

# KARAKTERISTIK MUTU SOP DAUN TORBANGUN (*Coleus Amboinicus* Lour) DALAM KEMASAN KALENG DAN PERHITUNGAN TOTAL MIGRASI BAHAN KEMASAN

## CHARACTERIZATION OF CANNED TORBANGUN (*Coleus amboinicus* Lour) LEAF SOUP QUALITY AND ITS TOTAL MIGRATION OF PACKAGING MATERIAL

Endang Warsiki<sup>1</sup>, Evy Damayanthi<sup>2</sup>, dan Rizal Damanik<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Departemen Teknologi Industri Pertanian, FATETA-IPB

<sup>2</sup>Departemen Gizi Masyarakat, FEMA-IPB

E-mail : warsiki@yahoo.com.au

### ABSTRACT

*Torbangun soup is made by traditionally recipe as Batak cuisine. A packaging technique has applied by canned the soup to produce Torbangun soup for commercially market. An antioxidant is added to prevent rancidity and to prolong shelf life of canned soup. Regarding to quality analysis, the shelf life of canned Torbangun soup is 14 days in room temperature. The effort has been done by storage the product in cool temperature (5 - 8°C and 10 - 12°C) and resulted in longer shelf life until 22 days. In spite of antioxidant adding, pasteurization at temperature of 75°C for 15 minutes prior canned can result on longer shelf life of the soup. However, can is metal and it might some hazard substance migrate into product. The study showed that the amount of the total residue migrate from can into soup is lower than 10 mg/dm<sup>2</sup> allowing by the Directive 90/128/EEC for aqueous food simulant. A total migration test using 95% alcohol gave a value of 37.4435 mg/dm<sup>2</sup>, means higher than that EU standard as 10 mg/dm<sup>2</sup>.*

**Keyword:** *Torbangun leaf soup, total migration, canning method*

### PENDAHULUAN

Daun bangun-bangun atau Torbangun (*Coleus amboinicus* Lour) adalah salah satu jenis tanaman yang umum dikonsumsi oleh ibu yang baru melahirkan di daerah Sumatera Utara, khususnya oleh suku batak. Daun Torbangun dipercaya dapat meningkatkan produksi air susu ibu (ASI). Daun Torbangun ini memiliki kandungan zat gizi tinggi, terutama zat besi dan karoten. Ditemukan pula bahwa konsumsi daun Torbangun berpengaruh nyata terhadap peningkatan kadar beberapa mineral seperti zat besi, kalium, seng dan magnesium dalam ASI serta mengakibatkan peningkatan berat badan bayi secara nyata (Damanik *et al.*, 2005).

Daun Torbangun umumnya dikonsumsi dalam bentuk sop yang dimasak secara tradisional dengan santan. Usaha komersialisasi sop daun Torbangun memerlukan beberapa tahapan proses, antara lain : (i) penanganan; (ii) pengolahan; (iii) penyimpanan; dan (iv) distribusi. Selama dalam tahapan tersebut, mutu sop akan mengalami perubahan karena adanya interaksi dengan berbagai faktor, baik lingkungan eksternal maupun internal (Hariyadi, 2000). Pengaruh negatif karena interaksi yang mungkin terjadi, sebaiknya diketahui sehingga dapat dilakukan perhitungan umur simpan, usaha meminimalisasi kerusakan dan memaksimalkan masa simpan. Kajian penurunan mutu selama penyimpanan diperlukan untuk mengetahui perubahan mutu sop daun Torbangun dan mengetahui umur simpan produk dalam kemasan, khususnya kemasan kaleng. Kaleng dipilih sebagai bahan kemasan soup karena diyakini mampu mempertahankan kualitas sop. Berdasarkan penelitian Fitriah (2006) dan Octaviani (2007), kemasan kaleng memberikan perlindungan terbaik dibandingkan kemasan plastik (PET, CPET, PP) dan gelas.

Selama penyimpanan tersebut, kontak antara makanan terkemas dan bahan kemasan patut diwaspadai. Bahan kemasan, khususnya kemasan kaleng mengandung bahan berbahaya bagi kesehatan dan bahan tersebut dapat memasuki sistem pencernaan manusia ketika mengkonsumsi produk tersebut. Istilah perpindahan komponen berbahaya dari bahan kemasan ke dalam produk terkemas dikenal dengan istilah migrasi.

Perhitungan total migrasi dilakukan untuk mengetahui jumlah total komponen non volatil penyusun suatu kemasan yang berpindah (migran) tanpa memperhatikan jenis migran tersebut. Berdasarkan peraturan Uni Eropa bahwa batas total migrasi suatu bahan kemasan yang diperbolehkan adalah sebesar 10 mg/dm<sup>2</sup> bahan kemasan. Dalam penelitian ini, nilai total migrasi penting untuk dikaji guna menjamin mutu sop daun Torbangun aman dikonsumsi.

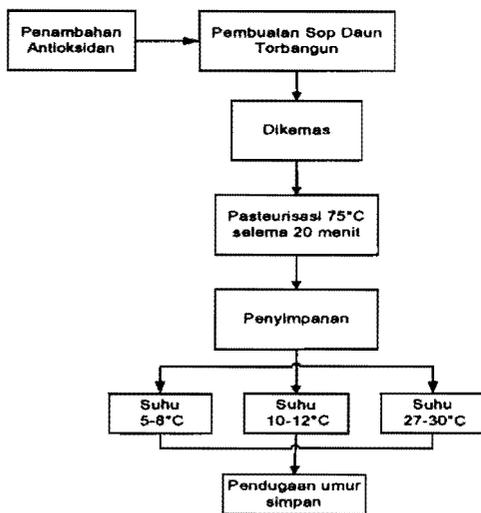
Tujuan penelitian ini adalah (i) mengkaji penurunan mutu sop daun Torbangun selama penyimpanan; (ii) memperkirakan umur simpan sop daun Torbangun; dan (iii) mengetahui jumlah total migrasi kemasan kaleng ke dalam sop daun Torbangun.

### METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan adalah daun Torbangun, santan, bumbu, BHT (Butylated hidroksi toluen) dan bahan kimia untuk analisa. Alat yang digunakan yaitu pemanas, *canning line*, *exhaust box*, *retort*, dan *sealer*. Alat yang digunakan untuk keperluan analisa antara lain peralatan gelas, *stirrer*, pH meter, *clean bench*, blender, cawan petri, spektrofotometer dan lain-lain. Bahan untuk analisa migrasi total adalah *aquadest*, asam asetat 3%, alkohol 15%, dan alkohol 95%.

**Pembuatan Sop Daun Torbangun dan Kajian Umur Simpan**

Diagram alir pembuatan sop daun Torbangun diperlihatkan seperti pada Gambar 1. Umur simpan sop diduga dengan menggunakan metode *Extended Storage Studies* (ESS). Dalam penelitian ini produk dikemas dalam kemasan kaleng dan disimpan pada suhu yang berbeda. Pemilihan suhu penyimpanan didasarkan pada kemungkinan suhu penyimpanan produk yang dilakukan oleh konsumen yaitu 5 - 8°C (suhu kulkas), 10 - 12°C (suhu *outlet supermarket*) dan 27 - 30°C (suhu ruangan). Analisa mutu sop dalam kemasan diuji dengan mengamati nilai pH, TAT (total asam tertitiasi), TBA (triburic acid), TPC (total plate count) dan uji organoleptik (aroma, tekstur, kekentalan, dan warna).



Gambar 1. Diagram alir pembuatan dan suhu penyimpanan sop daun Torbangun

**Total Migrasi**

Total migrasi adalah jumlah residu total yang tertinggal dalam simulasi pangan atau larutan pengujian ketika dilakukan uji migrasi tanpa menghiraukan jenis substansi/bahan yang bermigrasi. Uji migrasi dilakukan dengan menggunakan metode *total immersion* berdasarkan waktu dan suhu inkubasi seperti pada Tabel 1 berikut ini.

Tabel 1. Kondisi (suhu dan waktu) pengujian total migrasi

Larutan penguji	Waktu (jam)	Suhu (°C)
Air destilata	240	40
3% asam asetat	240	40
15% alkohol	240	40
95% alkohol	48	40

Di akhir pengujian *food simulant* dituangkan ke dalam cawan evaporasi dan diuapkan dengan menggunakan *hot plate*. Total residu dihitung dengan persamaan (1):

$$Mt = \frac{ma}{S} \tag{1}$$

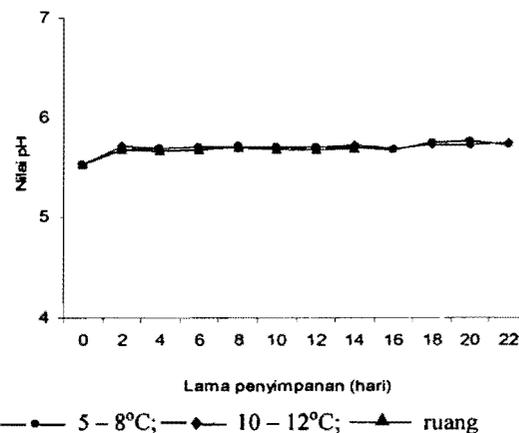
Dimana : Mt = migrasi total (mg dm<sup>-2</sup>)  
 m<sub>a</sub> = massa residu (mg)  
 S = luas permukaan kemasan (dm<sup>-2</sup>)

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penurunan mutu sop daun Torbangun dalam kemasan kaleng selama penyimpanan diuji pada masing-masing suhu penyimpanan. Data tersebut kemudian digunakan untuk memperkirakan masa umur simpan produk sop tersebut. Sub bab di bawah ini akan mendiskusikan tentang penurunan mutu sop berdasarkan masing-masing parameter uji.

**Nilai pH**

Sop daun Torbangun yang dikemas pada kemasan kaleng memiliki nilai pH yang relatif stabil. Nilai pH untuk produk yang dikemas pada kemasan kaleng dan disimpan pada suhu 5 - 8°C memiliki nilai pH berkisar 5,54 sampai 5,73, pada suhu 10 - 12°C berkisar 5,54 - 5,75, sedangkan untuk produk yang disimpan pada suhu ruang memiliki nilai pH berkisar 5,54 - 5,70. Perubahan nilai pH memiliki kecenderungan naik, namun tidak signifikan secara statistik (Gambar 2).

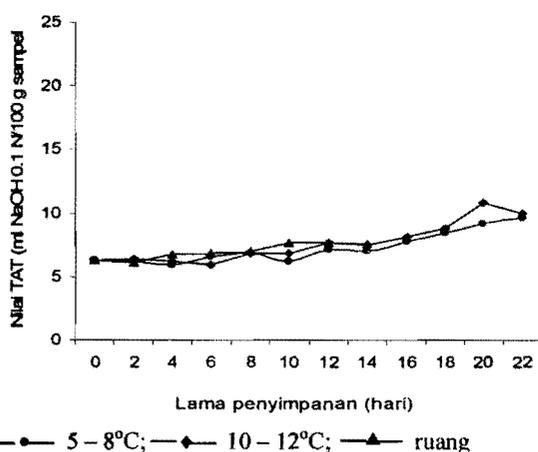


Gambar 2. Nilai pH produk selama penyimpanan

Kestabilan pH produk menunjukkan bahwa kemasan kaleng mampu menstabilkan keasaman produk. Kaleng dikenal sebagai kemasan konvensional setelah gelas dan lebih baik dari plastik. Struktur kemasan berpermabilitas rendah dapat menghambat lalu lintas gas masuk/keluar dari/ke produk-lingkungan. Dengan demikian dimungkinkan produk minim kontak dengan udara luar yang merupakan sumber pencemar. Hal lain yang dapat dimengerti dari hasil kajian ini adalah penyimpanan pada suhu rendah cenderung mempertahankan nilai pH produk. Lebih lanjut dapat diamati bahwa penyimpanan suhu rendah mampu mempertahankan nilai pH stabil selama 22 hari dibandingkan 14 hari untuk suhu ruang.

**Total Asam Tertitrasi (TAT)**

Nilai TAT yang terukur pada kemasan kaleng yang disimpan pada suhu 5 - 8°C adalah sebesar 6,245 ml NaOH 0,1 N/100 g sampai 9,627 ml NaOH 0,1 N/100 g, untuk suhu 10-12°C nilai TAT sebesar 6,245 ml NaOH 0,1 N/100 g sampai 10,762 ml NaOH 0,1 N/100 g. Penyimpanan pada suhu ruang memiliki nilai TAT sebesar 6,245 ml NaOH 0,1 N/100 g sampai 7,595 ml NaOH 0,1 N/100 g. Perubahan nilai TAT pada kemasan kaleng pada ketiga suhu penyimpanan yang berbeda tidak menunjukkan perbedaan nyata (Gambar 3). Selama penyimpanan, nilai TAT cenderung meningkat, namun masih dalam batas toleransi sebagai produk sop kaleng. Bagaimanapun, kandungan santan dalam sop mengalami oksidasi menghasilkan asam-asam lemak yang terdeteksi sebagai asam tertitrasi.



Gambar 3. Nilai TAT selama penyimpanan

**Total Plate Count (TPC)**

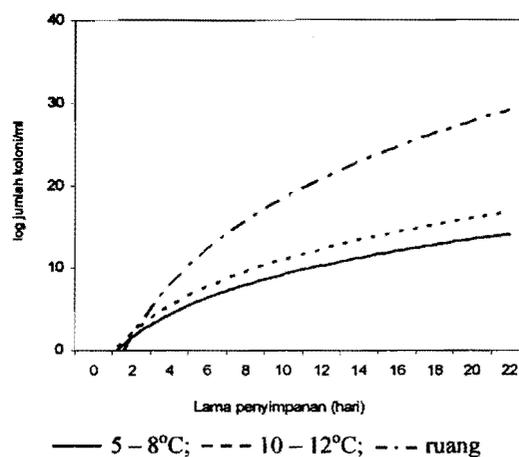
Santan merupakan media yang sangat baik bagi pertumbuhan mikroba oleh karena itu, sebelum sop dikemas, terlebih dahulu dipasteurisasi pada suhu 75°C selama 20 menit. Perlakuan ini diharapkan dapat memperpanjang umur simpan produk. Dipilih suhu pemanasan moderat sehingga santan tidak rusak struktur emulsinya. Berdasarkan hasil kajian, Suherly (1984), produk santan yang dipasteurisasi mampu bertahan selama sebulan tanpa penurunan mutu produk tersebut. Hal ini terbukti dengan uji TPC sop daun Torbangun yang rata-rata hanya memiliki jumlah koloni 30 koloni per ml pada hari penyimpanan ke 22 hari (Gambar 4).

Gabungan aplikasi pasteurisasi dan penggunaan kemasan kaleng terbukti mampu memperpanjang umur simpan sop daun Torbangun sampai 22 hari. Produk ini jika dikombinasikan dengan teknik penyimpanan suhu dingin, diyakini akan lebih memperbaiki umur simpan produk dalam kemasan.

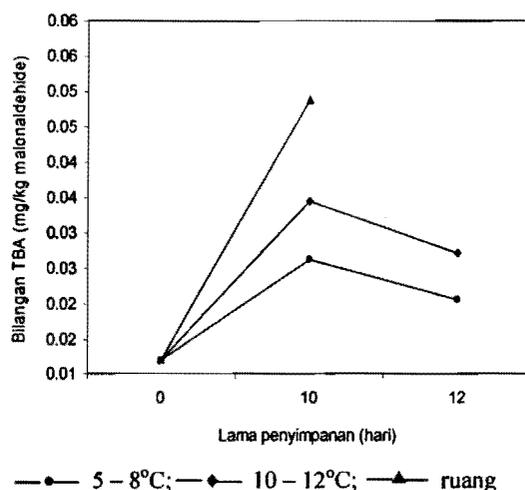
**Triburic Acid (TBA)**

Nilai TBA yang terukur pada kemasan kaleng yang disimpan pada suhu 5 - 8°C adalah sebesar 0,012 mg malonaldehida/kg bahan sampai 0,026 mg malonaldehida/kg bahan, pada suhu 10 - 12°C sebesar 0,012 mg malonaldehida/kg bahan

sampai 0,035 mg malonaldehida/kg bahan, sedangkan pada penyimpanan suhu ruang nilai TBA yang terukur sebesar 0,012 mg malonaldehida/kg bahan sampai 0,049 mg malonaldehida/kg bahan. Pengujian nilai TBA pada penelitian ini dilakukan selama tiga kali selama masa penyimpanan yaitu penyimpanan awal, penyimpanan 10 hari dan hari terakhir penyimpanan. Grafik nilai TBA selama penyimpanan pada kemasan kaleng dapat dilihat pada Gambar 5. Pengujian TBA dilakukan untuk mengetahui tingkat ketengikan sop karena oksidasi. Penambahan antioksidan akan menghambat reaksi ini sehingga diharapkan sop dalam kemasan tetap berkualitas baik dalam kurun waktu lama.



Gambar 4. Nilai TPC selama penyimpanan

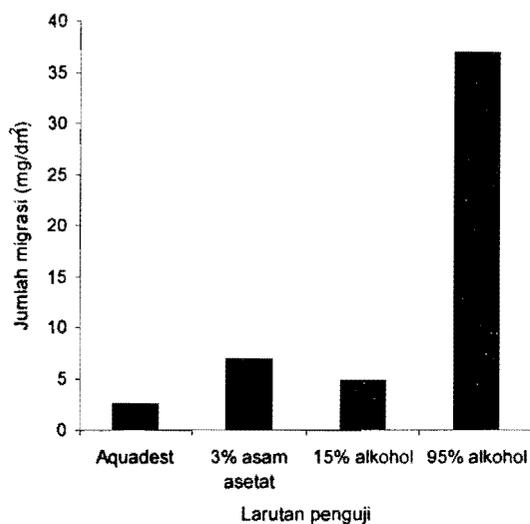


Gambar 5. Nilai TBA selama penyimpanan

Nilai TBA produk sampai penyimpanan ke 22 masih relatif rendah, dengan demikian sop dalam kemasan kaleng tidak berubah mutunya secara signifikan selama masa simpan tersebut. Nilai TBA rendah menunjukkan kandungan senyawa aldehida; senyawa hasil reaksi oksidasi; dalam produk juga rendah. Selain kemasan kaleng mampu melindungi produk dengan baik, penambahan antioksidan (BHT) bekerja sinergi dalam menghambat proses oksidasi.

### Total Migrasi

Data selengkapnya hasil perhitungan total migrasi kemasan kaleng kedalam empat larutan pengujian disajikan pada Gambar 6.



Gambar 6. Total migrasi kemasan kaleng

Total migrasi kemasan kaleng yang dikaji pada penelitian ini masih berada nilai di bawah ketentuan Commission Directive 90/128/EEC (1990) untuk semua larutan pengujian berbasis air (akuades, 3% asam asetat, 15% alkohol). Sayangnya, uji total migrasi dengan menggunakan 95% alkohol, memberikan hasil yang cukup tinggi, tiga kali lipat dari yang diperbolehkan. Cukup dimengerti bahwa 95% alkohol dalam air merepresentasikan larutan pengujian pengganti minyak atau lemak. Alkohol berkonsentrasi tinggi cukup agresif dalam melarutkan lapisan enamel kemasan kaleng. Oleh karenanya, kemasan kaleng dalam kajian ini disarankan untuk tidak digunakan untuk mengemas produk-produk beralkohol tinggi. Seperti diketahui bahwa enamel merupakan bahan organik yang dilapiskan pada kaleng, berfungsi untuk melindungi kaleng dari korosi dan melindungi kontak antara bahan pangan dengan logam.

Berdasarkan grafik diatas, kenaikan nilai migrasi berurutan sebagai aquades < 3% asam asetat < 15% alkohol, < 95% alkohol. Hal ini mengindikasikan kekuatan larutan pengujian dalam mengekstrak komponen bahan kemasan kaleng. Larutan pengujian 3% asam asetat pada kemasan kaleng memberikan hasil yang lebih besar dibandingkan dengan 15% alkohol. Hasil ini sesuai dengan laporan Galotto dan Guarda (1999) serta O'Brien *et al.* (2000) yang menyatakan bahwa 3% asam asetat menunjukkan kemampuan mengekstrak komponen bahan kemasan lebih besar dibandingkan dengan 15% alkohol. Dilaporkan juga bahwa 95% alkohol memberikan hasil paling tinggi dalam mengekstrak komponen bahan kemasan sekaligus mengindikasikan kondisi terburuk untuk mensimulasi jumlah total migrasi.

## KESIMPULAN DAN SARAN

### Kesimpulan

Berdasarkan hasil pengujian mikrobiologis dan kimia, produk sop daun Torbangun yang dikemas dalam kaleng pada penyimpanan suhu rendah (5 - 8°C dan 10 - 12°C) masih bisa dikonsumsi hingga 22 hari, sedangkan pada penyimpanan suhu ruang, produk ini aman dikonsumsi hingga 14 hari. Migrasi kemasan kaleng cukup rendah untuk larutan pengujian berbasis air tetapi cukup tinggi, bahkan melebihi nilai yang dipersyaratkan pada larutan pengujian pengganti minyak atau lemak (alkohol 95%).

### Saran

Untuk meningkatkan daya awet sop daun Torbangun dalam kemasan kaleng maka perlu dilakukan proses *pre* dan *post* termal yang memadai. Lebih lanjut, migrasi spesifik dari komponen bahan kemasan juga disarankan untuk mengetahui bahaya kontak produk sop daun Torbangun dengan kemasan kaleng.

## DAFTAR PUSTAKA

- Commission Directive 90/128/EEC. 1990. Official Journal of the European Communities L346, pp. 26.
- Damanik R. 2005. Effect of consumption torbangun soup (*Coleus amboinicus* Lour) on micronutrient intake of the batakese lactating women. *Media Gizi & Keluarga*. 29(1): 68-73.
- Fitriah N.F. 2006. Kajian Pengemasan Sop daun torbangun (*Coleus amboinicus* Lour) sebagai makanan tambahan pelancar air susu ibu (ASI). [Skripsi]. FATETA - IPB, Bogor.
- Galotto M. J. dan A. Guarda. 1999. Comparison between thermal and microwave treatment on the overall migration of plastic material intended to be in contact with food. *Packaging Science and Technology* 12: 277-281.
- Hariyadi P. 2000. Dasar-dasar teori dan praktek proses termal. Pusat Studi Pangan dan Gizi Institut Pertanian Bogor (PSPG-IPB), Bogor.
- O'Brien A., A. Leach dan I. Cooper. 2000. Polypropylene: Establishment of a rapid extraction test for overall migration limit compliance testing. *Packaging Science and Technology* 13:13-18.
- Octaviani V. 2007. Kajian pengemasan sup daun torbangun (*Coleus amboinicus* Lour). [Skripsi]. FATETA - IPB, Bogor.
- Suherly L.A. 1984. Mempelajari stabilitas emulsi santan terhadap sterilisasi. [Skripsi]. FATETA - IPB, Bogor.

**PEMBUATAN NATRIUM LIGNOSULFONAT BERBAHAN DASAR LIGNIN ISOLAT TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT : IDENTIFIKASI, DAN UJI KINERJANYA SEBAGAI BAHAN PENDISPERSI**

**PRODUCTION OF SODIUM LIGNOSULPHONATE FROM ISOLATED LIGNIN OF EMPTY FRUIT BUNCH : IDENTIFICATION AND PERFORMANCE TEST AS A DISPERSANT AGENT**

Ismiyati<sup>1</sup>, Ani Suryani<sup>2</sup>, Djumali Mangunwidjaya<sup>2</sup>, Machfud<sup>2</sup>, dan Erliza Hambali<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Jakarta - Jakarta

<sup>2</sup>Departemen Teknologi Industri Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor – Bogor

E-mail : ismiyati\_umj@yahoo.com

**ABSTRACT**

*Sodium lignosulphonate is a product of isolated lignin sulphonation process using NaHSO<sub>3</sub> as sulphonation agent. This research was proposed to produce sodium lignosulphonate, to identify and to characterize the product as dispersant agent. The lignin sulphonation process was conducted by ratio of reactant variable (NaHSO<sub>3</sub> and lignin) 60.32%, pH 6.03 and temperature at 90.28 °C on batch reactor. The identification was carried out by Fourier Transform Infrared (FTIR) and by Liquid Chromatography Mass Spectrophotometer (LCMS). Identification using FTIR and LCMS spectrophotometer indicated that SLS produced from this study has similar characteristic with SLS standard from Aldrich (SLS-Aldrich). Performance test of SLS as dispersant materials for gypsum paste pointed out that this SLS has lower performance than SLS-Aldrich. This was caused by the purity of SLS standard, 96%. Nevertheless SLS still fulfilled the characteristic as dispersant materials for gypsum paste because it has purity of more than 80%.*

**Keywords:** lignin, sulphonation, sodium lignosulphonate, dispersant

**PENDAHULUAN**

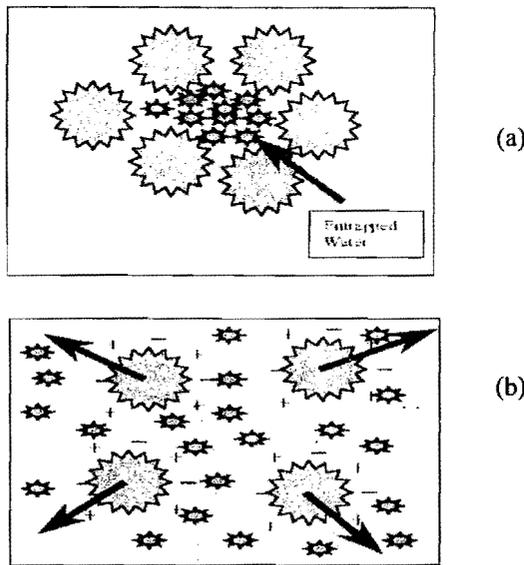
Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) merupakan bahan berlignoselulosa yang memiliki prospek yang baik untuk digunakan sebagai bahan baku industri pulp dan kertas yang memenuhi standar, akan menghasilkan limbah berupa lindi hitam (*black liquor*) yang kandungan ligninnya cukup besar yaitu 22% berat kering TKKS (Darnoko *et al.*, 1995). Pengambilan atau isolasi lignin dari lindi hitam TKKS dilakukan menggunakan metode Kim (Kim *et al.*, 1987). Lignin isolat yang dihasilkan hanya larut dalam larutan alkali seperti dimetil formamida (DMF) dan tetrahidrofuran (THF) namun tidak larut dalam air. Untuk mengubah sifat tersebut maka lignin isolat TKKS dapat dimodifikasi melalui proses sulfonasi menjadi lignosulfonat. Sulfonasi dimaksudkan untuk mengubah sifat hidrofilisitas lignin yang kurang polar (tidak larut air) menjadi garam lignosulfonat yang lebih polar (larut air), dengan cara memasukkan gugus sulfonat (SO<sub>3</sub><sup>-</sup>) dan garamnya ke dalam gugus hidroksil (OH) lignin, sehingga garam lignosulfonat tersebut memiliki struktur sebagai *surface active agent* atau surfaktan. Surfaktan natrium lignosulfonat memiliki berbagai kegunaan dalam industri yaitu sebagai bahan pendispersi berbagai sistem dispersi partikel, sebagai bahan perekat dalam industri keramik, sebagai bahan pengemulsi, serta sebagai pelarut warna dalam industri tekstil (Filder, 2001).

Proses sulfonasi lignin menjadi natrium lignosulfonat (NLS) menggunakan agen penyulfonasi yaitu natrium bisulfid (NaHSO<sub>3</sub>) serta NaOH sebagai katalis. Fengel dan Wegener (1995)

menyatakan bahwa reaksi sulfonasi lignin menjadi NLS, berlangsung serupa dengan sulfonasi terhadap 1,2, diguaiasil propana-1,3-diol. Langkah pertama berlangsung melalui pembentukan kuinon metida dengan pemecahan gugus  $\alpha$ -hidroksil. Reaksi adisi elektrofilik terhadap kuinon metida oleh bisulfid menghasilkan natrium 1,2-diguasil propana- $\alpha$ -sulfonat (eliminasi air) dan diikuti adisi elektrofilik yang menghasilkan natrium 1,2-diguasilpropana- $\alpha,\gamma$ -disulfonat seperti terlihat pada Gambar 1. Keberhasilan proses sulfonasi tergantung pada nilai kemurnian lignin, temperatur, dan pH (Fengel dan Wegener 1995; Gargulak dan Lebo 2000). Penelitian yang telah dilakukan yaitu mendapatkan kondisi optimum proses sulfonasi lignin isolat menjadi NLS menggunakan metode permukaan respon/*response surface method* (RSM), diperoleh kondisi proses optimum terjadi pada nisbah pereaksi (NaHSO<sub>3</sub> terhadap lignin) yaitu 60,32%, pH 6,03 dan suhu 90,28°C, menghasilkan konversi optimum 72,2% (Ismiyati, 2008).

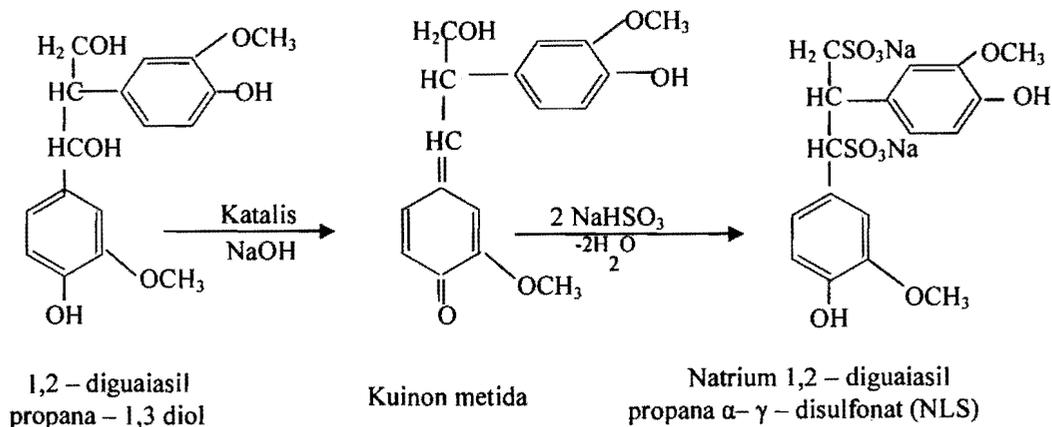
Natrium lignosulfonat (NLS) termasuk jenis surfaktan anionik karena memiliki gugus sulfonat dan garamnya (-NaSO<sub>3</sub>) yang merupakan gugus hidrofilik (suka air) serta gugus hidrokarbon yang merupakan gugus hidrofobik. Menurut ASTM Standard C 494-79, natrium lignosulfonat (NLS) adalah bahan tambahan kimia termasuk jenis *water reducing admixture (WRA)* atau *plasticizer* yang memiliki kemampuan sebagai bahan pendispersi (*dispersant*) pada berbagai sistem dispersi partikel (pasta semen dan gipsum). Pada dasarnya padatan baik semen maupun gipsum adalah bahan yang tidak larut dalam air. Surfaktan NLS sebagai bahan pendispersi yang bekerja pada antar muka antara dua

fasa akan menghasilkan pembatas elektrik sehingga mencegah bersatunya partikel-partikel padatan yang terdispersi. Pengurangan atau penghilangan pembatas elektrik menyebabkan terjadinya flokulasi (Rosen dan Dahanayake, 2000). Penambahan NLS sebagai bahan pendispersi (*dispersant*) pada pasta gipsum maupun pasta semen tersebut menyebabkan penurunan viskositas, sehingga luas permukaan menjadi besar (terdispersi) dan meningkatkan kelecakan/slam (*slump*) tanpa penambahan air, serta mempercepat pengerjaan (*setting time*) dan kuat tekan (*strength*) akan lebih tinggi (Neville, 1981). Neville menggambarkan pasta gipsum terflokulasi (tanpa NLS) dan pasta gipsum terdispersi (dengan NLS) disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Pasta gipsum : (a) terflokulasi tanpa penambahan NLS; (b) tersebar dengan penambahan NLS (Neville, 1981)

Penelitian ini bertujuan menghasilkan natrium lignosulfonat (NLS), mengetahui hasil identifikasi dan karakteristik NLS (sebagai pembanding yaitu NLS standar dari Aldrich (NLS-Aldrich) serta mengetahui kinerja NLS sebagai bahan pendispersi pasta gipsum.



Gambar 1. Reaksi sulfonasi terhadap 1,2 – diguaiasilpropana – 1,3 – diol (Fengel dan Wegener, 1985)

## METODE PENELITIAN

### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan yaitu lignin isolat TKKS, bahan penyulfonasi yaitu  $\text{NaHSO}_3$  dan  $\text{NaOH}$ ; dan untuk pemurnian NLS dari sisa  $\text{NaHSO}_3$  yang tidak bereaksi adalah metanol.

Peralatan yang digunakan adalah rangkaian reaktor (labu leher 3 ukuran 500 ml, pengaduk *magnetic stirrer*; pemanas, *hot plate*); corong pemisah serta oven; Peralatan untuk identifikasi dan karakterisasi antara lain spektrofotometer FTIR, LC-MS dan UV. Peralatan untuk evaluasi kinerja NLS adalah tabung terbuat dari botol plastik yang dibentuk cincin dengan diameter 50 mm dan tinggi 50 mm.

### Metode

#### Proses Sulfonasi Lignin Menjadi NLS

Lignin isolat dengan berat tertentu (5 gram) disuspensikan dengan 150 ml air atau perbandingan lignin : air (1 : 30 w/w), dalam labu leher 3 ukuran 500 ml dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Suspensi ini ditambahkan natrium bisulfit ( $\text{NaHSO}_3$ ) sebagai bahan penyulfonasi dengan nisbah pereaksi ( $\text{NaHSO}_3$  terhadap lignin) yaitu 60,32% b/b, pH 6,03 dengan menambahkan katalis basa ( $\text{NaOH}$ ), serta suhu reaksi yaitu 90,28°C. Proses pemisahan produk NLS dan pemurnian hasil dilakukan melalui beberapa tahap yaitu : hasil reaktor disaring dengan corong *buchner* untuk memisahkan lignin yang tidak bereaksi. Filtrat berupa larutan NLS didistilasi guna mengurangi volume air dengan diuapkan pada suhu 100°C, larutan NLS yang telah pekat dimurnikan dengan metanol sedikit demi sedikit sambil dikocok kuat, kemudian diletakkan ke dalam corong *buchner* untuk memisahkan sisa natrium bisulfit yang tidak bereaksi tersebut. Filtrat natrium ligno-sulfonat (NLS) diuapkan pada suhu 60°C untuk mengurangi larutan metanol. Natrium lignosulfonat (NLS) pekat dikeringkan dalam oven vakum maksimum suhu 50 - 60°C ditimbang sampai diperoleh NLS dengan berat konstan.

**Identifikasi Produk NLS.**

Untuk melihat letak gugus fungsi dari lignin maupun NLS setelah mengalami sulfonasi dilakukan identifikasi dengan spektrofotometer FTIR; untuk mengetahui fragmen bobot molekul gugus fungsi (m/z) NLS yang dihasilkan menggunakan *Liquid Chromatography Mass Spectrophotometer* (LCMS) serta menentukan kemurnian NLS dengan spektrofotometer UV.

**Karakterisasi Sifat Fisiko Kimia NLS**

Karakteristik NLS yang dihasilkan meliputi % gula pereduksi, berat jenis, viskositas dan kandungan kimia, dibandingkan dengan NLS komersial (Wesco Technology, 1995).

**Kinerja NLS sebagai Bahan Pendispersi**

Kinerja NLS sebagai bahan pendispersi diaplikasikan pada pasta gipsum yaitu dengan menambahkan NLS dengan konsentrasi tertentu ke dalam pasta gipsum. Evaluasi kinerja NLS sebagai bahan pendispersi pasta gipsum dengan menghitung persen nilai alir (% *flow value*). Air sebanyak 88 ml pada suhu 20°C, dicampur dengan NLS dengan konsentrasi (berat NLS/berat gipsum) divariasikan yaitu : 0,05; 0,1; 0,15; 0,20 dan 0,25% (b/b).

Gipsum sebanyak 110 gram dimasukkan ke dalam larutan NLS, kemudian diaduk dengan *stirrer* selama 15 detik. Setelah gipsum membentuk pasta dimasukkan ke dalam tempat yang berbentuk cincin (diameter 50 mm dan tinggi 50 mm), diletakkan di atas piring kaca yang datar. Setelah 10 detik, cincin ditarik ke atas, dan pasta gipsum akan menyebar di atas piring gelas. Setelah penyebaran berhenti, Ukur diameter akhir  $\phi_{final}$ , *Flow value* atau nilai alir dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$\% \text{ Nilai aliran} = \frac{\phi_{final}}{\phi_{in}} \times 100 \%$$

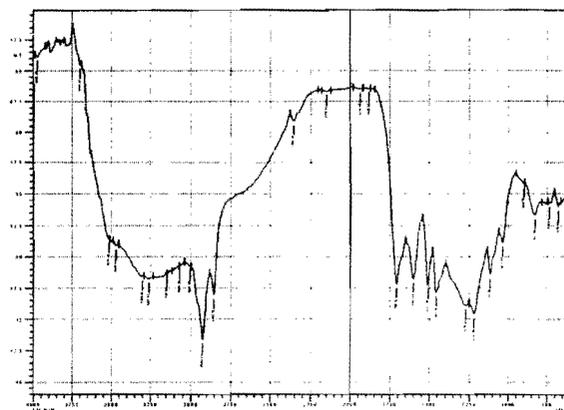
keterangan :

$\phi_{in}$  adalah diameter awal yaitu 50 mm (Nadif et al., 2002)

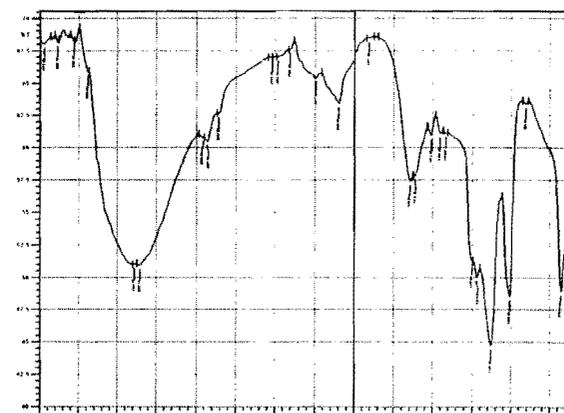
**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Identifikasi dengan Spektrofotometer FTIR**

Identifikasi NLS hasil sulfonasi menggunakan spektrofotometer FTIR dimaksudkan untuk melihat mekanisme reaksi sulfonasi lignin membentuk NLS. Mekanisme reaksi sulfonasi lignin melalui substitusi SO<sub>3</sub> dengan gugus -OH; C= serta gugus guaiasil (metoksil) yang terdapat pada lignin pada serapan bilangan gelombang 2924; 2852 cm<sup>-1</sup> dan pita serapan 1708.93 cm<sup>-1</sup> (Gambar 3). Keberhasilan sulfonasi lignin dibuktikan dengan terbentuknya gugus sulfonat (SO<sub>3</sub><sup>-</sup>) yang ditunjukkan oleh adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1219; 1128 cm<sup>-1</sup> serta adanya rentangan S = O dan S - O yang ditunjukkan pada rentangan bilangan gelombang 1006.84 cm<sup>-1</sup> dan 902.69 cm<sup>-1</sup>, seperti pada Gambar 4.



Gambar 3. Spektrum FTIR lignin

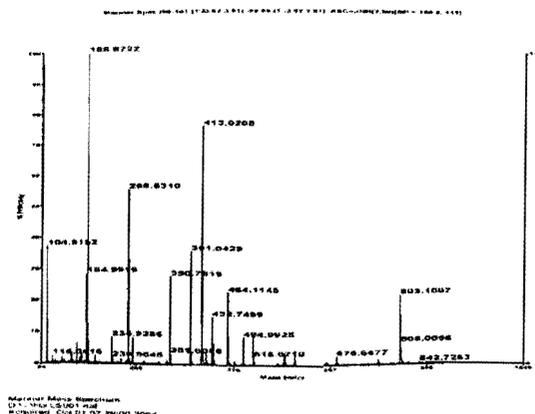


Gambar 4. Spektrum FTIR NaLS

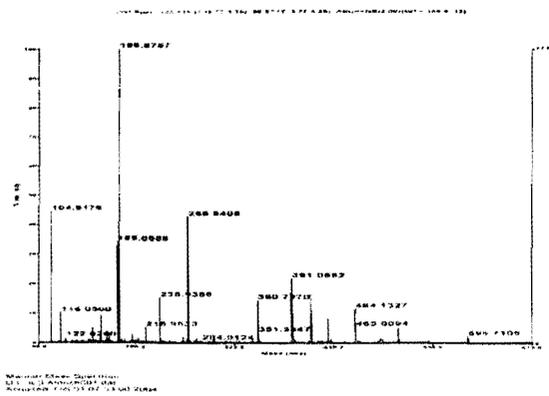
NLS yang terbentuk memiliki kemiripan dengan natrium lignosulfonat standar dari Aldrich (NLS-Aldrich) yang memiliki rentangan vibrasi gugus sulfonat (SO<sub>3</sub><sup>-</sup>) pada bilangan gelombang 1120 -1230 cm<sup>-1</sup> dan gugus S=O simetri pada bilangan gelombang 1005 - 1055 cm<sup>-1</sup>, serta rentangan S-O pada bilangan gelombang 750 - 1000 cm<sup>-1</sup> (Hergert, 1971 dalam Fengel dan Wagener, 1985).

**Identifikasi dengan Spektrofotometer LCMS**

Identifikasi dengan spektrofotometer LCMS dimaksudkan untuk mengetahui fragmen bobot molekul gugus fungsi(m/z) NLS hasil sulfonasi untuk dibandingkan dengan NLS-Aldrich disajikan pada Gambar 5 dan Gambar 6.



Gambar 5. Spektrum LCMS NLS



Gambar 6. Spektrum LCMS NLS-Aldrich

Berdasarkan fragmen-fragmen bobot molekul gugus fungsi NLS, diperoleh antara NLS hasil sulfonasi dibandingkan dengan NLS standar (NaLS-Aldrich) fragmen-fragmennya memiliki banyak persamaan seperti disajikan pada Tabel 1.

Berdasarkan data di atas menunjukkan bahwa beberapa gugus fungsi yang terdapat pada NLS maupun NLS-Aldrich memiliki kemiripan struktur, dan kemungkinan besar antara senyawa NLS hasil sulfonasi dengan NLS standar (NLS-Aldrich) memiliki senyawa yang sama, yang berasal dari senyawa monomer asal berupa koniferil alkohol. Dari data yang ada salah satu kemungkinan struktur lignin terfragmentasi melalui 2 (dua) buah lignin koniferil alkohol yang dihubungkan oleh atom sulfur (S) sehingga mempunyai fragmen gugus fungsi dengan bobot molekul sebesar 390 m/z (BM + H = 391 m/z) (program DNP).

Tabel 1. Fragmen bobot molekul (m/z) beberapa gugus fungsi NLS

Fragmen: bobot molekul (m/z) beberapa gugus fungsi molekul NLS	
NLS hasil sulfonasi	NLS-Aldrich
104,9152	104,9176
116,0616	116,0560
184,9919	185,0058
186,8722	186,8757
235,9286	235,9385
268,8310	268,8408
350,7819	350,7970
391,0429	391,0652
464,1145	464,1327

**Karakteristik Sifat Fisiko-kimia NLS**

Karakteristik NLS meliputi kemurnian, kadar air, gula pereduksi, pH, dan berat jenis. Karakteristik NLS disajikan pada Tabel 2. NLS hasil sulfonasi memiliki kemiripan dengan NLS standar komersial (Wesco Technology, 1995) yang merupakan karakteristik lignosulfonat sebagai bahan pendispersi komersial.

**Evaluasi Kinerja NLS**

Evaluasi kinerja NLS sebagai bahan pendispersi dilakukan dengan mengamati persentase

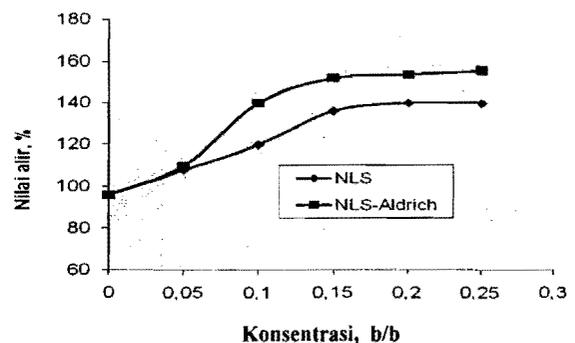
nilai alir pasta gipsum pada berbagai variasi penambahan NLS. Pasta gipsum tanpa penambahan NLS (konsentrasi 0%), nilai alir yang dimiliki adalah 96%, sedangkan pada penambahan konsentrasi (NLS b/b) sebesar 0,05% mulai terjadi kenaikan nilai alir hingga 108%. Pada penambahan NLS 0,10% terjadi kenaikan nilai alir yang cukup signifikan yaitu 120%, dan penambahan NLS 0,15% NaLS terjadi kenaikan nilai alir paling tinggi yaitu 136%. Pada penambahan NLS yang lebih besar dari 0,15%, yaitu 0,20 dan 0,25% tidak mengalami kenaikan nilai alir yang signifikan, hal ini dikarenakan telah terjadi kondisi yang jenuh dan telah terjadi penyebaran yang merata. Jika dibandingkan dengan penambahan lignosulfonat standar (NLS-Aldrich), pada penambahan 0,05% hingga 0,25%, terjadi kenaikan persentase nilai alir dengan fenomena yang sama, yaitu keadaan yang paling optimum terjadi pada penambahan NLS-Aldrich 0,15% diperoleh nilai alir sebesar 152% dan terjadi kondisi jenuh pada penambahan lebih besar yang lebih besar dari 0,15%, yaitu pada penambahan NaLS 0,20 dan 0,25%. Kinerja NLS hasil sulfonasi dan NLS-Aldrich sebagai bahan pendispersi disajikan pada Gambar 7.

Tabel 2. Karakteristik NLS dibanding dengan NLS komersial

Karakteristik	NLS hasil sulfonasi	NLS Standar Komersial*
Kemurnian, %	80,05	80,00
pH: 20% larutan	7,20	7,50
Gula pereduksi, %	1,07	7,00
Kandungan air, %	3,00	7,00
Berat jenis, kg/m <sup>3</sup>	402,40	368,42

Kemurnian NLS-Aldrich = 96%

\*Wesco Technology (1995)



Gambar 7. Kinerja penambahan NLS hasil sulfonasi dan NLS-Aldrich pada pasta gipsum

**KESIMPULAN DAN SARAN**

**Kesimpulan**

Natrium lignosulfonat (NLS) yang dihasilkan melalui proses sulfonasi lignin isolat TKKS, memiliki karakteristik sesuai sebagai bahan pendispersi pada pasta gipsum.

Uji kinerja NLS sebagai agen pendispersi pada pasta gipsum lebih rendah dari kinerja NLS-

Aldrich, namun NLS masih memenuhi karakteristik sebagai bahan pendispersi karena memiliki kemurnian diatas 80%.

#### Saran

Untuk meningkatkan kemurnian produk NLS, perlu dilakukan penelitian proses sulfonasi lignin menggunakan berbagai jenis katalis, sehingga dapat meningkatkan kinerja NLS sebagai bahan pendispersi.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Darnoko G.P., A. Sugiharto dan S. Sugesty. 1995. Pembuatan pulp dari tandan kosong sawit dengan penambahan surfaktan. *Jurnal Penelitian Kelapa Sawit* 3(1): 75-87.
- Fengel D. dan G. Wegener. 1985. Kayu: Kimia, ultra struktur, reaksi-reaksi. *Terjemahan*. Gajah Mada University Press, Yogyakarta.
- Filder F.J. 2001. Commercial consideration and markets for naturally derived biodegradable surfactant. *Inform* 12(12): 1161-1164.
- Gurgulak J.D. dan S.E. Lebo. 2000. Commercial use of lignin-based materials. *Di dalam* Glasser W.G., R.A. Northey, T.P. Schultz (eds.), *Lignin: Historical, biological, and materials perspectives*. Oxford University Press, Washington pp. 304-320.
- Ismiyati. 2008. Perancangan proses sulfonasi lignin isolat tkks menjadi surfaktan natrium lignosulfonat (NLS). [Disertasi]. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Kim H., M.K. Hill dan A.L. Fricke. 1987. Preparation of kraft lignin from black liquor. *Tappi Journal* 12: 112-115.
- Nadif A., D. Hunkeler dan P. Kauper. 2002. Sulfur-free lignins from alkaline pulping tested in mortar for use as mortar additives. *Bioresource Technology* 84: 49-55.
- Neville A.M. 1981. Properties of concrete admixtures. 3<sup>rd</sup> ed. Pitman Publishing.
- Rosen M.J. dan M. Dahanayake. 2000. Industrial utilization of surfactant: Principle and practice. Illinois AOCS Press, Champaign.
- Wesco Technology, Ltd. 1995. Typical properties of weschem ammonium lignosulfonat, calcium lignosulfonat, sodium lignosulfonat, zinc lignosulfonat. [on line]. <http://www.wtl.com/aprops.htm>. [12 September 2005].