PROSES OPTIMASI SUHU DAN KONSENTRASI SODIUM BISULFIT ($NAHSO_3$) PADA PEMBUATAN SODIUM LIGNOSULFONAT BERBASIS TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT (TKKS)

OPTIMIZATION PROCESS OF TEMPERATURE AND SODIUM BISULPHITE ($NAHSO_3$) CONCENTRATION ON THE PRODUCTION OF SODIUM LIGNOSUPHONATE BASED ON PALM EMPTY FRUIT BUNCH(EFB)

Ani Suryani, Djumali Mangunwidjaja, Erliza Hambali, dan Kosi Anwar

Departemen Teknologi Industri Pertanian – FATETA IPB
Kampus IPB Darmaga. PO.Box 220 Bogor
Tel/Fax : 0251-8627830/0251-8627830
Email : cdsapipb@indo.net.id

ABSTRACT

Surfactant development is not just to find new variant of surfactant that can be used in industries, but it's for finding new raw material that potential for surfactant production. One of the potentially raw materials for surfactant production is palm empty fruit bunch (EFB). That material is potential for surfactant lignosuphonate production because it contain lignin component, that is 22.21% and it is not used optimally yet. The purposes of this research is to optimize the using of palm empty fruit bunch (EFB) with carry out investigation in optimization of temperature and concentration of sulphonation agent to the yield and solubility of the sodium lignosulphonate. The experimental design that was used is two level factorial and optimization methode that was used is response surface methode. Level of temperature in this experiment is 80-100°C and sodium bisulphite concentration that was used is 40-60% (b/b). The experiment result showed that the reaction temperature and sodium bisulphite concentration had positive influence to the sodium lignosulphonate yield with significant value 98% and 99%. Beside that, reaction temperature and sodium bisulphite concentration had also a positive influence to the sodium lignosulphonate solubility with significant value is 58% and 65%. The result of canonic analysis to the response surface of sodium lignosulphonate yield from sodium bisulphite concentration factor (X_1) and temperature (X_2) showed that the model shape was saddle point. The analysis of the result of optimum condition showed that the highest yield is 80.19% (b/b) at sodium bisulfate concentration of 53.25% (b/b) and temperature of 103.76°C. Validation result in this condition showed that sodium lignosulphonate yield was 61.48%. The result of canonic analysis to sodium lignosulphonate solubility from sodium bisulphite concentration factor (X_1) and temperature (X_2) showed that the model optimum from statistical analysis of sodium lignosulphonate solubility was 97.2% at sodium bisulphite concentration of 53.49% (b/b) and temperature of 94.95°C. Validation result in this condition showed that sodium lignosuphonate solubility was 96%.

Keywords : palm empty fruit bunch; organosolv lignin; sodium lignosulphonate; response surface method

PENDAHULUAN

Surfaktan (*surface active agent*) adalah suatu senyawa aktif yang menurunkan tegangan permukaan dan digunakan sebagai bahan penggumpal, pembasah, *binder*, *dispersant*, pembusaan, *emulsifier*, komponen bahan *adhesive*, serta telah diaplikasikan secara luas pada berbagai bidang industri. Kemampuan surfaktan pada berbagai aplikasi tersebut dikarenakan surfaktan mempunyai gugus hidrofobik (*non polar*) dan gugus hidrofilik (*polar*) sehingga menyebabkan surfaktan cenderung berada pada antar muka antara fasa yang berbeda derajat polaritas dan ikatan hidrogennya seperti minyak dan air (Georgou *et al.*, 1992).

Perkembangan surfaktan tidak hanya dalam pencarian jenis surfaktan yang baru untuk suatu aplikasi tertentu di suatu industri, tetapi juga melakukan pencarian bahan baku baru yang potensial untuk pembuatan surfaktan. Salah satu bahan yang potensial untuk pembuatan surfaktan adalah tandan kosong kelapa sawit (TKKS). Bahan tersebut mempunyai potensi untuk digunakan sebagai bahan baku pembuatan surfaktan lignosulfonat, dikarenakan TKKS mempunyai kandungan lignin yang cukup besar, yaitu 15,70-28,54% (Irawadi, 1991; Darnoko *et al.*, 1995). Surfaktan lignosulfonat adalah surfaktan yang berbasis lignin dalam pembuatannya. Selain hal tersebut, dikarenakan penggunaan TKKS selama ini masih belum optimal, sehingga diharapkan dapat meningkatkan penggunaan TKKS untuk bidang yang lebih luas.

Pemanfaatan TKKS yang umum dilakukan saat ini adalah digunakan sebagai mulsa di kebun, akan tetapi biaya transportasi yang dikeluarkan per unit nutrisi cukup tinggi dan dapat juga menimbulkan ledakan populasi hama kumbang yang mematikan tanaman kelapa sawit. Pemanfaatan lainnya adalah sebagai bahan baku dalam pembuatan pupuk organik (Darnoko *et al.*, 1993).

Menurut Willyanto (1999), TKKS dalam pemanfaatannya dibakar di *incenerator* sehingga abunya dapat digunakan sebagai pupuk kalium. Namun usaha pembakaran TKKS tersebut ternyata tidak efektif dan dilarang oleh pemerintah karena dapat menimbulkan pencemaran udara. Selain itu, TKKS dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku bagi produk-produk yang berbasis selulosa seperti pulp dan kertas, gasifikasi untuk produksi kalor, gula, furfural dan lignin (Susanto, 1999).

Potensi Indonesia sebagai produsen surfaktan yang disintesis dari TKKS sangat besar, mengingat Indonesia merupakan negara penghasil minyak sawit terbesar di dunia diikuti oleh Malaysia. Luas areal perkebunan kelapa sawit di Indonesia semakin meningkat beberapa tahun terakhir ini. Hal tersebut terbukti dari data Dirjen Perkebunan (2005) yang menunjukkan bahwa luas areal perkebunan besar kelapa sawit selama delapan tahun terakhir (2000-2007) terus mengalami peningkatan.

Peningkatan luas areal perkebunan tersebut akan menyebabkan penambahan jumlah produksi minyak kelapa sawit dan jumlah industri pengolahannya. Hal tersebut berimplikasi pada limbah padat yang dihasilkan industri minyak kelapa sawit ikut melimpah, khususnya berupa tandan kosong kelapa sawit. Perkiraan jumlah tandan kosong yang tersedia di Indonesia sampai tahun 2007 mencapai 16.847,6 x 10^3 ton (perkiraan data dari Dirjen Perkebunan, 2005).

Lignosulfonat merupakan surfaktan alami yang banyak digunakan di industri. Penggunaan lignosulfonat sangat beragam, yaitu sebagai penstabil dalam industri pengeboran minyak, pelarut dalam industri tekstil, emulsifier dalam pembuatan pelumas, bahan perekat dan bahan pendispersi untuk papan gipsum, bahan aditif untuk media kultur, sebagai *plasticizer* pada adonan beton, sebagai *water reducing admixture* dan juga sebagai *retarder*.

Lignosulfonat merupakan surfaktan yang bersifat larut air sehingga banyak digunakan juga sebagai bahan *admixture*, yaitu untuk membantu proses pengadukan dalam *cement mill* dan membuat konstruksi bangunan menjadi lebih kokoh karena lignosulfonat juga merupakan *binding agent* yang baik.

Menurut Gargulak dan Lebo (2000), produksi lignosulfonat di seluruh dunia diperkirakan 8,9 x 10^5 ton/tahun dan sekitar 50% digunakan sebagai bahan *admixture*. Besarnya penggunaan lignosulfonat sebagai *admixture* untuk beton dan semen, yaitu sekitar 4,45 x 10^5 ton/tahun dikarenakan keunggulan yang dimiliki lignosulfonat dibandingkan surfaktan lain. Keunggulan tersebut, yaitu lignosulfonat secara esensial tidak bersifat toksik dan berasal dari bahan alami sehingga dapat diperbaharui, dibandingkan surfaktan sintetik dan surfaktan yang berbasis petrokimia. Jenis polimer sintetik dan surfaktan yang berbasis petrokimia yang dapat digantikan dengan lignosulfonat adalah naftalena formaldehida sulfonat (*Sulphonated Naphtalene Formaldehyde*/SNF) dan melamin formaldehida sulfonat (*Sulphonated Melamine Formaldehyde*/SMF).

Penelitian mengenai optimasi produksi lignosulfonat berbasis TKKS ini dilakukan dengan mengacu pada penelitian yang telah dilakukan Syahmani (2000), Kamoun *et al.* (2003), Dilling (1986) dan Dzikrullah (2007). Surfaktan lignosulfonat yang dihasilkan merupakan jenis sodium lignosulfonat karena menggunakan sodium bisulfit ($NaHSO_3$) sebagai agen penyulfonasinya. Parameter rendemen dan kelarutan sodium lignosulfonat merupakan peubah respon yang dikaji dalam penelitian ini. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai pengaruh suhu dan konsentrasi sodium bisulfit terhadap permukaan respon dari parameter tersebut, sehingga dapat ditentukan titik optimalnya.

Tujuan umum dari kegiatan penelitian ini adalah untuk memanfaatkan lignin hasil isolasi dari limbah tandan kosong kelapa sawit (TKKS) sebagai surfaktan sodium lignosulfonat. Tujuan khusus penelitian ini adalah (1) untuk mengetahui pengaruh suhu dan konsentrasi sodium bisulfit terhadap rendemen dan kelarutan sodium lignosulfonat dalam proses sulfonasi lignin berbasis TKKS. (2) untuk mendapatkan informasi mengenai kondisi optimal suhu dan konsentrasi sodium bisulfit terhadap rendemen dan kelarutan sodium lignosulfonat dalam proses sulfonasi lignin berbasis TKKS.

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan melalui dua tahapan, yaitu tahap persiapan bahan dan tahap sintesa senyawa lignosulfonat. Tahap persiapan bahan bertujuan untuk mendapatkan isolat lignin dari TKKS dan karakteristik lignin yang dihasilkan. Tahap ini terdiri dari persiapan TKKS, pembuatan serpihan TKKS bebas zat ekstraktif, delignifikasi serpihan TKKS, isolasi lignin dari lindi hitam TKKS dan karakterisasi isolat lignin. Pada tahap sintesa senyawaa lignosulfonat dilakukan dengan mengkaji pengaruh faktor suhu dan konsentrasi sodium bisulfit pada proses sulfonasi lignin, menghitung rendemen, pengujian kelarutan sodium lignosulfonat, analisis kemurnian dengan spektrofotometer UV dan analisis gugus fungsi dengan spektrofotometer FT-IR.

Tahap Persiapan Bahan

Persiapan Bahan TKKS

Tahap persiapan bahan ini dilakukan untuk mendapatkan serat (*fibrous form*) dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS) yang dihasilkan oleh industri minyak kelapa sawit (CPO). Untuk mendapatkan serat, TKKS dibersihkan dari sisa kulit buah sawit kemudian diuraikan menjadi bentuk serat dan dikeringkan di udara terbuka (sinar matahari) selama satu minggu. Serat TKKS yang telah kering dipotong dengan ukuran panjang ± 30 mm. Serat tersebut kemudian digiling menggunakan mesin penggiling (*willey mill*). Setelah itu, serat hasil penggilingan dipisahkan antara serat panjang, pendek, dan debu yang menempel dengan menggunakan alat penyaring (*vibro type*) berdiameter 0,710 mm – 0,500 mm.

Pembuatan serpihan TKKS bebas zat ekstraktif

Sejumlah serpihan TKKS terlebih dahulu dibersihkan dan dikeringkan. Pengeringan serpihan dilakukan di dalam oven pada suhu 60°C selama 16 jam. Serpihanan yang telah dikeringkan diekstraksi dengan menggunakan toluen dan etanol dengan perbandingan 1:2 (v/v) selama 6 jam pada *soxhlet apparatus*. Setelah itu, serpihan TKKS tersebut di ekstraksi kembali menggunakan etanol teknis 96% selama 3 jam pada *soxhlet apparatus*. Residu hasil pengeringan oven tersebut diekstraksi kembali dengan menggunakan air pada suhu 100°C selama 1 jam sehingga didapatkan serpihan TKKS yang bebas zat ekstraktif.

Delignifikasi serpihan TKKS

Serpihan TKKS yang bebas zat ekstraktif dilakukan pemasakan di dalam *digester* untuk mendapatkan lindi hitam (*black liquor*) TKKS. Serpihan TKKS, larutan pemasak dan bahan kimia ditetapkan dengan komposisi terbaik hasil penelitian Heradewi (2007), komposisi tersebut dimasukkan ke dalam *digester*. Pemasakan ini dilakukan dua tahap, yaitu pemasakan dari suhu kamar sampai suhu maksimum (waktu reaksi) dan pemasakan yang dipertahankan pada suhu maksimum (waktu pada suhu maksimum) selama waktu tertentu.

Kondisi delignifikasi serpihan TKKS terdiri dari :

- Berat kering serpihan (BKS) TKKS: 250 gram
- Larutan pemasak : 10:1 (v/b) terhadap BKS
- Komposisi larutan pemasak : etanol teknis 95% : air (1:1)
- Katalis (NaOH) : 10% terhadap BKS
- Suhu maksimum : 170°C
- Waktu delignifikasi : 1,5 jam
- Waktu pada suhu maksimum : 1 jam

Hasil delignifikasi terdiri atas dua bagian yaitu lindi hitam dan serpihan (pulp) yang agak lunak. Serpihan yang dihasilkan dicuci dengan aseton teknis, kemudian dengan air dan sisa cairan pencucian ditambahkan pada lindi hitam tersebut. Lindi hitam disaring dengan menggunakan kain *nylon* 20 μm untuk memisahkan bahan terlarut dalam lindi hitam (filtrat) dan tidak terlarut (residu).

Isolasi lignin dari lindi hitam TKKS

Isolasi lignin dilakukan dengan menggunakan metode terbaik hasil penelitian Heradewi (2007). Isolasi tersebut mengacu pada metode yang dikembangkan Kim *et al.* (1987). Sebanyak 500 ml lindi hitam yang telah disaring (filtrat) diendapkan ligninnya dengan cara titrasi oleh asam (H_2SO_4) dengan konsentrasi 20% (persen v/v). Titrasi dilakukan secara perlahan-lahan (± 1 ml per menit) sampai pH 2, kemudian didiamkan minimal selama 8 jam agar pengendapan sempurna. Endapan lignin dipisahkan dari lindi hitam yang telah diasamkan dengan menggunakan alat sentrifuse (4500 rpm, 20 menit). Untuk meningkatkan kemurnian lignin, endapan lignin tersebut dilarutkan kembali kedalam larutan alkali yaitu NaOH 1 N, kemudian larutan lignin diendapkan kembali dengan cara titrasi menggunakan asam (H_2SO_4) seperti proses pengendapan pertama. Endapan lignin dipisahkan kembali dari larutannya dengan menggunakan alat sentrifuse, kemudian disaring dengan kertas saring Whatman No.42 sehingga dihasilkan larutan lignin dengan kemurnian yang lebih tinggi. Selanjutnya endapan dicuci menggunakan H_2SO_4 0,01 N, dilanjutkan pencucian dengan aquades dan disaring menggunakan penyaring vakum. Endapan yang telah dicuci dikeringkan dalam oven (50-60°C) selama 24 jam sehingga dihasilkan lignin berbentuk serbuk/ tepung.

Karakterisasi Isolat Lignin

Karakterisasi isolat lignin meliputi rendemen, kadar lignin, keasaman lignin (pH), kadar metoksil, bobot molekul, kelarutan lignin dan analisa isolat lignin dengan spektrofotometer FTIR.

Penelitian Utama

Prosedur Sulfonasi lignin

Lignin dengan berat tertentu (5 gram) disuspensikan dengan 150 ml air atau perbandingan lignin:air (1:30 w/w), dalam labu bulat leher 3 ukuran 1000 ml dan diaduk menggunakan magnetik-stirrer. Suspensi ini ditambahkan sodium bisulfit pada taraf percobaan 40-60% dari bobot lignin, sampai pH 5 yang ditunjukkan dalam skala indikator pH universal. Campuran tadi diaduk dengan pengaduk magnetik *stirrer* dan dikondisikan pada suhu reaksi pada taraf percobaan 80-100°C. Proses ini dilakukan dengan pemanasan selama 4 jam yang dimonitor dengan termometer.

Prosedur pemurnian hasil sulfonasi

Hasil reaksi berupa produk lignosulfonat, sisa reaksi (lignin dan sodium bisulfit) serta air. Proses pemisahan produk lignosulfonat dan pemurnian hasil dilakukan melalui beberapa tahap, yaitu:

a. Hasil refluks didestilasi untuk menguapkan air pada suhu 100°C, guna mengurangi volume
b. Larutan yang telah pekat disaring menggunakan corong buchner, kemudian didapatkan filtrat berupa sodium lignosulfonat yang masih mengandung lignin dan sodium bisulfit (sisa reaksi)
c. Filtrat kemudian ditambahkan metanol sambil dikocok kuat sehingga bisulfit terendapkan dan disaring menggunakan corong buchner
d. Filtrat sodium lignosulfonat dan sisa lignin diuapkan untuk memekatkan sodium lignosulfonat
e. Sodium lignosulfonat pekat yang diperoleh dikeringkan dalam oven vakum suhu 60°C, kemudian ditimbang sampai diperoleh berat konstan. Setelah itu, ditentukan persen berat rendemennya, kelarutan, kemurnian lignosulfonat yang ditentukan dengan spektrofotometer

UV dan diamati gugus fungsinya dengan spektrum FTIR.

Model rancangan percobaan untuk mengetahui pengaruh dari kedua variabel terhadap respon utama yang diinginkan adalah rancangan komposit terpusat (CCD) dan teknik optimasinya menggunakan metode permukaan respon (RSM) dengan model matematis sebagai berikut :

$$Y = a_o + \sum_{i=1}^{2} a_i x_i + \sum_{i<j} a_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^{2} a_{ii} x_i^2$$

Keterangan :

Y = Respon dari masing-masing perlakuan

a_o, a_i, a_{ij}, a_{ii} = Parameter regresi

X_i = Pengaruh linier variabel utama

X_iX_j = Pengaruh linier dua variabel

x_i^2 = Pengaruh kuadratik variabel utama

Respon yang diinginkan adalah rendemen dan kelarutan sodium lignosulfonat. Faktor dan kode faktor penelitian dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Faktor dan kode faktor penelitian

Faktor		Kode Faktor	
Konsentrasi $NaHSO_3$ (%b/b)	Suhu reaksi (°C)	X1	X2
40	80	-1	-1
60	80	1	-1
40	100	-1	1
60	100	1	1
50	90	0	0
50	90	0	0
50	90	0	0
35,9	90	-1,4	0
64,1	90	1,4	0
50	75,9	0	-1,4
50	104,1	0	1,4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Isolat Lignin TKKS

Lignin hasil isolasi dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS) disebut dengan isolat lignin. Proses isolasi lignin menggunakan metode terbaik dari Heradewi (2007). Isolat lignin tersebut kemudian dilakukan karakterisasi, seperti rendemen, kemurnian (ditentukan dengan menggunakan metode Wesco Technology (1995). Alat yang digunakan adalah Spektroskopi UV dengan panjang gelombang 232 nm), pH, bobot ekuivalen, kadar metoksil dan kelarutan dalam air bersuhu 30°C. Karakteristik lignin hasil isolasi dapat dilihat pada Tabel 2.

Hasil karakterisasi isolat lignin menunjukkan kondisi lignin sebelum dilakukan proses sulfonasi untuk menghasilkan sodium lignosulfonat. Rendemen yang dihasilkan dari proses isolasi cukup tinggi, yaitu 19,95%. Selain itu, karakteristik kemurnian yang tinggi, yaitu sebesar 88,39%. Dengan kondisi tersebut diharapkan dapat menghasilkan lignosulfonat yang baik. Kondisi pH isolat lignin rendah, yaitu 3,23 dikarenakan proses ini melalui perlakuan pengasaman.

Tabel 2. Karakteristik isolat lignin TKKS

No	Karakteristik	Hasil Analisis
1	Rendemen	19,95 %
2	Kemurnian	88,39 %
3	pH	3, 23
4	Bobot ekuivalen	3, 943
5	Kadar metoksil	1,92%
6	Kelarutan dalam air 30°C	46,1%

Lignin hasil isolasi dengan menggunakan H_2SO_4 dan HCl banyak mengandung asam asetat, asam laktat, asam format dan asam-asam lainnya. Selain itu, adanya ikatan lignin-karbohidrat memungkinkan terjadinya degradasi senyawa-senyawa karbohidrat selama isolasi berlangsung seperti pentosa dan asam-asam uronat menjadi furfural, heksosa menjadi hidroksi metil furfural dan asam format sehingga pH isolat lignin semakin rendah (Kim *et al.*, 1987).

Bobot ekuivalen lignin TKKS yang dihasilkan, yaitu sebesar 3,943. Salah satu faktor yang mempengaruhi fungsi lignin adalah bobot molekul. Bobot molekul dapat dijadikan sebagai dasar dalam perhitungan reaksi kimia dalam memodifikasi lignin menjadi produk-produk kimia, seperti senyawa sodium lignosulfonat.

Lignin merupakan senyawa organik yang sangat kompleks yang terdiri dari sejumlah komponen zat penyusun yang amat beragam maka sulit untuk mendapatkan bobot molekul yang pasti. (Heradewi, 2007). Beckman *dalam* Santoso (1995) mengemukakan bahwa lignin merupakan senyawa kimia bivalen sehingga bobot molekul lignin adalah dua kali bobot ekuivalennya.

Karakteristik lignin TKKS yang lain adalah kadar metoksil. Kadar metoksil lignin TKKS yang didapat, yaitu sebesar 1,92%. Menurut Syahmani (2000), kadar metoksil yang tinggi akan menghalangi reaktivitas lignin selama pemakaian di bidang resin. Lignin mengandung gugus hidroksil fenolik yang kebanyakan terikat dengan unit-unit fenil propana yang berdekatan, sehingga memungkinkan terjadinya ikatan lignin dengan formaldehida yang mirip dengan hasil reaksi antara fenol dengan formaldehida. Namun demikian, dalam penggunaannya sebagai bahan baku untuk membuat senyawa lignosulfonat, lignin dengan kadar metoksil tinggi lebih menguntungkan karena semakin banyak gugus $-OCH_3$ yang terkandung didalam lignin maka lignin semakin larut di dalam air. Sifat tersebut sangat dibutuhkan sebagai bahan baku untuk membuat lignosulfonat.

Lignin mempunyai kelarutan yang sangat rendah dalam kebanyakan pelarut. Hasil penelitian menunjukkan kelarutan lignin dalam air dingin suhu 30°C sebesar 46,1%. Kelarutan yang rendah tersebut kemudian akan dimodifikasi menjadi surfaktan sodium lignosulfonat yang lebih larut dalam air.

Menurut Fengel dan Wegner (1995) bahwa lignin umumnya tidak larut dalam pelarut sederhana, namun lignin alkali dan lignin sulfonat larut dalam air, alkali encer, larutan garam dan buffer.

Penelitian Utama

Penelitian utama ini merupakan penelitian untuk memproduksi surfaktan sodium lignosulfonat. Proses sulfonasi dilakukan dengan menggunakan sodium bisulfit sebagai agen penyumbang gugus sulfonatnya. Penelitian utama ini untuk menghasilkan rendemen dan kelarutan sodium bisulfit yang optimal. Variabel yang diamati pengaruhnya adalah suhu dan konsentrasi sodium bisulfit.

Rendemen Sodium Lignosulfonat Hasil Sulfonasi Lignin TKKS

Rendemen adalah salah satu respon terhadap pengaruh suhu (^{o}C) dan konsentrasi sodium bisulfit (%b/b) pada proses sulfonasi lignin TKKS menjadi sodium lignosulfonat. Rendemen dihitung berdasarkan jumlah gram sodium lignosulfonat yang dihasilkan terhadap jumlah gram sampel lignin yang di gunakan dalam proses sulfonasi.

Pengaruh faktor suhu (^{o}C) dan konsentrasi Sodium bisulfit (%b/b) terhadap rendemen sodium lignosulfonat

Pengaruh suhu dan konsentrasi sodium bisulfit dalam proses sulfonasi lignin TKKS terhadap respon rendemen sodium lignosulfonat merupakan salah satu hal yang dianalisis dalam penelitian ini. Koefisien parameter dan nilai signifikansi rendemen sodium lignosulfonat disajikan dalam Tabel 3. Dari Tabel 3. Dari Tabel 3 di atas terlihat bahwa faktor suhu memiliki pengaruh tertinggi, yaitu sebesar 1,30% dengan selang kepercayaan 99%. Suhu berpengaruh positif terhadap nilai rendemen sodium lignosulfonat yang dihasilkan dari proses sulfonasi lignin TKKS. Semakin tinggi suhu yang diujikan semakin tinggi rendemen sodium lignosulfonat yang dihasilkan. Hal ini disebabkan karena kenaikan suhu mempengaruhi energi aktivasi yang dimiliki oleh molekul-molekul zat pereaksi sehingga semakin besar hasil reaksinya (Sykes, 1989).

Dengan demikian, semakin banyak molekul-molekul yang memiliki energi pengaktif, semakin banyak tumbukan antar molekul yang berlanjut dengan reaksi. Sykes (1989) menyatakan bahwa kecepatan reaksi berbanding lurus dengan jumlah tumbukan yang terjadi di antara molekul-molekul zat yang melakukan reaksi.

Faktor selanjutnya yang berpengaruh terhadap rendemen sodium lignosulfonat adalah faktor konsentrasi sodium bisulfit. Persen konsentrasi sodium bisulfit ini dihitung berdasarkan bobot lignin TKKS yang digunakan (%b/b). Faktor konsentrasi sodium bisulfit mempunyai pengaruh sebesar 0,63% dengan selang kepercayaan 98%. Faktor konsentrasi berpengaruh positif terhadap rendemen sodium lignosulfonat. Dengan demikian, semakin tinggi konsentrasi sodium bisulfit akan meningkatkan rendemen sodium lignosulfonat. Hal ini dikarenakan frekuensi terjadinya tumbukan antar pereaksi semakin baik dan sempurna.

Pembentukan lignin tersulfonasi menggunakan sodium bisulfit juga dipengaruhi oleh penambahan NaOH. Penambahan NaOH sampai pH 5 akan membantu proses pembentukan sodium lignosulfonat, yaitu terjadinya *crosslinking* membentuk sodium sulfonat, seperti ditunjukkan pada reaksi berikut :

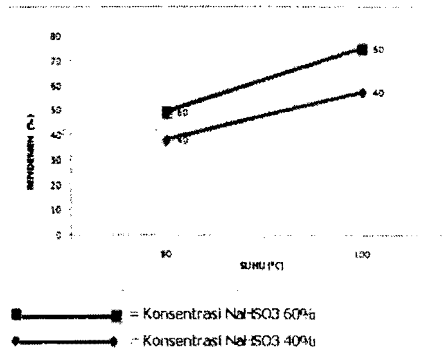
$$R\text{-}SO_3H \rightarrow R\text{-}SO_2\text{-}R$$
$$R\text{-}SO_2\text{-}R + NaOH \rightarrow R\text{-}SO_3Na + RH+$$

Interaksi antara suhu dan konsentrasi sodium bisulfit terhadap rendemen sodium lignosulfonat memiliki pengaruh sebesar 0,18% dengan selang kepercayaan sebesar 46%. Persen tersebut berpengaruh positif walaupun mempunyai pengaruh rendah dan tingkat kepercayaan paling rendah di bandingkan dengan pengaruh dari parameter-parameter yang lain. Interaksi tersebut dapat dilihat pada Gambar 1.

Dari Gambar 1 di atas dapat dilihat bahwa pada konsentrasi sodium bisulfit sebesar 40% (b/b) terjadi peningkatan rendemen sodium lignosulfonat dari suhu 80^{o}C sampai pada suhu 100 ^{o}C, yaitu dari 38,27% menjadi 57,12%. Demikian halnya pada konsentrasi sodium bisulfit sebesar 60% (b/b) terjadi peningkatan rendemen sodium lignosulfonat dari suhu 80^{o}C sampai pada suhu 100^{o}C, yaitu dari 49,41% menjadi 74,96%. Peningkatan rendemen ini disebabkan oleh pengaruh perbedaan suhu reaksi sulfonasi yang digunakan. Semakin tinggi suhu reaksi yang digunakan maka akan semakin tinggi rendemen yang dihasilkan. Peningkatan taraf suhu yang digunakan secara reaksi akan menyebabkan peningkatan energi aktivasi yang dimiliki oleh molekul-molekul zat pereaksi.

Tabel 3. Hasil analisis pengaruh konsentrasi $NaHSO_3$ dan suhu reaksi terhadap rendemen sodium lignosulfonat

Parameter	Koefisien Parameter	Signifikansi	Pengaruh terhadap rendemen (%)
Intersep	49,70	0,00	
Konsentrasi $NaHSO_3$ (X_1)	6,30	0,98	0,63
Suhu reaksi (X2)	12,96	0,99	1,30
X_1*X_1	-2,94	0,72	
X_1*X_2	1,73	0,46	0,18
X_2*X_2	5,37	0,92	
R^2	0,95		



Gambar 1. Grafik pola interaksi suhu reaksi dengan konsentrasi sodium bisulfit terhadap rendemen sodium lignosulfonat

Hal ini akan menyebabkan banyak molekul-molekul yang memiliki energi pengaktif sehingga semakin banyak tumbukan antar molekul terjadi dan berlanjut terjadi reaksi sulfonasi. Semakin banyak tumbukan antar molekul yang menyebabkan reaksi sulfonasi terjadi maka akan semakin cepat reaksi terjadi dan akan menghasilkan rendemen yang semakin tinggi (Sykes, 1989).

Dari Gambar 1 di atas dapat dilihat bahwa pada konsentrasi sodium bisulfit sebesar 40% (b/b) terjadi peningkatan rendemen sodium lignosulfonat dari suhu 80°C sampai pada suhu 100 °C, yaitu dari 38,27% menjadi 57,12%. Demikian halnya pada konsentrasi sodium bisulfit sebesar 60% (b/b) terjadi peningkatan rendemen sodium lignosulfonat dari suhu 80°C sampai pada suhu 100 °C, yaitu dari 49,41 % menjadi 74,96 %. Peningkatan rendemen ini disebabkan oleh pengaruh perbedaan suhu reaksi sulfonasi yang digunakan. Semakin tinggi suhu reaksi yang digunakan maka akan semakin tinggi rendemen yang dihasilkan. Peningkatan taraf suhu yang digunakan secara reaksi akan menyebabkan peningkatan energi aktivasi yang dimiliki oleh molekul-molekul zat pereaksi. Hal ini akan menyebabkan banyak molekul-molekul yang memiliki energi pengaktif sehingga semakin banyak tumbukan antar molekul terjadi dan berlanjut terjadi reaksi sulfonasi. Semakin banyak tumbukan antar molekul yang menyebabkan reaksi sulfonasi terjadi maka akan semakin cepat reaksi terjadi dan akan menghasilkan rendemen yang semakin tinggi (Sykes, 1989).

Pada Gambar 1 juga dapat dilihat bahwa peningkatan taraf faktor konsentrasi sodium bisulfit (%b/b) yang digunakan juga dapat meningkatkan rendemen sodium lignosulfonat yang dihasilkan. Hal ini dapat dilihat pada garis grafik untuk konsentrasi sodium bisulfit 60% (b/b) lebih tinggi dibandingkan garis grafik pada konsentrasi sodium bisulfit 40% (b/b). Pada kondisi suhu 80°C, peningkatan konsentrasi sodium bisulfit dari 40% (b/b) ke 60% (b/b) meningkatkan rendemen sodium lignosulfonat dari 38,27% menjadi 49,41%. Sedangkan pada suhu 100°C, peningkatan konsentrasi sodium bisulfit dari 40% (b/b) ke 60% (b/b) meningkatkan rendemen sodium lignosulfonat dari 57,12% menjadi 74,96%. Peningkatan rendemen ini disebabkan karena pengaruh perbedaan konsentrasi sodium bisulfit yang digunakan. Semakin tinggi konsentrasi sodium bisulfit yang digunakan maka frekuensi terjadinya tumbukan antar pereaksi semakin baik dan sempurna sehingga proses sulfonasi terjadi dengan lebih baik dan sempurna.

Dari pembahasan di atas maka dapat diketahui bahwa faktor suhu dari hasil pengamatan taraf 80°C ke taraf 100°C merupakan faktor yang paling berpengaruh terhadap rendemen sodium lignosulfonat yang dihasilkan. Faktor konsentrasi sodium bisulfit dari hasil pengamatan taraf 40% ke taraf 60% merupakan faktor paling berpengaruh kedua terhadap rendemen sodium lignosulfonat yang dihasilkan. Sedangkan pengaruh interaksi antar faktor suhu dan konsentrasi sodium bisulfit mempunyai pengaruh yang lebih kecil, sehingga tidak secara signifikan memberikan pengaruh besar terhadap rendemen sodium lignosulfonat yang dihasilkan.

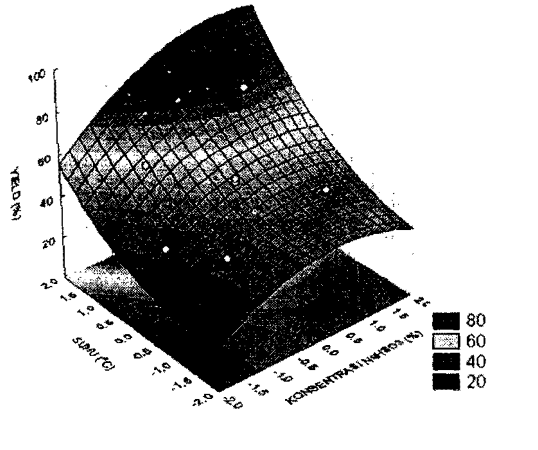
Analisa Hasil Optimasi Rendemen Sodium Lignosulfonat

Teknik optimasi yang bertujuan untuk memperoleh kondisi optimum adalah menggunakan metode permukaan respon (*response surface method*). Penggunaan metode permukaan respon dalam penelitian ini diharapkan dapat menentukan persamaan yang tepat untuk menggambarkan respon yang diinginkan dan untuk dapat mengurangi jumlah percobaan yang harus dilakukan.

Pada penelitian ini persamaan yang diperoleh adalah :

$$Y = 49{,}70 + 6{,}30\,X1 + 12{,}96X2 - 2{,}94X1^2 + 5{,}37X2^2 + 1{,}73X1X2$$

Model permukaan responnya yang dapat dilihatpada Gambar 2.

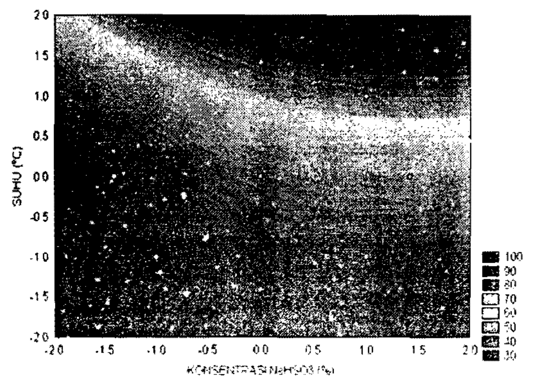


Gambar 2. Grafik permukaan dengan respon persen rendemen sodium lignosulfonat

Pada model permukaan respon tersebut dapat dilihat bahwa solusi optimasi yang dihasilkan adalah berbentuk *saddle point*. Dikarenakan model tersebut berbentuk *saddle point* maka tidak dapat memberikan informasi yang optimal sehingga kondisi perlakuan yang diharapkan akan menghasilkan rendemen sodium lignosulfonat tertinggi tidak dapat ditentukan secara langsung.

Penentuan kondisi optimum dapat dilakukan dengan menganalisa tingkat pengaruh suhu dan konsentrasi sodium bisulfit terhadap permukaan respon rendemen. Bentuk kontur permukaan respon rendemen sodium lignosulfonat dapat dilihat pada Gambar 3.

Pada Gambar 3 dapat dilihat bahwa pada rentang suhu rendah (suhu 75,86°C sampai 90°C), peningkatan konsentrasi sodium bisulfit dari konsentrasi 35,86% (b/b) sampai konsentrasi 64,4% (b/b) mempengaruhi peningkatan rendemen yang cukup tajam. Kondisi stasioner terjadi pada titik tengah, yaitu pada rentang konsentrasi 50% (b/b) sampai 60% (b/b), tetapi setelah melewati titik tengah terjadi titik belok dan rendemen mengalami penurunan walau tidak terlalu tajam. Pada kondisi ini titik tengah merupakan titik tertinggi dari rendemen sodium lignosulfonat yang dihasilkan dari percobaan, yaitu sebesar 50,77%.



Gambar 3. Kontur permukaan respon rendemen sodium lignosulfonat

Sedangkan pada rentang suhu tinggi (suhu 90°C sampai 104,14°C), peningkatan konsentrasi sodium bisulfit dari konsentrasi 35,86% (b/b) sampai konsentrasi 64,4% (b/b) mempengaruhi peningkatan rendemen yang sangat tajam dan mencapai daerah yang diramalkan memiliki persen optimum. Kondisi optimum diperkirakan berada pada daerah kontur berwarna merah sampai merah gelap, yaitu pada rentang konsentrasi 50% (b/b) sampai 70% (b/b). Pada kondisi ini rendemen maksimum dari hasil penelitian berada pada suhu 100°C dan konsentrasi 60% (b/b), yaitu sebesar 74,96% (b/b).

Gambar 3 juga memperlihatkan pengaruh peningkatan suhu terhadap rendemen yang sangat signifikan. Pada rentang konsentrasi sodium bisulfit rendah (konsentrasi 35,86% (b/b) sampai 50% (b/b)), peningkatan suhu sulfonasi dari suhu 75,86°C sampai 104,14°C mempengaruhi peningkatan rendemen yang cukup tajam. Pada kondisi ini tidak ada titik balik atau stasioner karena rendemen pada tititk tengah, yaitu suhu 90°C (50,77%) jauh lebih kecil apabila dibandingkan pada titik tertinggi hasil percobaan, yaitu suhu 104,14°C (73,13%(b/b)).

Sedangkan pada rentang konsentrasi sodium bisulfit tinggi (konsentrasi 50% (b/b) sampai 64,14%(b/b)), peningkatan suhu sulfonasi dari suhu 75,86°C sampai 104,14°C mempengaruhi peningkatan rendemen yang sangat tajam dan mencapai daerah yang diprediksi memiliki persen optimum. yaitu pada rentang suhu 90°C sampai 110°C. Pada kondisi ini persen maksimum dari hasil penelitian berada pada suhu 100°C dan konsentrasi 60% (b/b), yaitu sebesar 74,96% (b/b). Pengaruh suhu pada rentang ini terus memperlihatkan kenaikkan rendemen yang tajam sehingga untuk mendapatkan persen optimum harus dilakukan percobaan pada rentang ini untuk mendapatkan rendemen sodium lignosulfonat yang maksimum.

Prediksi kondisi optimum berdasarkan permukaan respon adalah pada rendemen tertinggi, yaitu sebesar 80,19% (b/b) pada variable konsentrasi sodium bisulfit 53,25% (b/b) dan pada variable suhu 103,76°C.

Validasi dilakukan untuk mengetahui kesesuaian model permukaan respon terhadap tingkat rendemen sodium lignosulfonat. Hasil validasi dilakukan pada kondisi reaksi yang diduga optimum dari hasil analisis statistik, yaitu pada variable konsentrasi sodium bisulfit 53,25% (b/b) dan pada variable suhu 103,76°C. Hasil validasi yang didapatkan dari percobaaan menunjukkan rendemen sodium lignosulfonat sebesar 61,48%. Nilai tersebut menunjukkan adanya ketidaksesuaian dalam pendugaan nilai yang dibentuk oleh permukan respon. Hal tersebut dikarenakan nilai tersebut lebih rendah apabila dibandingkan dengan nilai hasil prediksi, yaitu sebesar 80,19%. Selain itu, nilai rendemen yang didapat juga lebih rendah apabila dibandingkan dengan hasil percobaan pada suhu 100°C dan konsentrasi sodium bisulfit 60% (b/b), yaitu 74,96% dan percobaan pada suhu 104,14°C dan konsentrasi sodium bisulfit 50% (b/b). Hal tersebut menujukkan bahwa prediksi kondisi optimum tidak valid, artinya ada kemungkinan batas atas suhu yang ditetapkan masih diatas suhu tersebut. Dengan demikian kondisi optimum terkait dengan respon rendemen tidak dapat ditemukan pada batas tersebut.

Kelarutan Sodium Lignosulfonat Hasil Sulfonasi Lignin TKKS

Tujuan proses sulfonasi lignin menjadi sodium lignosulfonat adalah untuk mengubah sifat dasar lignin yang bersifat hidrofobik (nonpolar) menjadi bahan yang bersifat lebih hidrofilik (polar). Perubahan sifat ini yang menyebabkan surfaktan dapat digunakan sebagai bahan aktif permukaan karena dapat berada pada dua fasa yang berbeda.

Respon kedua yang menjadi parameter produk sodium lignosulfonat adalah kelarutan dalam air. Kelarutan dalam air diukur berdasarkan jumlah gram sodium lignosulfonat yang dapat larut dalam air per 50 ml volume larutan pada suhu 30°C. Data kelarutan menunjukkan bahwa kelarutan lignin sebesar 46,1%. Nilai tersebut lebih kecil apabila dibandingkan kelarutan sodium lignosulfonat, yaitu dari 87,8% sampai 100%. Nilai kelarutan sodium lignosulfonat 100% merupakan nilai kelarutan tertinggi relatif dari produk yang dihasilkan dari percobaan. Sehingga proses sulfonasi lignin menggunakan agen penyulfonasi sodium bisulfit sudah berhasil mengubah kelarutan bahan awal yang rendah menjadi lebih tinggi.

Pengaruh faktor suhu (^oC) dan konsentrasi sodium bisulfit (%b/b) terhadap kelarutan sodium lignosulfonat

Koefisien parameter dan persen signifikansi kelarutan sodium lignosulfonat disajikan dalam Tabel 4.

Dari Tabel 4 terlihat bahwa faktor konsentrasi sodium bisulfit memiliki pengaruh sebesar 0,06% dengan selang kepercayaan sebesar 58,38%. Konsentrasi sodium bisulfit berpengaruh positif dengan persen pengaruh yang cukup kecil. Dengan demikian, semakin tinggi konsentrasi sodium bisulfit maka terjadi kenaikan kelarutan walaupun dalam jumlah yang rendah.

Perubahan konsentrasi dari 40% sampai 60% tidak memberikan perbedaan kelarutan yang signifikan, yaitu dari 87,8% sampai 100%. Penambahan sodium bisulfit dengan konsentrasi tertentu dapat meningkatkan kelarutan dari bahan dasar lignin dikarenakan pada proses sulfonasi terjadi pemasukan gugus SO_3 yang lebih bersifat hidrofilik yang menggantikan gugus hidroksil atau eter pada lignin, sehingga produk akhir (sodium lignosulfonat) dapat menjadi lebih hidrofilik (polar). Walaupun demikian, perbedaan perlakuan konsentrasi sodium bisulfit pada percobaan ini hanya memberikan pengaruh yang kecil tehadap kelarutan sodium lignosulfonat. Hal ini dapat dilihat dari hasil percobaan yang memperlihatkan pengaruh perbedaan konsentrasi yang dikaji memberikan hasil yang hampir seragam.

Faktor kedua yang dikaji dalam penelitian ini adalah faktor suhu. Faktor suhu juga memberikan pengaruh positif dengan persen signifikansi yang juga kecil. Pengaruh faktor ini sebesar 0,08% dengan selang kepercayaan sebesar 65,40%. Persen pengaruh suhu terhadap kelarutan sedikit lebih tinggi apabila dibandingkan dengan pengaruh konsentrasi sodium bisulfit. Perubahan suhu dari 80^oC sampai 100^oC memberikan kenaikkan yang positif terhadap kelarutan sodium lignosulfonat, walaupun dalam selang kepercayaan yang rendah.

Proses sulfonasi lignin hasil isolat TKKS telah mengubah kelarutan lignin yang awalnya hanya 46,1% menjadi 87,8% sampai 100%. Perlakuan suhu sulfonasi pada tingkatan tertentu dapat meningkatkan kelarutan lignin setelah dilakukan proses sulfonasi. Hal ini dikarenakan suhu dapat meningkatkan energi aktivasi dari molekul-molekul yang bereaksi dan menyebabkan tumbukan antar molekul tersebut, sehingga reaksi pemasukan gugus SO_3 yang bersifat hidrofilik dapat terjadi dan mengubah lignin yang lebih cenderung bersifat hidrofobik (nonpolar) berubah menjadi sodium lignosulfonat yang bersifat hidrofilik (polar). Walaupun demikian, perbedaan perlakuan suhu pada percobaan ini hanya memberikan pengaruh perbedaan yang kecil terhadap kelarutan sodium lignosulfonat. Hal ini dapat dilihat dari hasil percobaan yang memperlihatkan pengaruh perbedaan suhu yang dikaji memberikan hasil yang hampir seragam, yaitu dengan kelarutan yang tinggi antara 87,8% sampai 100%.

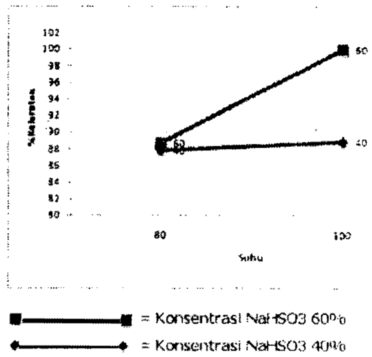
Faktor interaksi antara suhu dan konsentrasi sodium bisulfit terhadap kelarutan sodium lignosulfonat memiliki pengaruh sebesar 0,12% dengan selang kepercayaan sebesar 71,96%. Persen tersebut berpengaruh positif dengan tingkat pengaruh dan selang kepercayaan lebih tinggi dibandingkan dengan pengaruh dari hanya faktor suhu dan konsentrasi Sodium bisulfit. Interaksi tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.

Dari Gambar 4 di atas menunjukkan bahwa pada konsentrasi sodium bisulfit sebesar 40% (b/b), terjadi peningkatan kelarutan sodium lignosulfonat dari suhu 80^oC sampai pada suhu 100 ^oC, yaitu dari 87,8% menjadi 88,7%. Demikian halnya pada konsentrasi sodium bisulfit sebesar 60% (b/b), terjadi peningkatan kelarutan sodium lignosulfonat dari suhu 80^oC sampai pada suhu 100 ^oC, yaitu dari 88,7% menjadi 99,1%.

Peningkatan kelarutan sodium lignosulfonat pada kondisi konsentrasi 40% lebih kecil dari pada peningkatan kelarutan sodium lignosulfonat pada kondisi kosentrasi 60%. Penambahan konsentrasi sodium bisulfit pada reaksi sulfonasi tetap memberikan pengaruh peningkatan kelarutan sodium bisulfit. Hal ini dikarenakan semakin banyak sodium bisulfit yang ditambahkan maka akan semakin banyak SO_3 yang ikut beraksi menggantikan gugus hidroksil atau eter untuk membentuk sodium lignosulfonat.

Tabel 4. Hasil analisis pengaruh konsentrasi $NaHSO_3$ dan suhu reaksi terhadap kelarutan sodium lignosulfonat

Parameter	Koefisien Parameter	Signifikansi	Pengaruh terhadap kelarutan (%)
Intersep	102,06	0,00	
Konsentrasi $NaHSO_3$ (X_1)	1,29	0,58	0,06
Suhu reaksi (X2)	1,53	0,65	0,08
X_1*X_1	-3,72	0,88	
X_1*X_2	2,42	0,72	0.12
X_2*X_2	-2,37	0,70	
R^2	0,65		



Gambar 4. Grafik pola interaksi suhu reaksi dengan konsentrasi $NaHSO_3$ terhadap suhu

Pada Gambar 4 tersebut juga memperlihatkan bahwa pada peningkatan taraf faktor konsentrasi sodium bisulfit (%b/b) yang digunakan, juga dapat meningkatkan kelarutan sodium lignosulfonat. Hal ini dapat dilihat pada garis grafik pada konsentrasi sodium bisulfit 60% (b/b) lebih tinggi dibandingkan garis grafik pada konsentrasi sodium bisulfit 40% (b/b).

Pada suhu 80°C, pengaruh peningkatan konsentrasi dari 40% (b/b) sampai 60% (b/b) terjadi peningkatan kelarutan sodium bisulfit dari 87,8% ke 88,7%. Sedangkan pada suhu 100°C, pengaruh peningkatan konsentrasi sodium bisulfit dari 40% (b/b) sampai 60% (b/b), terjadi peningkatan kelarutan sodium bisulfit dari 88,9% ke 99,1%. Perlakuan suhu tetap memberikan pengaruh perubahan kelarutan sodium bisulfit, terutama pada suhu 100°C terjadi peningkatan kelarutan yang sangat tinggi terhadap perlakuan peningkatan konsentrasi dari 40% (b/b) ke 60% (b/b) yang dapat dilihat dari bentuk grafik dengan peningkatan yang sangat tajam dibandingkan peningkatan konsentrasi dari 40% (b/b) ke 60% (b/b) pada suhu 80°C.

Analisa hasil optimasi kelarutan sodium lignosulfonat

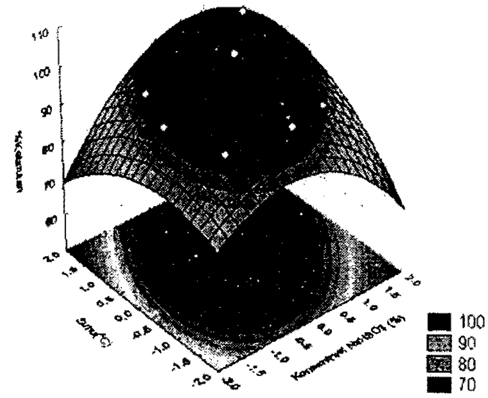
Analisa hasil optimasi kelarutan sodium lignosulfonat pada penelitian ini menggunakan metode permukaan respon (*respon surface methode*). Pada penelitian ini persamaan yang didapatkan adalah:

$$Y = 102{,}06 + 1{,}29X1 + 1{,}53X2 - 3{,}72X1^2 - 2{,}37X2^2 + 2{,}42X1X2$$

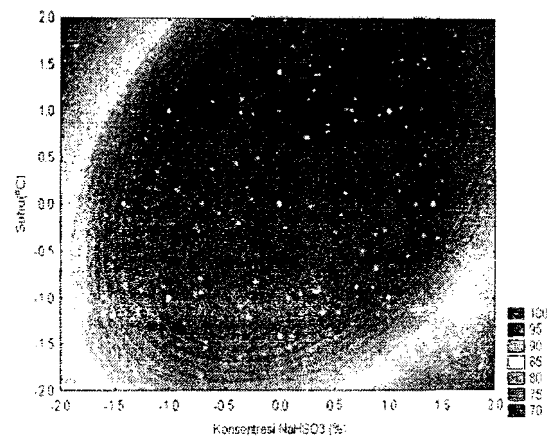
Model permukaan respon dan kontur permukaan respon dapat dilihat pada Gambar 5 dan Gambar 6.

Pada model persamaan di atas diketahui bahwa penambahan konsentrasi sodium bisulfit mempunyai pengaruh positif terhadap kelarutan sodium lignosulfonat yang dihasilkan. Namun pada titik variabel 0,35 terjadi titik balik, dimana faktor konsentrasi sodium bisulfit berpengaruh negatif terhadap kelarutan sodium lignosulfonat yang dihasilkan.

Faktor suhu pada persamaan di atas juga berpengaruh positif terhadap kelarutan sodium lignosulfonat yang dihasilkan. Namun pada titik variabel 0,49 terjadi titik balik, dimana faktor suhu berpengaruh negatif terhadap kelarutan sodium lignosulfonat yang dihasilkan.



Gambar 5. Grafik *respone surface method* dengan respon rendemen sodium lignosulfonat



Gambar 6. *Contour* permukaan respon rendemen sodium lignosulfonat

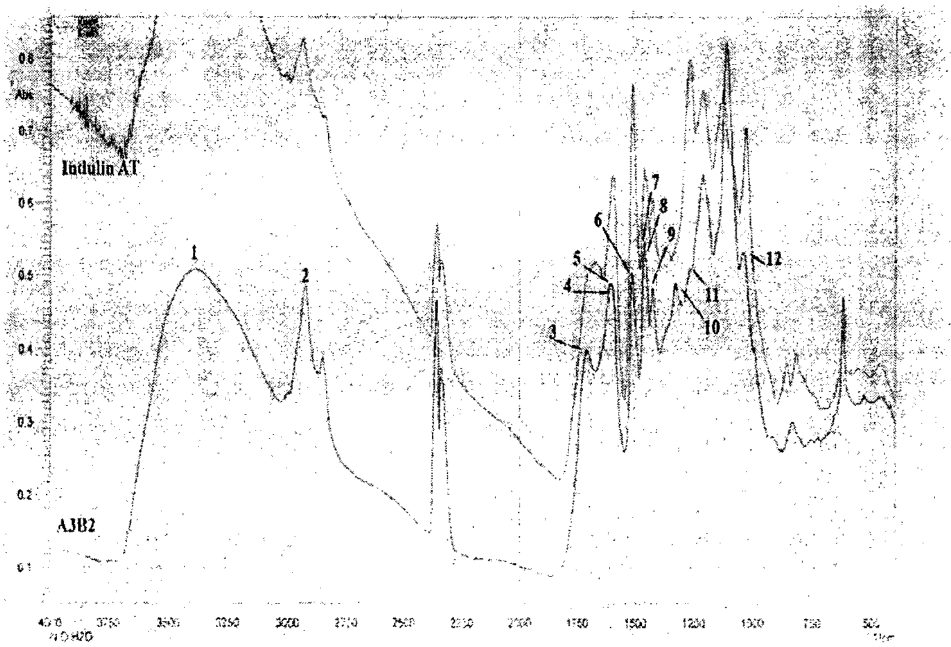
Gambar 5 dan Gambar 6 merupakan gambar grafik dan kontur permukaan respon kelarutan sodium lignosulfonat. Titik optimum kelarutan sodium lignosulfonat yang dihasilkan dari respon permukaan dan kontur tersebut di atas adalah pada nilai kelarutan 97,2%. Nilai kelarutan sodium lignosulfonat sebesar 97,2% didapatkan pada titik konsentrasi sodium bisulfit 0,35 dan titik suhu 0,49. Titik variabel tersebut dikembalikan dalam bentuk konsentrasi dan suhu, yaitu:

- X1(konsentrasi sodium bisulfit) = 53,49% (b/b)
- X2 (suhu) = 94,95°C

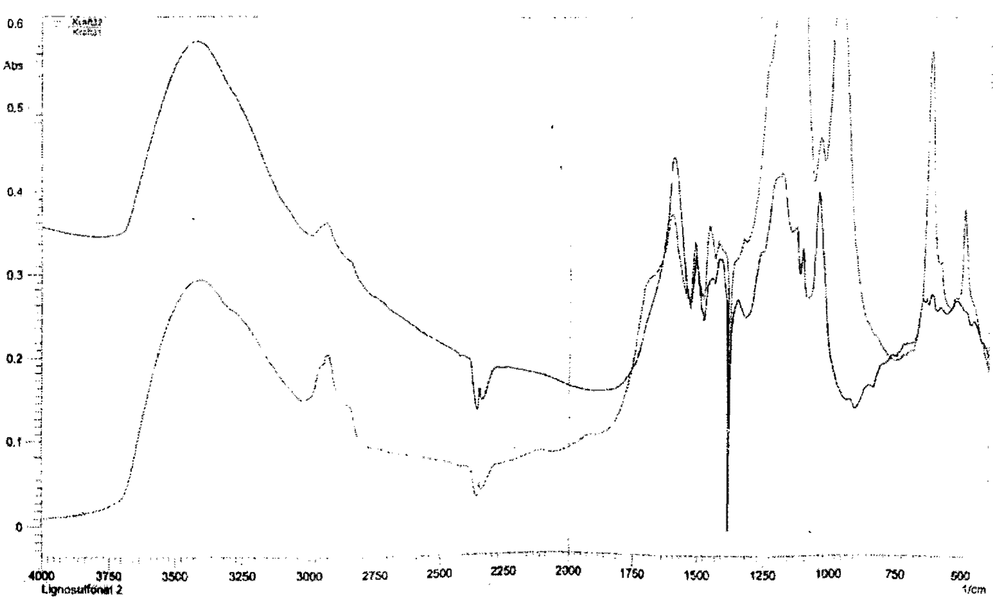
Jadi, kelarutan sodium lignosulfonat optimum terjadi pada konsentrasi Sodium bisulfit 53,49% (b/b) dan pada suhu 94,95°C dengan hasil maksimum kelarutan sodium lignosulfonat sebesar 97,2%.

Permukaan respon hasil analisis kanonik tersebut kemudian dilakukan validasi untuk mengetahui kesesuaian model permukaan respon terhadap nilai kelarutan sodium lignosulfonat. Validasi dilakukan pada kondisi percobaan yang optimum, yaitu pada konsentrasi sodium bisulfit 53,49% (b/b) dan pada suhu 94,95°C. Hasil percobaan menunjukkan nilai kelarutan sodium bisulfit sebesar 96,0%. Nilai tersebut mendekati nilai optimum dari model yang dibentuk oleh permukaan respon, yaitu sebesar 97,2%. Dengan demikian, model yang dihasilkan mendekati kondisi proses yang diharapkan untuk menghasilkan kelarutan sodium lignosulfonat yang paling maksimum. Berarti model tersebut valid.

Hasil pencirian gugus fungsi sodium lignosulfonat yang dihasilkan dilakukan dengan cara sidik jari (*fingerprinting*) dengan piranti inframerah (IR). Hasilnya menunjukkan bahwa lignin TKKS telah tersulfonasi membentuk sodium lignosulfonat, yaitu dengan adanya pita serapan pada bilangan gelombanga 626 cm^{-1} yang menunjukan adanya uluran C-S. Spektrum FTIR untuk lignin dan sodium lignosulfonat dapat dilihat pada Gambar 7 dan Gambar 8.



Gambar 7. Spektrum FT-IR indulin AT dengan isolat lignin hasil penelitian terbaik Heradewi (2007)



Gambar 8. Spektrum FTIR sodium lignosulfonat