untuk bahan-bahan berlignoselulosa, pra-perlakuan *microwave* dan *autoclave* merupakan metode yang cocok digunakan khususnya dari bahan limbah pertanian, namun metode tersebut masih sedikit digunakan dalam proses isolasi. Pra-perlakuan *microwave* dilaporkan memiliki efisiensi yang lebih tinggi dalam melarutkan lignin, selulosa dan ekstrak pada bahan berlignoselulosa untuk proses isolasi. Pra-perlakuan *microwave* mampu memberikan pemanasan yang lebih cepat dan hemat energi serta berkontribusi dalam melarutkan banyak lignin dan hemiselulosa dibandingkan dengan pra-perlakuan lainnya (Manara *et al.* 2014). Pra-perlakuan gelombang mikro (*microwave*) pada daun tebu dengan katalis asam berupa asam maleat, oksalat dan pospat dilaporkan berhasil menghilangkan hemiselulosa sekitar 70% (Hermiati *et al.* 2020). Sementara itu, pra-perlakuan *autoclave* mampu menghasilkan distribusi panas yang merata (Gabhane *et al.* 2011). Uap panas bertekanan mampu merusak fibril dan membantu penetrasi bahan kimia (Nazir *et al.* 2013). Pra-perlakuan pemanasan konvensional (*autoclave*) dengan katalis basa berupa NaOH, Ca(OH)₂ dan NH₃OH dapat merusak struktur lignin serta memecah struktur hemiselulosa pada bagian amorf (Lismeri *et al.* 2017). Biokonversi biomassa dalam *autoclave* dengan konsentrasi NaOH rendah berhasil menghilangkan lignin lebih dari 80 % (Phitsuwan *et al.* 2016; Kang *et al.* 2018; Obeng *et al.* 2019).

Dalam penelitian ini, struktur lignin dan reaktivitasnya menjadi dasar pemilihan pra-perlakuan *microwave* dan *autoclave* dalam proses isolasi. Penggunaan *microwave* dan *autoclave* diharapkan menghasilkan karakteristik kimia daun tebu secara optimal. Selain itu, daun tebu dalam system pra-perlakuan gelombang mikro dan pemanasan konvensional dapat memicu efektivitas proses isolasi, sehingga akan membantu dalam degradasi ikatan lignin.

1.2 Rumusan Masalah

Karakteristik kimia lignin daun tebu merupakan informasi untuk menentukan metode isolasi lignin yang paling efisien dalam pemanfaatan lignin SGH. Dalam pengembangan metode pra-perlakuan untuk isolasi lignin daun tebu ini dapat diidentifikasi beberapa permasalahan dalam penelitian meliputi:

1. Apakah metode pra-perlakuan daun tebu mempengaruhi karakteristik lignin daun tebu?
2. Metode pra-perlakuan daun tebu dan metode isolasi lignin manakah yang paling baik berdasarkan karakteristik lignin?

1.3 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan metode pra-perlakuan daun tebu dan metode isolasi lignin dengan asam yang terbaik berdasarkan karakteristik ligninnya.

1.4 Manfaat

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi metode pra-perlakuan yang terbaik terhadap karakteristik lignin daun tebu dan menentukan metode isolasi lignin dengan asam yang terbaik berdasarkan karakteristik lignin.

@Hak cipta milik IPB University

IPB University



Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lignin

Lignin merupakan salah satu komponen dalam biomassa lignoselulosa selain selulosa dan hemiselulosa. Lignin merupakan senyawa aromatik yang terdiri atas unit fenilpropana yang saling berikatan dengan ikatan eter atau ikatan karbon membentuk polimer bercabang dengan struktur tiga dimensi (Sjostrom 1995). Beberapa sifat kimia lignin seperti kadar lignin, tipe monomer penyusun lignin dan tipe ikatan kimia antar monomernya berpengaruh terhadap kemudahan upaya isolasi dan karakteristik lignin. Kadar lignin secara kuantitatif merupakan faktor yang berpengaruh terhadap konsumsi bahan kimia sedangkan tipe monomer lignin berpengaruh terhadap reaktifitas lignin. Hal ini disebabkan setiap tipe monomer memiliki reaktifitas yang berbeda. Unit siringil lignin bersifat lebih reaktif dibandingkan dengan unit guaiasil dalam delignifikasi alkali (Shimizu *et al.* 2012, Tsutsumi *et al.* 1995).

Menurut Arni (2018) metode isolasi lignin dari biomassa non kayu seperti bagas dapat dilakukan dengan metode seperti alkali dan *ionic liquid*, sedangkan untuk analisis kemurnian lignin dalam biomassa dapat dilakukan dengan metode klason. Prosedur klason memisahkan lignin sebagai material yang tidak larut dengan depolimerisasi selulosa dan hemiselulosa dalam asam sulfat 72% yang diikuti dengan hidrolisis polisakarida pada asam sulfat 3% yang dipanaskan. Bagian yang terlarut menjadi filtrat disebut lignin terlarut asam (*acid soluble lignin*) (Yasuda *et al.* 2001). Variasi kadar lignin beberapa biomassa lignoselulosa disajikan pada Tabel 1. Variasi tersebut dipengaruhi oleh spesies tanaman yang berbeda. Selain itu, kadar lignin dapat dipengaruhi oleh bagian tanaman (daun, batang dan akar), umur dan kondisi tanaman tersebut tumbuh.

Tabel 1 Komponen kimia berbagai biomassa lignoselulosa

Lignoselulosa	Lignin (%)
Ampas tebu	19-24
Tongkol jagung	15
Tandan kosong kelapa sawit	27-33
Bambu	21-31
Serat kenaf	15-19

Sumber: Ayyachamy *et al.* (2013)

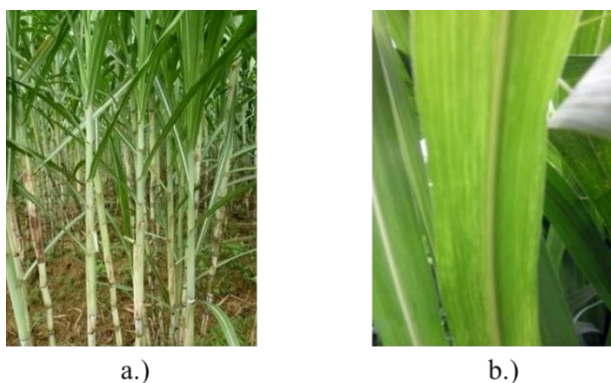
2.2 Pra-perlakuan *Microwave* dan *Autoclave*

Pra-perlakuan bertujuan untuk menghilangkan lignin, mengurangi kristalinitas selulosa dan meningkatkan porositas bahan. Tahap ini merupakan tahap yang berbiaya tinggi dan merupakan tantangan utama dalam proses konversi biomassa lignoselulosa (Fajriutami *et al.* 2016). Beberapa penelitian sudah dilakukan tentang keunggulan basa NaOH sebagai katalis dalam proses pra-perlakuan biomassa lignoselulosa. Suidani *et al.* (2017) melaporkan bahwa pra-perlakuan dengan NaOH lebih mampu menghilangkan lignin dibandingkan dengan asam dengan tingkat kehilangan lignin yang optimal adalah 45,8%. Fajriutami *et al.* (2016) melaporkan

bahwa metode pra-perlakuan basa dengan NaOH 3% dapat menghilangkan lignin yang tinggi karena dapat memecah polimer lignin menjadi monomer-monomernya yang terlarut dalam filtrat. Sementara pra-perlakuan asam dapat menghilangkan hemiselulosa dari biomassa berlignoselulosa (Ethaid *et al.* 2015). Anita *et al.* (2020) melaporkan pra-perlakuan gelombang mikro dengan katalis asam oksalat pada TKKS dapat menghilangkan lignin dan hemiselulosa sebesar 50,57 % dan 76,56 %, Fatriasari *et al.* (2018) melaporkan pra-perlakuan gelombang mikro dengan katalis asam maleat pada TKKS dengan peningkatan konsentrasi asam maleat dapat menghilangkan kandungan lignin dan hemiselulosa. Pra-perlakuan *autoclave* dengan alkali (NaOH) pada daun tebu dapat mendegradasi lignin dan hemiselulosa sebanyak 44,07 % dan 88,11 % (Pramasari *et al.* 2021). Delignifikasi tinggi akibat penambahan alkali dan *autoclave* dengan suhu tinggi dapat meningkatkan *digestibility* substrat ion-ion OH⁻ yang memutuskan ikatan lignin dan melarutkan lignin menjadi turunan aromatik lignin (Shankarappa dan Geeta 2013).

2.3 Daun tebu (*Saccharum officinarum* (L))

Tebu (*Saccharum officinarum* (L)) merupakan tanaman asli tropika basah. Tanaman tebu merupakan kelompok dari keluarga Poaceae dengan genus *Saccharum* (Nair 2009). Tanaman tebu memiliki daun yang tidak lengkap karena terdiri dari helai, daun, dan pelepah daun. Daun tebu merupakan salah satu limbah padat yang dihasilkan dari tanaman dengan pemanfaatan batang sebagai bahan baku gula. Total produksi tanaman tebu Indonesia dalam kurun waktu 2018-2020 mencapai 6529,4 ribu ton dengan rata-rata 2176,47 ribu ton, dengan total luas perkebunan sekitar 181,93 ribu hektare (BPS 2020). Kebutuhan industri gula di Indonesia mengakibatkan berkembangnya perkebunan tebu. Hermiati *et al.* (2020) menyebutkan tanaman tebu memiliki komponen kimia holoselulosa sebesar 70,5% (selulosa 35%, hemiselulosa 35,5%), lignin 17,4% dan zat ekstraktif 2,3%. Tanaman tebu disajikan pada Gambar 1a, sedangkan daun tebu dapat dilihat pada Gambar 1b.



Gambar 1 Tanaman tebu (a) dan daun tebu (b) (Sumber: Hamida dan Suhara 2019)

III METODE

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari sampai dengan Agustus 2021 bertempat di Laboratorium *integrated laboratory of bioproducts* (ILaB) Pusat Penelitian Biomaterial BRIN Cibinong, Bogor.

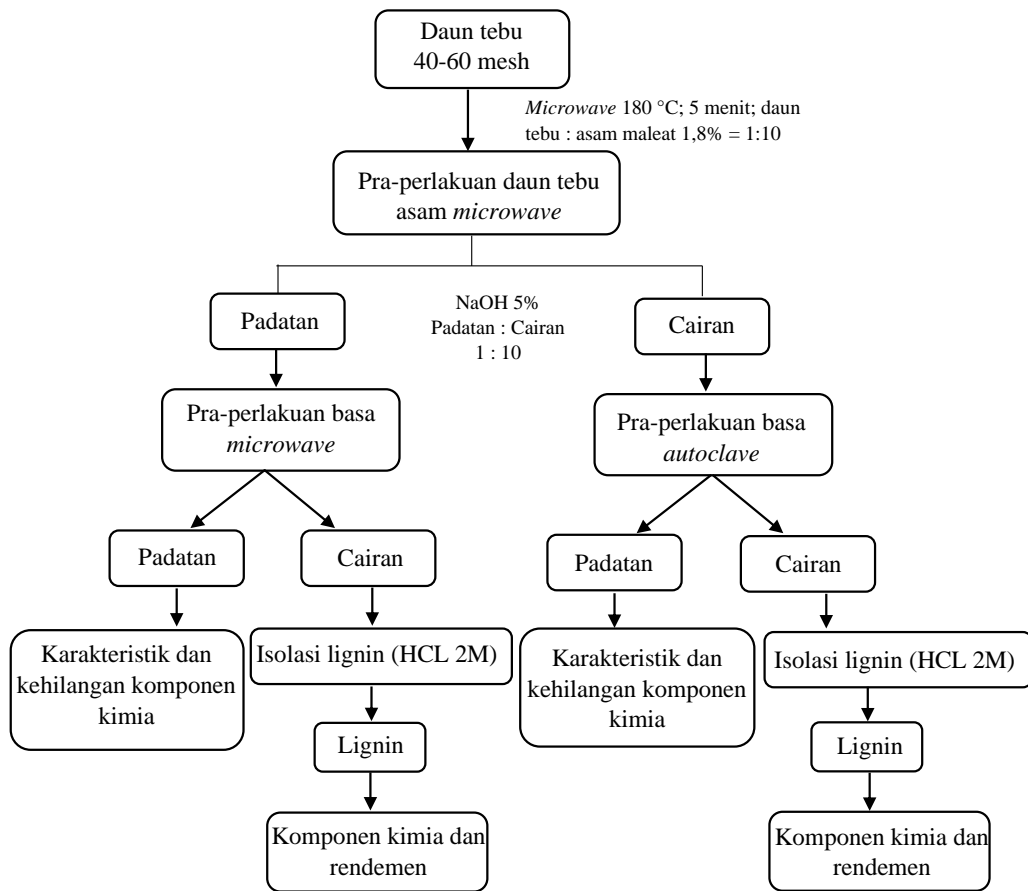
3.2 Alat dan Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah daun tebu (*Saccharum officinarum* (L)) yang berasal dari PT PG Rajawali II, Subang, Jawa Barat, Indonesia. Bahan kimia yang digunakan terdiri dari etanol 97%, benzena (C_6H_6), natrium hidroksida (NaOH) dengan konsentrasi 5%, 8,3% dan 17%, akuades, asam asetat (CH_3COOH), asam sulfat (H_2SO_4) 72%, asam klorida (HCl) 2M, sodium klorit ($NaClO_2$), kertas saring, dan plastik.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya *willey mill*, alat penyaring bertingkat untuk penyimpan sampel uji ukuran 40-60 mesh, microwave digester (Milestone START D), *autoclave*, Sentrifuge, Spektrofotometer UV-Vis (SHIMADZU UV-1800), *Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy* (FTIR), *Pyrolysis-gas chromatography-massspectrometry* (PyGCMS) dengan sistem GC/MS QP-2020 NX (Shimadzu, Jepang) dan PerkinElmer Thermo Gravimetric Analyzer (TGA 4000), *Differential Scanning Calorimeter* (DSC 4000) PerkinElmer. Peralatan pendukung lainnya antara lain *magnetic stirrer*, bulb merah, pH meter, pipet tetes, corong Buchner, neraca analitik, cawan petri, IG3, spatula, desikator, oven, *waterbath*, timbangan, peralatan gelas laboratorium, alat tulis dan laptop.

3.3 Prosedur Kerja

Perencanaan penelitian disusun sesuai dengan proses pra-perlakuan. Gambar 2 memperlihatkan bagan umum proses penelitian yang dilakukan pada biomassa daun tebu. Proses ini dilakukan dengan dua tahap pra-perlakuan sebelum dilakukan pengujian komponen kimia. Tahap pertama adalah pra-perlakuan asam maleat-*microwave* dan tahap kedua adalah pra-perlakuan yang dibagi menjadi 2 proses yaitu pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* dan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave*.



Gambar 2 Bagan alir karakteristik lignin daun tebu

Preparasi Sampel Awal

Sampel daun tebu dikeringkan dan dipotong kecil-kecil dengan panjang sekitar 5 cm. Sampel daun tebu digiling dengan *disk mill* hingga menjadi serbuk dan diayak untuk mendapatkan serbuk 40-60 mesh. Partikel lolos 40 mesh tertahan 60 mesh dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105 °C selama 24 jam sampai kondisi kadar air (KA) kering oven. Sampel daun tebu sebanyak 3 g berat kering oven (BKO) ditambahkan asam maleat 1,8 % kemudian diiradiasi *microwave* pada suhu 180 °C selama 5 menit dengan perbandingan serbuk daun tebu terhadap larutan 1:10 (w/v).

Preparasi Sampel Lanjutan

Isolasi lignin dari daun tebu dilakukan dengan beberapa tahap yang meliputi tahap pra-perlakuan asam menggunakan iradiasi *microwave* dan dilanjutkan tahap pra-perlakuan iradiasi *microwave* dan *autoclave* dengan tambahan basa kuat. Fraksi padat hasil pra-perlakuan (*pulp*) ditimbang dan diukur kadar airnya untuk mengetahui karakteristik kimia dan kehilangan berat dari proses pra-perlakuan, sedangkan, fraksi cair dilakukan proses lebih lanjut berupa isolasi lignin.

Isolasi Lignin Pra-perlakuan dengan Bantuan *Microwave* dan *Autoclave*

a. Metode isolasi pra-perlakuan asam-*microwave* dan basa-*microwave*

Sebanyak 3 g berat kering oven (BKO) padatan biomassa pra-perlakuan asam *microwave* ditambahkan 30 mL larutan NaOH 5% dengan perbandingan 1:10 (w/v) kemudian diiradiasi dengan *microwave* pada suhu 121 °C selama 1 jam. Sampel dari proses *microwave* dipisahkan antara padatan dan cairan menggunakan kain penyaring. Fraksi cair hasil pra-perlakuan ini yang banyak mengandung lignin selanjutnya diisolasi ligninnya dengan penambahan larutan HCl 2 M hingga pH mencapai 2. Campuran selanjutnya didiamkan pada suhu ruang selama 12 jam sampai terbentuk fraksi padat dan fraksi cair. Fraksi cair dipisahkan menggunakan *centrifuge* dengan suhu ruang, kecepatan 8000 rpm dan waktu 20 menit. Fraksi padat dikeringkan dengan *freeze dry* pada suhu -47,6 °C dan vakum 0,857 bar selama 72 jam. Sampel lignin kering dihaluskan menggunakan mortar dan disaring dengan penyaring 60 mesh lalu disimpan dalam plastik klip diberi kode Lignin SCT-A.

b. Metode isolasi pra-perlakuan asam-*microwave* dan basa-*autoclave*

Sebanyak 3 g padatan biomassa pra-perlakuan asam *microwave* ditambahkan 30 mL larutan NaOH 5% dengan perbandingan 1:10 (w/v) dipanaskan dalam *autoclave* pada suhu 121 °C selama 1 jam. Sampel dipisahkan antara fraksi padat dan cair menggunakan kain penyaring. Isolasi lignin dilakukan dengan penambahan larutan HCl 2 M pada fraksi cair hasil pra-perlakuan basa-*autoclave*. Penambahan HCl dilakukan sampai pH mencapai 2. Campuran didiamkan pada suhu ruang selama 12 jam sampai terbentuk fasa padat dan cair. Bagian padat dipisahkan dengan *centrifuge* pada suhu ruang selama 20 menit dengan kecepatan 8000 rpm. Fasa yang terbentuk yaitu supernatan dipisahkan dan padatan lignin dikeringkan dengan *freeze dry* pada suhu -47,6 °C dan vakum 0,857 bar selama 72 jam. Sampel lignin kering dihaluskan menggunakan mortar dan disaring dengan ayakan 60 mesh lalu disimpan dalam plastik klip diberi kode Lignin SCT-B.

Karakteristik Padatan Biomassa Daun Tebu Hasil Pra-perlakuan Asam *Microwave*-Basa *Microwave* dan Asam *Microwave*-Basa *Autoclave*

a. Pengukuran kadar air (TAPPI Test Method T 264 cm-97)

Cawan petri dioven pada suhu 105 °C selama 4 jam, didinginkan dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang beratnya. Sampel sebanyak 0,1 g dalam cawan petri dioven pada suhu 105 °C selama 24 jam. Setelah itu, sampel didinginkan dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang hingga bobot tetap. Kadar air dalam sampel lignin dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{B-(C-A)}{B} \times 100$$

Keterangan:

A = berat kering oven cawan petri (g)

B = berat sampel awal (g)

C = berat kering oven sampel dan cawan petri akhir (g)

b. Kehilangan berat

Sampel daun tebu berupa padatan biomassa hasil pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *atuoclave* dikeringkan selama 24 jam dalam oven bersuhu 105 °C untuk dianalisis kehilangan berat komponen kimia (lignin, holoselulosa, hemiselulosa, α -selulosa, dan kadar abu) dihitung dengan rumus:

$$\text{Rendemen (\%)} = \left(\frac{(100-KA) \times m}{m_{\text{BKO}}} \right) \times 100$$

Keterangan:

KA = Kadar air sampel (%)

m = Berat sampel (g)

m_{BKO} = Berat kering oven sampel (g)

$$\text{Kehilangan berat (\%)} = \frac{CU - (CT \times PR)}{CU} \times 100$$

Keterangan:

CU = Komposisi kimia awal biomassa (%)

CT = Komposisi kimia dalam sampel pra-perlakuan (%)

PR = *Pulp recovery* (%)

c. Penentuan kadar abu (TAPPI Test Method T 211 om-02)

Cawan porselein dikeringkan dalam tanur bersuhu 525 ± 25 °C selama 30-60 menit, didinginkan dalam desikator selama 30-60 menit dan ditimbang beratnya. Padatan biomassa daun tebu hasil pra-perlakuan ditimbang sebanyak 0,2 g dalam cawan porselein dan diabukan dalam tanur pada suhu 525 ± 25 °C selama 6 jam. Sampel didinginkan dalam desikator selama 30-60 menit dan ditimbang bobotnya. Kadar abu sampel lignin dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{Kadar abu (\%)} = \frac{(C-A)}{B} \times 100$$

Keterangan:

A = berat kering oven cawan porselein kosong (g)

B = berat sampel tanpa kandungan air (g)

C = berat kering cawan porselein dan abu (g)

d. Kadar zat ekstraktif terlarut etanol-benzena (1:2) (TAPPI T204 cm-97)

Labu destilasi dikeringkan dalam oven 105 °C selama minimal 4 jam dan didinginkan dalam desikator selama 30 menit kemudian ditimbang berat kosong labu. Sebanyak 2 g sampel dimasukkan ke dalam timbel ekstraksi yang diberi kapas pada ujung atas timbel. Kadar air sampel dihitung bersamaan pada saat penimbangan sampel untuk ekstraktif. Alat ekstraksi disusun dan dinyalakan kemudian dimasukkan etanol-benzena (1:2) sebanyak 150 mL ke dalam labu. Sampel diekstraksi hingga warna larutan dalam sokhlet tidak berwarna. Larutan pengekstrak dalam labu dididihkan kemudian dipekatkan hingga hampir kering, sedangkan sampel dikeringkan dalam oven 60 °C dan disimpan untuk pengujian kadar holoselulosa dan kadar lignin klason. Labu dididihkan mengandung zat ekstraktif hingga bersisa sekitar 5 mL, lalu dikeringkan dalam oven 105 °C selama 24 jam, didinginkan dalam desikator selama 30 menit kemudian ditimbang berat akhirnya. Kadar zat ekstraktif dihitung dengan persamaan:

$$\text{Ekstraktif (\%)} = \left[\frac{(W_e - W_b)}{W_p} \right] \times 100$$

Keterangan:

W_e = berat kering ekstraktif (g)

W_p = berat kering sampel (g)

W_b = berat kering residu (g)

e. Kadar holoselulosa

Gelas saring IG3 dikeringkan dalam oven 105 °C minimal 4 jam dan didinginkan dalam desikator selama 30 menit lalu ditimbang berat kering ovennya. Sampel bebas ekstraktif ditimbang sebanyak 1 g dan dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer ukuran 100 mL. Akuades ditambahkan pada sampel sebanyak 40 mL, ditambahkan 1,5 mL NaClO_2 25% dan 0,125 mL asam asetat glasial 100%, kemudian ditutup rapat menggunakan plastik tahan panas. Sampel dipanaskan dalam *waterbath* selama 1 jam pada suhu 80 °C. Langkah tersebut diulang hingga sampel daun tebu berwarna putih. Sampel didinginkan dalam *icebath* kemudian disaring menggunakan gelas saring IG3 dengan bantuan pompa vakum. Sampel dicuci dengan air sebanyak 100 mL dan terakhir menggunakan aseton sebanyak 25 mL. Sampel dikeringkan dalam oven 105 °C selama 24 jam. Sampel didinginkan dalam desikator selama 30 menit, kemudian ditimbang beratnya. Kadar holoselulosa dihitung dengan persamaan:

$$\text{Holoselulosa (\%)} = \frac{B}{A} \times 100$$

Keterangan:

A = bobot serbuk kering udara (g)

B = bobot holoselulosa kering oven (g)

f. Kadar α -selulosa (Rowell 2005)

Gelas saring IG3 dikeringkan dalam oven 105 °C minimal 4 jam dan didinginkan dalam desikator selama 30 menit lalu ditimbang berat kering ovennya. Sampel holoselulosa ditimbang sebanyak 0,5 g dan dimasukkan ke dalam botol vial mulut lebar ± 20 mL ditambahkan NaOH 17 % b/v sebanyak 6,25 mL. Sampel diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit, dan dibiarkan tanpa pengadukan selama 30 menit. Akuades sebanyak 8,25 mL ditambahkan ke dalam campuran dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 menit dan dibiarkan tanpa pengadukan selama 1 jam. Sampel disaring menggunakan gelas saring IG3 dan dibilas menggunakan NaOH 8.3 % b/v sebanyak 25 mL, lalu cuci menggunakan akuades sebanyak 100 mL. Sampel dibilas asam asetat 10 % b/b sebanyak 10 mL (dibiarkan selama 3 menit), dan disaring hingga seluruh larutannya terhisap. Sampel dibilas menggunakan akuades hingga netral. Sampel dikeringkan dalam oven 105 °C selama 24 jam, kemudian didinginkan dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang beratnya. Kadar α -selulosa dihitung dengan persamaan:

$$\alpha\text{-selulosa (\%)} = \frac{B}{A} \times 100$$

Keterangan:

A = bobot serbuk kering udara (g)

B = bobot α -selulosa kering oven (g)

g. Kadar hemiselulosa

Kadar hemiselulosa ditentukan berdasarkan selisih antara kadar holoselulosa dengan kadar α -selulosa (Punyamurthy *et al.* 2013).

$$\text{Hemiselulosa (\%)} = \text{Holoselulosa (\%)} - \text{Alfaselulosa (\%)}$$

h. Analisis kadar lignin (Prosedur NREL LAP-003 dan LAP-004)

Padatan biomassa daun tebu hasil pra-perlakuan ditimbang sebanyak 0,3 g dalam botol vial, dan ditambahkan 3 mL H₂SO₄ 72%. Pencampuran dilakukan dengan bantuan *magnetic stirrer* berkecepatan putar 150 rpm selama 2 jam. Sampel dimasukkan ke dalam botol duran dan diencerkan hingga mencapai konsentrasi 4% b/v atau ditambahkan 84 mL akuades. Sampel dipanaskan dalam *autoclave* pada suhu 121 °C selama 1 jam kemudian disaring. Filtrat sebanyak \pm 10 mL disimpan untuk pengukuran lignin terlarut asam. Sampel dalam gelas saring IG3 dicuci dengan air panas minimum 50 mL. Endapan yang tersaring (lignin tidak terlarut asam) dimasukkan dalam oven bersuhu 105 °C selama 24 jam dan dimasukkan ke dalam desikator selama 30 menit, lalu ditimbang. Filtrat diencerkan dalam tabung reaksi. Larutan blanko disiapkan dengan 3 mL H₂SO₄ 72% ditambahkan 84 mL dan dipipet kembali pada tabung reaksi untuk diencerkan sebanyak pengenceran pada larutan sampel. Larutan diaduk dengan *vortex* dan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 240 nm. Kadar lignin tidak larut asam *Acid Insoluble Lignin* (AIL) dan lignin larut asam atau *Acid Soluble Lignin* (ASL) masing-masing dihitung dengan rumus:

$$\text{AIR}^* (\%) = \frac{(\text{berat kering oven IG3 dan AIL (g)} - \text{berat kering oven IG3 (g)})}{\text{berat sampel tanpa kandungan air (g)}} \times 100$$

$$\text{AIL (\%)} = \text{AIR (\%)} - \text{Kadar abu (\%)}$$

$$\text{ASL (\%)} = \frac{\text{UVabs} \times \text{Volume filtrat} \times \text{Banyaknya pengenceran}}{\epsilon \times \text{Berat sampel tanpa kandungan air} \times \text{Panjang gelombang}} \times 100$$

*AIR = *Acid Insoluble Residue*

Analisis Fraksi Cair Hasil Pra-perlakuan Asam *Microwave*-Basa *Microwave* dan Asam *Microwave*-Basa *Autoclave*

a. Pengukuran kadar air lignin (TAPPI Test Method T 264 cm-97)

Cawan petri dioven pada suhu 105 °C selama 4 jam, didinginkan dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang beratnya. Sampel sebanyak 0,1 g dalam cawan petri dioven pada suhu 105 °C selama 24 jam. Sampel didinginkan dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang hingga bobot tetap. Kadar air dalam sampel lignin dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{B - (C - A)}{B} \times 100$$

Keterangan:

A = berat kering oven cawan petri (g)

B = berat sampel awal (g)

C = berat kering oven sampel dan cawan petri akhir (g)

b. Penentuan kadar abu lignin berdasarkan TAPPI Test Method T 211 om-02

Cawan porselein dikeringkan dalam tanur bersuhu 525 ± 25 °C selama 30-60 menit, didinginkan dalam desikator selama 30-60 menit dan ditimbang beratnya. Padatan biomassa daun tebu hasil pra-perlakuan ditimbang sebanyak 0,2 g dalam cawan porselein dan diabukan dalam tanur pada suhu 525 ± 25 °C selama 6 jam. Sampel didinginkan dalam desikator selama 30-60 menit dan ditimbang bobotnya. Kadar abu sampel lignin dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{Kadar abu lignin (\%)} = \frac{(C-A)}{B} \times 100$$

Keterangan:

- A = berat kering oven cawan porselein kosong (g)
 B = berat sampel tanpa kandungan air (g)
 C = berat kering cawan porselein dan abu (g)

c. Analisis kemurnian lignin (Prosedur NREL LAP-003 dan LAP-004)

Endapan fraksi cair daun tebu hasil pra-perlakuan yang sudah di *freeze dry* ditimbang sebanyak 0,3 g dalam botol vial dan ditambahkan 3 mL H₂SO₄ 72%. Sampel diaduk dengan bantuan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam. Sampel dimasukkan ke dalam botol duran dan diencerkan hingga mencapai konsentrasi 4% b/v atau ditambahkan 84 mL akuades. Sampel dipanaskan dalam *autoclave* pada suhu 121 °C selama 1 jam kemudian disaring. Filtrat sebanyak ± 10 mL disimpan untuk pengukuran lignin terlarut asam. Sampel dalam gelas saring IG3 dicuci dengan air panas minimum 50 mL. Endapan yang tersaring (lignin tidak terlarut asam) dimasukkan dalam oven bersuhu 105 °C selama 24 jam dan dimasukkan ke dalam desikator selama 30 menit, lalu ditimbang. Filtrat diencerkan dalam tabung reaksi. Larutan blanko disiapkan dengan 3 mL H₂SO₄ 72% ditambahkan 84 mL dan dipipet kembali pada tabung reaksi untuk diencerkan sebanyak pengenceran pada larutan sampel. Larutan diaduk dengan vortex dan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 240 nm. Kadar lignin tidak larut asam *Acid Insoluble Lignin* (AIL) dan lignin larut asam atau *Acid Soluble Lignin* (ASL) masing-masing dihitung dengan rumus:

$$\text{AIR}^* (\%) = \frac{(\text{berat kering oven IG3 dan AIL (g)} - \text{berat kering oven IG3 (g)})}{\text{berat sampel tanpa kandungan air (g)}} \times 100$$

$$\text{AIL (\%)} = \text{AIR (\%)} - \text{Kadar abu (\%)}$$

$$\text{ASL (\%)} = \frac{\text{UVabs} \times \text{Volumefiltrat} \times \text{Banyaknya pengenceran}}{\epsilon \times \text{Berat sampel tanpa kandungan air} \times \text{Panjang gelombang}} \times 100$$

*AIR = *Acid Insoluble Residue*

d. Penentuan tipe monomer lignin dengan Py-GC-MS

Tipe monomer penyusun lignin, unit guaiasil dan siringil, diukur menggunakan alat *Pyrolysis-gas chromatography-massspectrometry* (Py-GC-MS) berdasarkan metode yang dikembangkan oleh Izumi *et al.* (2017). Sampel lignin sekitar 500-600 µg dimasukkan ke dalam eco-cup SF PYI-EC50F ditutup dengan *glass wool*. Sampel dalam eco-cup dipirolisis pada suhu 5000 °C selama 0,1 menit menggunakan pirolisis multi-shot (EGA/PY-3030D) terhubung dengan (suhu antarmuka 280 °C) serta dilengkapi dengan kolom SH-Rxi-55il MS (ketebalan film

30 m × 0,25 mm i.d. 0,25 µg), elektron 70 eV, dan helium sebagai gas pembawa. Tekanan yang digunakan adalah 20,0 kPa (15,9 mL/menit, aliran kolom 0,61 mL/menit). Suhu untuk GC yaitu 50 °C dan ditahan selama 1 menit, kemudian suhu dinaikkan sampai 280 °C (5 °C/menit), dan 13 menit pada 280 °C. produk hasilnya dapat diidentifikasi dengan cara membandingkan waktu retensi dan data spektrum massa yang terdapat pada program NIST LIBRARY 2017. Nisbah siringil/guaiasil dihitung berdasarkan nisbah area puncak kromatogram dari produk pirolisis unit siringil dan guaiasil lignin

e. Analisis gugus fungsi lignin menggunakan *fourier transform infra-red spectroscopy* (FTIR)

Identifikasi gugus fungsi lignin dilakukan menggunakan Perkin-Elmer Spectrum FTIR dengan metode *Universal Attenuated Total Reflectance* (UATR). Sampel lignin diletakkan dalam sampel holder, ditekan, dibaca pola spektranya dan direkam dengan rata-rata 32 scan pada resolusi 4 cm⁻¹ dalam panjang gelombang mulai dari 400-4000 cm⁻¹.

f. Analisis termogravimetri (TGA)

Sampel lignin sebanyak 4 mg ditimbang dalam standard *ceramic crucible* dan ditempatkan dalam PerkinElmer Thermogravimetric Analyzer (TGA 4000) kemudian dipanaskan pada suhu kamar (25 °C) hingga 750 °C dengan kecepatan 10 °C/menit. Pengujian dilakukan di bawah atmosfer argon dengan laju alir 20 mL/min. Kurva penurunan berat terhadap suhu diperoleh dari hasil analisis menggunakan TGA.

g. Analisis *differential scanning calorimetry* (DSC)

Analisa DSC sampel lignin dilakukan dengan instrumen PerkinElmer *Differential Scanning Calorimeter* (DSC 4000). Setiap sampel (± 3,2 mg) ditimbang ke dalam standard aluminum pan (40 µL) dan dipanaskan pada suhu 30 °C hingga 100 °C dengan laju pemanasan 10 °C/menit, kemudian ditahan selama 3 menit pada suhu 100 °C, dilanjutkan pendinginan dari suhu 100 °C hingga -20 °C dengan laju pendinginan 10 °C/menit, kemudian ditahan pada suhu -20 °C selama 3 menit. Pemanasan dilanjutkan dari suhu 30 °C hingga 200 °C dengan laju pendinginan 10 °C/menit dan ditahan selama 1 menit. Pendinginan dilakukan dari suhu 200 °C hingga 30 °C dengan laju pendinginan 10 °C/menit. Nilai Tg dihitung secara otomatis menggunakan software DSC 4000 pyris 1 PerkinElmer.

IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Kadar Komponen Kimia

Pemanfaatan biomassa daun tebu dapat ditingkatkan dengan pra-perlakuan 2 tahap yaitu asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave*. Pra-perlakuan tahap pertama dengan penambahan asam-*microwave* untuk melarutkan hemiselulosa sementara tahap 2 dengan penambahan basa (NaOH) untuk melarutkan lignin yang terkandung dalam biomassa (Ethaid *et al.* 2015). Tabel 2 menyajikan komponen kimia hasil pra-perlakuan dalam melarutkan lignin.

Tabel 2 Komponen kimia daun tebu hasil pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave*

Komponen Kimia (%)	Pra-perlakuan			
	Kontrol (Hemiati <i>et al.</i> 2020)	Asam maleat- <i>microwave</i>	Asam <i>microwave</i> -basa <i>microwave</i>	Asam <i>microwave</i> -basa <i>autoclave</i>
Kadar Air (%)	2,17 ± 0,14	1,71 ± 0,58	1,14 ± 0,07	2,48 ± 0,14
Ekstraktif (%)	2,25 ± 0,11	9,01 ± 1,78	3,54 ± 1,06	4,16 ± 0,65
Kadar Abu (%)	6,86 ± 0,11	4,63 ± 0,06	0,40 ± 0,06	0,24 ± 0,06
Holoseulosa (%)	70,54 ± 1,85	68,61 ± 0,35	84,18 ± 0,11	83,91 ± 1,15
α -selulosa (%)	35,00 ± 1,11	54,01 ± 0,16	69,83 ± 1,15	72,43 ± 0,71
Hemiselulosa (%)	35,54 ± 0,74	14,60 ± 0,19	14,35 ± 0,35	11,48 ± 0,44
Lignin				
AIL (%)	17,44 ± 3,69	24,63 ± 0,20	2,82 ± 0,23	2,83 ± 0,77
ASL (%)	-	5,66 ± 0,09	1,43 ± 0,02	1,29 ± 0,00

*AIL = acid insoluble lignin, ASL = acid soluble lignin

Pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* dapat meningkatkan kadar α -selulosa dan menurunkan kadar hemiselulosa serta lignin. Peningkatan kadar α -selulosa disebabkan oleh hemiselulosa yang terdegradasi pada pra-perlakuan asam dan terlarutnya lignin pada pra-perlakuan basa. Menurut Fatriasari *et al.* (2018) pra-perlakuan asam-*microwave* dapat meningkatkan degradasi hemiselulosa dibandingkan degradasi lignin sehingga meningkatnya kadar selulosa. Kadar lignin mengalami penurunan yang lebih tinggi dibandingkan dengan komponen lainnya. Menurut Lismeri *et al.* (2017) pra-perlakuan basa (NaOH) dapat memutuskan ikatan kimia antara komponen kimia lignoselulosa terutama dalam melarutkan lignin, sehingga meningkatkan proporsi kadar selulosa. Pra-perlakuan dengan menggunakan larutan NaOH dapat menghasilkan kadar selulosa yang tinggi dibandingkan dengan alkali lainnya karena NaOH dapat merusak struktur lignin.

Kadar α -selulosa dalam sampel pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* lebih tinggi dibandingkan dengan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave*. Degradasi hemiselulosa dan lignin dalam pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* lebih tinggi dibandingkan dengan asam *microwave*-basa *microwave*, sehingga kadar hemiselulosa pra-perlakuan asam *microwave*-basa

autoclave lebih rendah dibandingkan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave*. Dalam penelitian Pramasari *et al.* (2021) daun tebu yang diberi pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* dapat meningkatkan kadar selulosa. Hal ini mengkonfirmasi bahwa basa-*autoclave* dapat mempertahankan selulosa dan penambahan NaOH dengan suhu tinggi pada pra-perlakuan bekerja secara efektif pada proses delignifikasi lignin. Widyawati dan Argo (2014) menyatakan pra-perlakuan *microwave* dengan penambahan alkali dapat mendegradasi lignin lebih banyak karena polimer lignin dalam dinding sel akan terurai dengan cara memutus ikatan hidrogen dan kovalen.

Kadar ekstraktif dalam sampel daun tebu hasil pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* lebih tinggi dibandingkan dengan kontrol. Sebagai komponen non-struktural, ekstraktif dilarutkan untuk memudahkan akseibilitas enzim ke dalam substrat (Fatriasari *et al.* 2018).

4.2 Kehilangan Komponen Kimia

Kehilangan komponen kimia (selulosa, hemiselulosa dan lignin) dari daun tebu akibat pra-perlakuan disajikan pada Tabel 3. Kehilangan komponen kima daun tebu pra-perlakuan asam maleat-*microwave* dalam penelitian ini mengacu pada hasil penelitian Hemiaty *et al.* (2020).

Tabel 3 Kehilangan komponen kimia daun tebu setelah pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave*

Komponen Kimia (%)	Pra-perlakuan		
	Asam maleat- <i>microwave</i>	Asam <i>microwave</i> - basa <i>microwave</i>	Asam <i>microwave</i> - basa <i>autoclave</i>
Holoseulosa	70,56 ± 0,15	62,86 ± 0,03	68,83 ± 0,26
α-selulosa	53,29 ± 0,14	36,69 ± 0,57	36,16 ± 0,32
Hemiselulosa	87,56 ± 0,16	87,19 ± 0,72	90,03 ± 0,20
AIL	55,19 ± 0,33	94,80 ± 0,21	94,99 ± 0,70
Pulp recovery	30,27 ± 3,72	31,73 ± 3,83	30,85 ± 3,86

Kehilangan komponen kimia tertinggi akibat pra-perlakuan *microwave*-basa *microwave* dan *microwave*-basa *autoclave* adalah AIL (94%), diikuti oleh hemiselulosa (88%). Hal ini mengidentifikasi bahwa pra-perlakuan *microwave*-basa *microwave* dan *microwave*-basa *autoclave* berhasil menghilangkan sebagian besar lignin dan hemiselulosa dari daun tebu, sehingga memfasilitasi enzim dalam memecah selulosa menjadi glukosa. Sebagian kecil selulosa terdegradasi selama proses pra-perlakuan. Pra-perlakuan NaOH dalam *autoclave* sangat efektif dalam mengurangi kandungan lignin (Obeng *et al.* 2019). Zhu *et al.* (2016) menyatakan pra-perlakuan gelombang mikro memberikan pengaruh yang kecil terhadap kehilangan lignin karena gelombang mikro kurang reaktif terhadap struktur lignin yang bersifat polar dibandingkan polisakarida (selulosa dan hemiselulosa). *Pulp recovery* hasil pra-perlakuan *microwave*-basa *microwave* dan *microwave*-basa *autoclave* cenderung memiliki nilai yang sama dari pra-perlakuan asam maleat-*microwave*. Hal ini dikarenakan kehilangan sejumlah komponen kimia dalam daun

tebu terutama kehilangan lignin yang berkontribusi terhadap rendahnya nilai *pulp recovery*. Anita *et al.* 2020 menyatakan pra-perlakuan dapat mendegradasi sejumlah polisakarida dan lignin dalam biomassa, sehingga pulp dan fraksi solid setelah pra-perlakuan dapat mengalami penurunan. Cao *et al.* (2012) dan Pramasari *et al.* (2017) menambahkan pra-perlakuan dengan suhu dan tekanan tinggi selama kondisi basa dapat mempertahankan selulosa, menghilangkan lignin dan hemiselulosa, tetapi tidak baik dalam mempertahankan *pulp recovery*.

4.3 Kadar Kemurnian Lignin

Kadar kemurnian lignin menunjukkan kandungan lignin dalam isolate lignin dari daun tebu. Penentuan kadar kemurnian lignin ditentukan dengan pengujian lignin tidak terlarut asam (AIL) dan lignin terlarut asam (ASL). Hasil pengujian kadar kemurnian lignin sampel yang diberi pra-perlakuan dari daun tebu dibandingkan dengan lignin komersial (Lignin *Sigma Aldrich*). Hasil pengujian kadar kemurnian lignin dalam penelitian disajikan pada Tabel 4.

Tabel 4 Komponen kimia lignin setelah pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave*

Komponen Kimia	Pra-perlakuan			Lignin lindi hitam (Santoso 2020)
	Lignin Komersial	Asam <i>microwave</i> -basa <i>microwave</i>	Asam <i>microwave</i> -basa <i>autoclave</i>	
AIL (%)	97,05 ± 0,22	76,12 ± 1,43	66,82 ± 1,32	77,36
ASL (%)	1,6 ± 0,05	6,55 ± 0,02	6,51 ± 0,23	29,22
Kadar Abu (%)	2,53 ± 0,06	25,76 ± 3,13	22,20 ± 0,37	0,48
Kadar Air (%)	14,91 ± 0,27	5,63 ± 0,47	5,93 ± 0,15	5,62
Rendemen (%)	-	27,80	35,01	35,39

Lignin yang diisolasi dari fraksi cair hasil pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* memiliki kemurnian lebih tinggi dibandingkan dengan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave*. Tingkat kemurnian isolasi lignin hasil pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* diperoleh cukup tinggi yang ditunjukkan dengan kadar lignin tidak larut asam mencapai diatas 68%. Hal ini sesuai dengan penelitian Dehani *et al.* (2013) bahwa pemanasan gelombang mikro dapat meningkat pada cairan ataupun padatan dan merubah energi elektromagnetik menjadi panas dan interaksi gelombang mikro pada pra-perlakuan mampu memecah struktur lignin yang kompleks menjadi struktur-struktur penyusunnya yang lebih sederhana. Tingkat kemurnian lignin hasil penelitian ini lebih rendah dibandingkan dengan tingkat kemurnian lignin komersil dan lignin lindi hitam hasil penelitian Santoso (2020).

Perbedaan kemurnian isolasi lignin dapat terjadi karena perbedaan kandungan mineral dan air (Suhartati *et al.* 2016). Hermiati *et al.* (2017) menambahkan perbedaan kadar air dan kadar abu pada isolasi lignin menghasilkan kemurnian lignin yang berbeda. Nilai rendemen hasil pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* lebih rendah dibandingkan penelitian Santoso (2020) pada lindi hitam. Hal ini diduga karena adanya penambahan NaOH 5% pada proses pra-perlakuan yang dapat menurunkan kadar lignin yang cukup besar, karena adanya reaksi pemutusan ikatan lignin

menjadi lebih cepat. Gustriani *et al.* (2013) menyatakan semakin lama pemasakan berarti larutan NaOH berinteraksi dengan serpihan ampas tebu sehingga lignin yang larut makin banyak, sedangkan pemasakan lebih lanjut meimbulkan proses degradasi alkali komponen kimia yang dapat menurunkan rendemen.

4.4 Nisbah Siringil/Guaiasil Lignin

Hasil penelitian menunjukkan bahwa terdapat keragaman nilai rasio siringil-guaiasil (S/G) lignin antara pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* yang tidak terlalu besar. Unit monomer penyusun lignin yang terkandung dalam daun tebu pra-perlakuan disajikan pada Tabel 5.

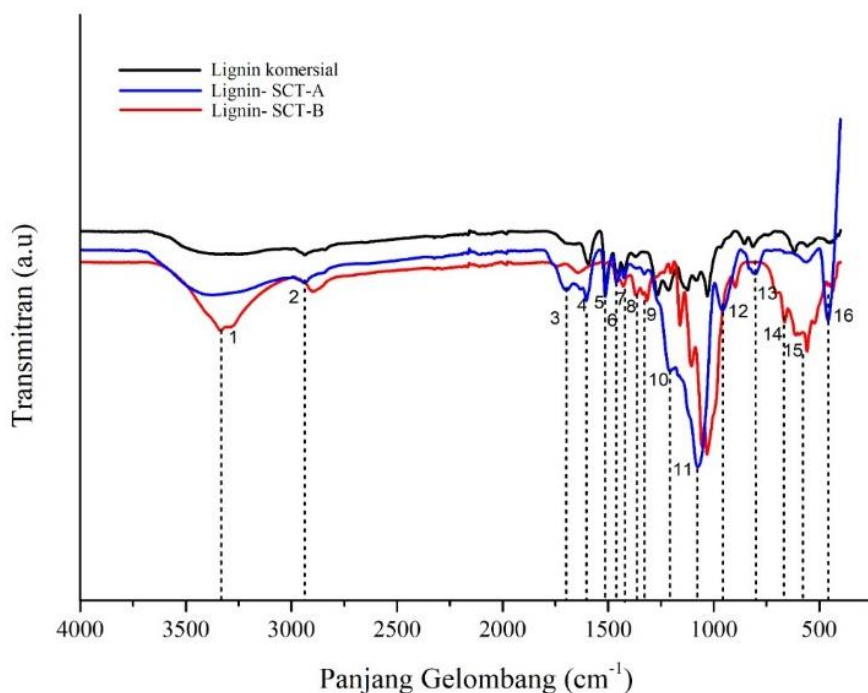
Tabel 5 Proporsi jenis monomer penyusun daun tebu dengan PyGCMS

Pra-perlakuan	Proporsi S : G : H (%)	S/G Rasio
Lignin komersial	1.85 : 84.69 : 13.44	0,02
Asam <i>microwave</i> -basa <i>microwave</i>	33.66 : 47.51 : 18.84	0,71
Asam <i>microwave</i> -basa <i>autoclave</i>	33.08 : 46.88 : 20.05	0,71

Lignin daun tebu termasuk kedalam kelompok lignin SGH (siringil, guaiasil dan p-hidroksifenil). Hasil penelitian ini mengonfirmasi bahwa lignin daun tebu merupakan jenis lignin dalam kelompok lignin rumput-rumputan yang tersusun atas unit monomer yaitu siringil, guaiasil dan p-hidroksifenil (Higuchi 2006). Rasio S/G dapat digunakan untuk menduga degradasi unit penyusun monomer lignin dimana semakin tinggi rasio S/G menunjukkan peningkatan laju delignifikasi (Fajriutami *et al.* 2016). Pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* memiliki nisbah S/G yang sama dan lebih tinggi dibandingkan dengan lignin komersial.

4.5 Karakteristik Gugus Fungsi Lignin

Analisis FTIR dapat mengidentifikasi gugus fungsi pada daun tebu. Menurut Ahmad *et al.* (2010), FTIR merupakan salah satu teknik spektroskopi infrared yang dapat menganalisis struktur polisakarida dan mengamati bahan struktural dalam biopolimer. Spektra FTIR yang terdapat pada Gambar 3 menunjukkan bahwa lignin hasil pra-perlakuan dan lignin komersial memiliki pita serapan yang relatif sama. Hal ini menunjukkan bahwa proses pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* bertujuan untuk menghilangkan komponen non-lignin dan tidak mengubah struktur lignin yang dihasilkan. Pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* dalam NaOH 5% dapat meningkatkan α -selulosa dan menurunkan hemiselulosa tertera pada Tabel 4. Peningkatan kadar α -selulosa disebabkan oleh hemiselulosa yang terdegradasi pada pra-perlakuan asam dan terlarutnya lignin pada pra-perlakuan basa. Menurut Fatriasari *et al.* (2018) pra-perlakuan asam-*microwave* dapat meningkatkan degradasi hemiselulosa sehingga meningkatnya kadar selulosa.



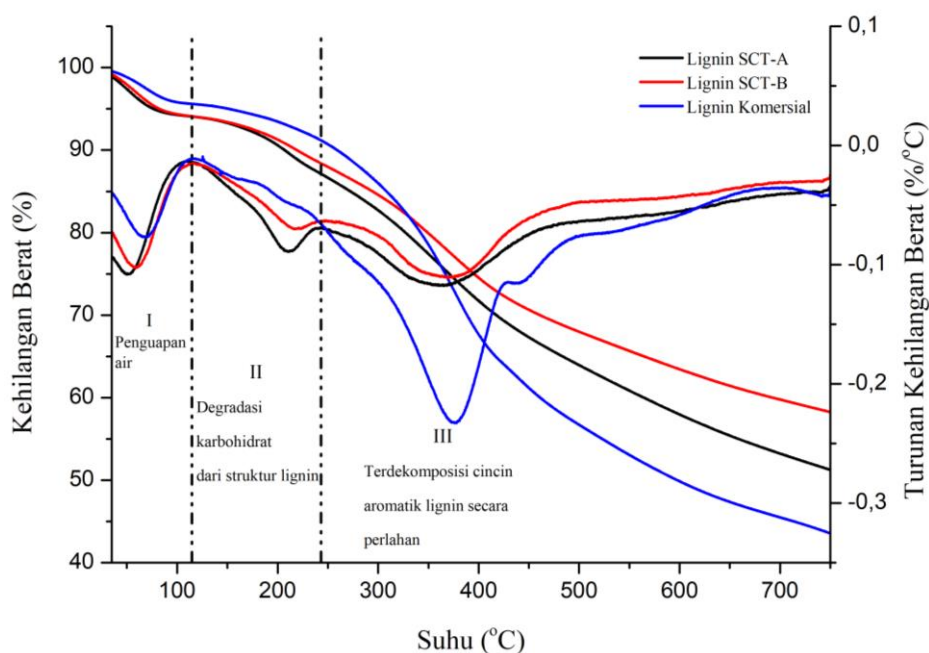
Gambar 3 Spektra FTIR lignin daun tebu

Spektrum lignin daun tebu pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* disajikan pada Gambar 1. Beberapa puncak khas tersebut diantaranya C-H (fenolik), C=O (aromatik) dan C-O (fenolik) menunjukkan lignin. Puncak serapan utama lignin daun tebu pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* menunjukkan konsistensi yang baik dan serupa. Puncak kuat teridentifikasi pada bilangan gelombang 1697 (3) cm^{-1} , 1603 cm^{-1} (4) dan 1514 cm^{-1} (5) yang menunjukkan adanya vibrasi regangan C=O keton, karbonil dan gugus ester C=O dan regangan rangka aromatik; G > S regangan rangka aromatik plus. Puncak serapan pada bilangan gelombang 1462 (6) cm^{-1} dan 1426 (7) cm^{-1} berhubungan dengan deformasi ikatan CH pada lignin dan selulosa. Puncak serapan pada bilangan gelombang 1168 cm^{-1} berasal dari gugus CH deformasi unit guaiasil. Puncak serapan lemah pada 1027 cm^{-1} menunjukkan regangan ikatan CO pada cincin siringil. Puncak serapan lemah pada bilangan gelombang 1075 cm^{-1} mengandung lebih sedikit gugus hidroksil dari alkohol sekunder, yang mungkin diakibatkan oleh pelepasan gugus hidroksil dengan mudah pada rantai samping alifatik lignin.

4.6 Analisis Termal Menggunakan TGA

Kurva penurunan berat terhadap temperatur dihasilkan dari pengujian *thermal gravimetric analysis* (TGA). Gambar 4 menunjukkan degradasi termal dari ketiga sampel lignin daun tebu dengan pra-perlakuan berupa lignin komersial, asam *microwave*-basa *microwave*, dan asam *microwave*-basa *autoclave* pada rentang temperatur yang luas dari sekitar 40-750 °C.

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



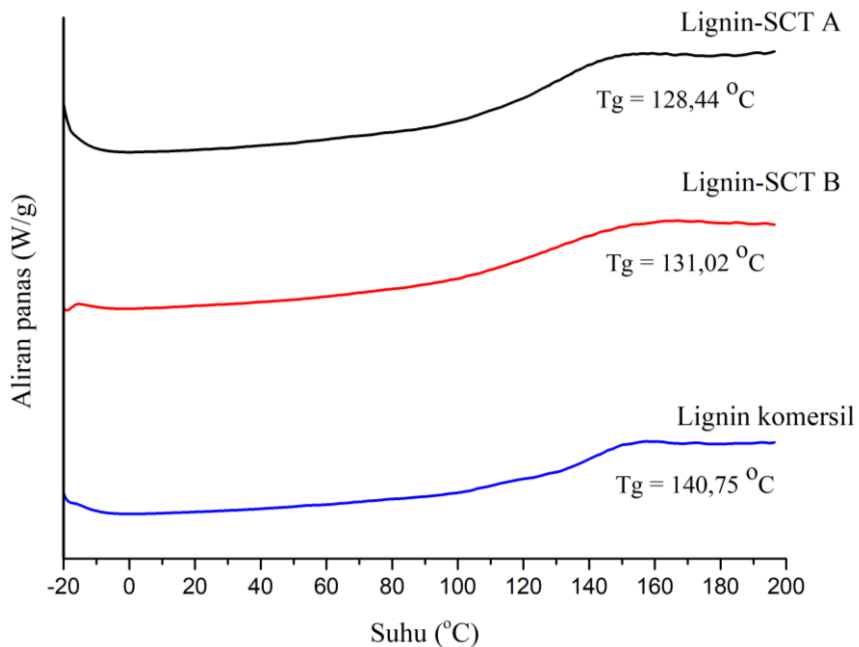
Gambar 4 TGA lignin daun tebu pra-pelakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave*

Proses pemanasan daun tebu terdapat tiga tahapan dalam dekomposisi lignin. Tahap dekomposisi pertama terjadi pada suhu 25-110 °C ditandai dengan adanya penguapan air dan kehilangan berat pada sampel lignin komersial, pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* masing-masing sebesar 6,5 %, 9,3 % dan 8,6 %. Menurut Diez *et al.* (2020) pada tahap degradasi pertama terjadi penurunan berat lignin pada suhu 25-100 °C yang disebabkan oleh proses penguapan air atau hilangnya kelembaban dalam sampel lignin. El mansouri *et al.* (2011) menambahkan hilangnya air dan zat mudah menguap dalam lignin terjadi sebelum temperatur 180 °C. Tahap dekomposisi kedua terjadi pada suhu 110-245 °C berupa degradasi karbohidrat dan kehilangan berat sampel lignin komersial, pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* masing-masing sebesar 19,7 %, 13,8 % dan 11,9 %. Santoso (2020) menyatakan degradasi karbohidrat dalam lignin terjadi pada temperatur 170-260 °C. Tahapan dekomposisi ketiga terjadi pada suhu 245-750 °C berupa dekomposisi cincin aromatik secara perlahan dan terjadi kehilangan berat sampel lignin komersial, pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* 30,2 %, 26,4 %, 21,2 %. Pada temperatur diatas 500 °C, proses degradasi mungkin terkait dengan dekomposisi lambat beberapa cincin aromatik dalam lignin (Zhao dan Liu 2010). Wijanarko (2017) menambahkan cincin aromatik mulai terdekomposisi dari temperatur 300 °C sampai 500 °C.

4.7 Analisis Termal Menggunakan DSC

Analisis termal DSC dapat digunakan untuk menjelaskan fase-fase transisi pada polimer. Perubahan aspek termodinamika pada suatu bahan dicirikan dengan adanya perubahan bentuk kristal (Putra *et al.* 2012). Gambar 5 merupakan kurva

termogram DSC dari lignin daun tebu komersial, pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* yang dihasilkan dari temperatur -20 hingga 200 °C terdapat puncak endoterm. Berdasarkan Gambar 4 puncak yang terbentuk ada satu yaitu titik transisi kaca (T_g) yang terjadi pada rentang suhu 125-141 °C. Nilai T_g lignin komersial terjadi pada suhu 140,75 °C lebih tinggi dibandingkan dengan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* ($T_g = 131,02$ °C) dan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* ($T_g = 128,44$) dengan perubahan entalpi sebesar 0,281 J/g°C. Tingginya nilai T_g sebagian besar terkait dengan pembentukan ikatan hidrogen antara gugus hidroksil fenolik dalam rantai utama lignin, selain itu jumlah cincin aromatik yang lebih tinggi pada rantai utama lignin juga berkontribusi pada nilai T_g yang tinggi (Buranov *et al.* 2010). Nilai T_g lignin daun tebu pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* terjadi pada suhu 128,44 °C dengan perubahan entalpi sebesar 0,485 J/g°C dan lebih rendah dibandingkan dengan nilai T_g lignin pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* terjadi pada suhu 131,02 °C dengan perubahan entalpi sebesar 0,590 J/g°C.



Gambar 5 Kurva DSC lignin daun tebu

V SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

Pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* mampu melarutkan lignin dan hemiselulosa yang cukup tinggi sehingga efektif dalam meningkatkan selulosa tetapi tidak baik dalam mempertahankan *pulp recovery* yang terkandung dalam daun tebu. Rasio S/G lignin daun tebu hasil pra-perlakuan memiliki nilai yang sama. FTIR hasil isolasi pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* mampu meningkatkan absorbansi dengan puncak-puncak khususnya yaitu C-H, C=O dan C-O. Karakteristik degradasi termal isolate lignin dari kedua metode relative sama untuk tahap penguapan air, degradasi karbohidrat dan dekomposisi cincin aromatik. Nilai *Tg* pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* yang dihasilkan lebih rendah dibandingkan asam *microwave*-basa *autoclave*. Perubahan komponen kimia dalam pra-perlakuan asam *microwave*-basa *autoclave* sesuai untuk pemanfaatan daun tebu.

5.2 Saran

Analisis lebih lanjut kandungan monosakarida cairan yang dihasilkan pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* serta melihat pengaruh karakteristik mikroskopis hasil pra-perlakuan asam *microwave*-basa *microwave* dan asam *microwave*-basa *autoclave* dari daun tebu.



DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad A, Anjum FM, Zahoor T, Nawaz H, Ahmed Z. 2010. Extraction and characterization of β -D-glucan from oat for industrial utilization. *International Journal of Biological Macromolecules*. 46:304-309.
- Anita SH, Fitria, Solihat NN, Sari FP, Risanto L, Fatriasari W, Hermiati E. 2020. Optimization of microwave-assisted oxalic acid pretreatment of oil palm empty fruit bunch for production of fermentable sugar. *Waste and Biomass Valorization*. Doi; <https://doi.org/10.1007/s12649-018-00566-w>
- Arni SA. 2018. Extraction and isolation methods for lignin separation from sugarcane baggase: a review. *Industrial Crops and Products*. 115:330-339.
- Ayyachamy M, Cliffe FE, Coyne JM, Collier J, Tuohy MG. 2013. Lignin: untapped biopolymer in biomass conversion technologies. *Biomass Conv. Bioref.* DOI: <https://link.springer.com/article/10.1007/s1339-013-0084-4>
- Boerjan W, Ralph J, Baucher M. 2003. Lignin Biosynthesis. *Annu. Rev. Plant Biol.* 54: 519-546. doi: 10.1146/annurev.arplant.54.031902.134938
- [BPS]. 2020. Produksi Tanaman Perkebunan (Ribuan ton) tahun 2018-2020. Badan Pusat Statistik.
- Bruce A, Palfreyman. 1998. Forest Product Biotechnology. Salisbury: International Ltd.
- Buranov AU, Ross KA, Mazza G. 2010. Isolation and characterization of lignins extracted from flax shives using pressurized aqueous ethanol. *Bioresource Technology*. 101: 744-7455.
Doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.04.086>
- Cao W, Sun C, Liu R, Yin R, Wu X. 2012. Comparison of the effects of five pretreatment methods on enhancing the enzymatic digestibility and ethanol production from sweet sorghum bagasse. *Bioresour Technol.* 111: 215–21
Doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.02.034>
- Dehani FR, Argo DB, Yulianingsih R. 2013. Pemanfaatan iradiasi gelombang mikro untuk memaksimalkan untuk proses *pretreatment* degradasi lignin Jerami padi (pada produksi bioetanol). *Jurnal Bioproses Komoditas Tropis*. 1(1): 13-20.
- Diez D, Uruena A, Pinero R, Barrio A, Tamminen T. 2020. Determination of hemicellulose, cellulose, and lignin content in different types of biomasses by Thermogravimetric Analysis and Pseudocomponent Kinetic Model (TGA-PKM Method). *Processes*. 8: 1-21. Doi: <https://doi.org/10.3390/pr8091048>
- El Mansouri NE, Yuan Q, Huang F. 2011. Study of chemical modification of alkaline lignin by the glyoxalation reaction. *BioResources*. 6(4): 4523-4536.
- Ethaid S, Omar R, Kamal SMM, Biak DRA. 2015. Microwave assisted pretreatment of lignocellulosic biomass: a review. *J. Eng. Sci. Technol.* 2: 97-109.
- Fajriutami T, Fatriasari W, Hermiati E. 2016. Pengaruh pra-perlakuan basa pada ampas tebu terhadap karakteristik pulp dan produksi gula pereduksi. *Journal Riset Industry*. 10(3): 147-161.
- Fatriasari, W, Raniya R, Anita SH, Hermiyati E. 2018. The improvement of sugar and bioethanol production of oil palm empty fruit bunches (*Elaeis guineensis*

- Jacq) through microwave-assisted maleic acid pretreatment. *BioResources*. 13(2): 4378–4403.
- Gabhane J, Prince William SPM, Vaidya AN, Mahapatra K, Chakrabarti T. 2011. Influence of heating source on the efficacy of lignocellulosic pretreatment - A cellulosic ethanol perspective. *Biomass and Bioenergy*. 35(1):96–102. doi: 10.1016/j.biombioe.2010.08.026
- Gillet S, Aguedo M, Petitjean L, Morais ARC, Da Costa Lopes AM, Łukasik RM, Anastas PT. 2017. Lignin transformations for high value applications: Towards targeted modifications using green chemistry. *Green Chem*. 19: 4200–4233. Doi: <https://doi.org/10.1039/C7GC01479A>
- Gustriani G, Chadijah S, Rustiah WO. 2013 Deleknifikasi ampas tebu untuk pembuatan pulp rendemen tinggi dengan proses peroksida alkali. *Alkimia*. 1(2): 45-51. DOI: <https://doi.org/10.24252/al-kimia.v1i2.1631>
- Hamida R, Suhara C. 2019. Pengaruh sugarcane streak mosaic virus terhadap anatomi dan kadar klorofil daun beberapa aksesori tebu (*Sacharrum officinarum*). *Jurnal Ilmu-ilmu Hayati*. 18(1): 37-45. Doi: <https://10.14203/beritabiologi.v18i.2288>
- Hermiati E, Risanto L, Lubis MAR, Laksana RPB, Dewi AR. 2017. Chemical characterization of lignin from kraft pulping black liquor of *Acacia mangium*. Makalah dipresentasikan pada *International Conference of Advanced Material and Practical Nanotechnology*. Jakarta, 14-16 Agustus 2014, hlm 7. Doi: <https://doi.org/10.1063/1.4973132>
- Hermiati E, Budi Laksana RP, Fatriasari W, Kholida LN, Thontowi A, Yopi, Arniefyanto DR, Champreda V, Watanabe T. 2020. Microwave-assisted acid pretreatment for enhancing enzymatic saccharification of sugarcane trash. *Biomass Conversion and Biorefinery*. Doi: <https://doi.org/10.1007/s13399-020-00971-z>.
- Higuchi T. 2006. Look back over the studies of lignin biochemistry. *J Wood SCI*. 52(1): 2-8.
- Isroi IMM, Millati R, Syamsiah S, Cahyanto MN, Nicklasson C, Taherzadeh MJ. 2012. Structural changes of oil palm empty fruit bunch (OPEFB) after fungal and phosphoric acid pretreatment. *Molecules*. 17: 14995-15012. Doi : <https://doi.org/10.3390/molecules171214995>
- Izumi AN, H'ng YY, Mulyantara LT, Maryana R, Do VT, Ohi H. 2017. Characterization of syringyl and guaiacyl lignins in thermomechanical pulp from oil palm empty fruit bunch by pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry using ion intensity calibration. *Industrial Crops and Products*. 95:615-620. Doi: <https://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.11.030>.
- Kang X, Sun Y, Li L, Kong X, Yuan Z. 2018. Improving methane production from anaerobic digestion of Pennisetum Hybrid by alkaline pretreatment. *Bioresour Technol*. 255:205–212. doi:10.1016/j.biortech.2017.12.001
- Limarta SO, Ha JM, Park YK, Lee H, Suh DJ, Jae J. 2018. Efficient depolymerization of lignin in supercritical ethanol by a combination of metal and base catalysts. *J. Ind. Eng. Chem*. 57: 45–54. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2017.08.006>
- Lismeri L, Dreni Y, Iqbal M, Mirtra D. 2017 Isolasi microfibril selulosa dengan pretreatment alkali dari limbah batang pisang. Prosiding Seminar Nasional

Riset Industri ke-3. Balai Riset dan Standarisasi Industri Bandar Lampung. 25 September 2017.

Lubis AA. 2007. Isolasi Lignin Dari Lindi Hitam (*Black Liquor*) Proses Pemasakan Pulp Soda Dan Pulp Sulfat (*Kraft*) [Skripsi]. Bogor (ID): Institut Pertanian Bogor.

Manara P, Zabaniotou A, Vanderghem C, A Richel A. 2014. Lignin extraction from Mediterranean agro wastes: Impact of pretreatment conditions on lignin chemical structure and thermal degradation behavior. *Catalysis Today*. 223: 24-34. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cattod.2013.10.065>

NREL]. National Renewable Energy Laboratory. 2012. Determination of Structural Carbohydrates and Lignin in Biomass Laboratory Analytical Procedure (LAP) -003 LAP-004. Colorado (US): NREL.

Nair NV. 2009. Sugarcane Agriculture and Sugar Industry-Current Scenario and Future Prospect. International Training Course on Breeding Sugarcane for Sugar-Industrial Complex. Coimbatore (IN): Sugarcane Breeding Institute.

Nawawi DS, Syafii W, Tomoda I, Uchida Y, Akiyama T, Matsumoto Y. 2017. Characteristics and reactivity of lignin in Acacia and Eucalyptus woods. *Jurnal of Wood Chemistry and Technology*. 0: 1-10.

Doi: <http://dx.doi.org/10.1080/02773813.2017.1291684>

Nazir MS, Wahjoedi BA, Yussof AW, Abdullah MA. 2013. Eco-friendly extraction and characterization of cellulose from oil palm empty fruit bunches. *BioResources*. 8(2):2161–2172. doi:10.15376/biores.8.2.2161-2172

Obeng AK, Premjet D, Premjet S. 2019. Combining autoclaving with mild alkaline solution as a pretreatment technique to enhance glucose recovery from the invasive weed chloris barbata. *Biomolecules*. 9(4). doi:10.3390/biom9040120.

Phitsuwan P, Sakka K, Ratanakhanokchai K. 2016. Structural changes and 46 enzymatic response of Napier grass (*Pennisetum purpureum*) stem induced by alkaline pretreatment. *Bioresour Technol*. 218:247–256. doi:10.1016/j.biortech.2016.06.089.

Punyamurthy R, Sampathkumar D, Bennehalli B, Srinivasa CV. 2013. Influence of esterification on the water absorption property of single abaca fiber. *Chem. Sci. Trans*. 2: 413–422.

Putra OD, Ilma N, Slamet I, Hidehiro U. 2012. Pembentukan padatan semi-kristalin dan ko-kristal parasetamol. *J. Matsains*, 17(2): 83-88.

Pramasari DA, Haditjaroko L, Sunarti T C, Hermiati E, Syamsu K. 2017. The Effectiveness of Physical and Alkali Hydrothermal Pretreatment in Improving Enzyme Susceptibility of Sweet Sorghum Bagasse. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*. 6(2): 117-131. Doi: 10.15294/jbat.v6i2.9910

Pramasari DA, Sondari SA, Rachmawati RS, Ningrum, Sufiandi S. 2021. The effect of alkaline-autoclaving delignification on chemical component changes of sugarcane trash. *Earth and Environmental Science*. 759(1): 1-8. Doi: <https://doi.org/10.1088/1755-1315/759/1/012010>

Rahayu F, Murianingrum M, Nuridah. 2019. Pemanfaatan lignin dari biomassa rami, kenaf, dan agave untuk sumber energi. *Buletin Tanaman Tembakau, Serat dan Minyak Industri*. 11(2): 73-85.

Rowell RM. 2005. Handbook of Wood Chemistry and Wood. Florida. USA. CRC Press.

- Santoso EB. 2020. Isolasi Dan Karakterisasi Lignin Dari Lindi Hitam Pabrik Pulp [skripsi]. Bogor (ID): Institut Pertanian Bogor.
- Sari DL. 2012. Keragaman kadar lignin pada jenis kayu daun lebar [Skripsi]. Bogor (ID): Institut Pertanian Bogor.
- Setiati R, Wahyuningrum D, Kasmuning S. 2016. Analisa spektrum infrared pada proses sintesa lignin ampas tebu menjadi surfaktan lignosulfonat. *Seminar Nasional Cendekiawan*. 1-11.
- Setiati R, Wahyuningrum D, Siregar S, Marhaendrajana T. 2016. Optimasi pemisahan lignin ampas tebu dengan menggunakan natrium hidroksida. *Jurnal Penelitian dan Pengabdian Masyarakat*. 4(2): 257-264.
- Shankarappa TH, Geeta GS. 2013. Alkali and autohydrolysis pretreatments for effective delignification and recovery of cellulose and hemicellulose in selected agro residues. *Karnataka J. Agric Sci*. 26(1): 67–75.
- Shimizu S, Yokoyama T, Akiyama T, Matsumoto Y. 2012. Reactivity of lignin with different composition of aromatic *syringyl/guaiacyl* structures and *erythro/threo* side chain structures in β -O-4 type during alkaline delignification: as a basis for the different degradability of hardwood and softwood lignin. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 60: 6471–6476.
- Sjostrom E. 1995. Kimia Kayu, Dasar-dasar dan Penggunaan Edisi Kedua. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Solihat NN, Sari FP, Falah F, Ismayati M, Lubis MAR, Fatriasari W, Santoso EB, Syafii W. 2021. Lignin as an active biomaterial: a review. *Jurnal Sylva Lestari*. 9(1):1-22. Doi : <https://doi.org/10.23960/jsl191-22>
- Sudiana IN, Mitsudo S, Susilowati PE, Sutiari DK, Arsana MW, Firihiu MZ, Ngkoimani LO, Aba L, *et al*. 2017. Fast microwave-assisted pretreatment for bioconversion of sawdust lignocellulose to glucose. *Jurnal of Physics: Conf. Series*. 846. Doi: 10.1088/1742-6596/846/1/012013
- Suhartati S, Puspito R, Rizali F, Anggraini D. 2016. Analisis sifat fisika dan kimia lignin tandan kosong kelapa sawit asal Desa Sape, Kabupaten Sanggau, Kalimantan Barat. *Jurnal Kimia Valensi*. 2(1): 24-29. Doi: <http://dx.doi.org/10.15408/jkv.v2i1.3102>
- Susilowati, Munandar S, Edahwati L. 2013. Pemanfaatan lignin dari limbah kulit buah kakao menjadi perekat. *Jurnal Teknik Kimia*. 18(1): 22-26.
- [TAPPI]. Technical Association of The Pulp and Paper Industry. 1997. TAPPI Test Method T 204 cm-97 Solvent Extractives of Wood and Pulp. Atlanta (US): TAPPI.
- [TAPPI]. Technical Association of The Pulp and Paper Industry. 1997. TAPPI Test Method T 264 cm-97 Preparation of Wood for Chemical Analysis. Atlanta (US): TAPPI.
- [TAPPI]. Technical Association of The Pulp and Paper Industry. 2002. TAPPI Test Method T 211 om-02 Ash in Wood, Pulp, Paper, and Paperboard: Combustion at 525 °C. Atlanta (US): TAPPI.
- Tsutsumi Y, Kondo R, Sakai K, Imamura H. 1995. The difference of reactivity between syringil lignin and guaiacyl lignin in alkaline system. *Holzforschung* 49:423-428.
- Vanholme R, Demedts B, Moreel K, Ralph J, Boerjan W. 2010. Lignin biosynthesis and structure. *Plant Physiology*. 153: 895-905

- Widyawati NL, Argo BD. 2014. Pemanfaatan microwave dalam proses pretreatment degradasi lignin ampas tebu (*bagasse*) pada produksi bioethanol. *Jurnal Teknologi Pertanian*. 15(1): 1-6.
- Wijanarko FR. 2017. Karbonisasi Lignin Sebagai Material *Graphite* Dan *Grapheme* [skripsi]. Surabaya (ID): Institut Teknologi Sepuluh November.
- Yasuda S, Fukushima K, Kakehi A. 2001. Formation and chemical structures of acid soluble lignin: sulfuric acid treatment time and acid-soluble lignin content of hardwood. *Journal of Wood Science*. 47: 69-72.
- Zhao X, Liu D. 2010. Chemical and thermal characteristics of lignins isolated from Siam weed stem by acetic acid and formic acid delignification. *Industrial Crops and Products*. 32: 284-291. Doi: [10.1016/j.indcrop.2010.05.003](https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.05.003)
- Zhu Z, Rezende CA, Simister R, McQueen-Mason SJ, Macquarrie DJ, Polikarpov I, Gomez LD. 2016. Efficient sugar production from sugarcane bagasse by microwave assisted acid and alkali pretreatment. *Biomassa and Bioenergy*. 93: 269-278. Doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.biombioe.2016.06.017>

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di kota Tangerang pada 12 Maret 2000 sebagai anak ke 2 dari pasangan bapak Gunawan dan ibu Umi Hanik Pendidikan sekolah menengah atas (SMA) ditempuh di sekolah SMAN 14 Kota Tangerang, dan lulus pada tahun 2017. Pada tahun 2017, penulis diterima sebagai mahasiswa program sarjana (S-1) di Program studi Hasil Hutan, Fakultas Kehutanan dan Lingkungan di IPB.

Selama mengikuti program S-1, penulis aktif menjadi Panitia MPKMB 55 divisi medis, panitia semarak kehutanan 2018, BPH Forcup (Forester Cup) 2019, Bendahara PLK 2019, BEM Fakultas Kehutanan dan Lingkungan pada tahun 2018-2019 sebagai anggota pada departemen olahraga, BEM Fakultas Kehutanan dan Lingkungan 2019-2020 sebagai sekretaris departemen sosial, lingkungan hidup dan kehutanan. Penulis juga pernah mengikuti lomba karya ilmiah nasional seperti PKM dan menjadi finalis pada PIMNAS 33 tahun 2020 dan riset asisten di Laboratorium *integrated laboratory of bioproducts* (ILaB) Pusat Penelitian Biomaterial BRIN Cibinong, Bogor pada tahun 2021.

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.