

Isolasi Lignin dari Serbuk Grajen Kayu Jati (*Tectona Grandis*) dengan Metode Klason

P Kusumo¹, S Biyono¹, Tegar S²

¹Program Studi Teknik Kimia UNTAG Semarang

²Alumni Program Studi Teknik Kimia UNTAG Semarang

Priyo330@yahoo.com

Abstrak

Isolasi lignin dari limbah *furniture* kayu jati Jepara merupakan upaya untuk pemanfaatan limbah tersebut dan dalam mengatasi pencemaran lingkungan. Lignin diisolasi dengan cara diekstraksi dari serbuk kayu tersebut, dihidrolisa dan diidentifikasi dengan *Fourier Transport Infra-Red* (FTIR). Isolasi dilakukan dengan berat sampel 10 gram, waktu 2 jam dan suhu 110°C dan variasi konsentrasi NaOH. Yield lignin 0,106 % (1,06 g) didapat pada konsentrasi NaOH 12%-b, waktu 2 jam dan suhu 110°C. Gugus fungsi guasil merupakan unsur yang mendominasi senyawa lignin teridentifikasi dari hasil analisa spektrum FTIR pada panjang gelombang serapan 1269,6 cm⁻¹.

Kata kunci: *Lignin, teak wood powder*, FTIR, hidrolisis

Abstract

Isolation of lignin from Jepara teak furniture waste is an effort to utilize this waste and to overcome environmental pollution. Lignin was isolated by extraction from the sawdust of furniture waste, hydrolyzed and identified by Fourier Transport Infra-Red (FTIR). Isolation was carried out with a sample weight of 10 grams, a time of 2 hours and a temperature of 110°C and variations in the concentration of NaOH. The lignin yield of 0,106% (1,06 g) was obtained at a concentration of 12%-w NaOH, time of 2 hours and a temperature of 110°C. The guasil functional group as the dominated element of the lignin compounds was identified by FTIR spectra results at the absorption wavelength of 1269,6 cm⁻¹.

Keywords: *Lignin, teak wood powder*, FTIR, hidrolisis

1. Pendahuluan

Kayu merupakan hasil hutan yang diperoleh dari tumbuhan–tumbuhan dalam alam, termasuk vegetasi hutan. Tumbuhan–tumbuhan yang dimaksud disini ialah pohon–pohonan (*trees*). Di lingkungan kehutanan, pengertian pohon tidak sama dengan tanam–tanaman (*plant*). Kayu memiliki beberapa sifat sekaligus yang tidak dapat ditiru oleh bahan–bahan lain. Kayu memiliki sifat yang berbeda–beda antara kayu satu dengan yang lain seperti sifat mekanik dan sifat kimianya (Imam Wahyudi, 2014). Saat ditebang kayu jati mempunyai warna coklat kekuningan dan keemasan. Nama latin/ilmiyah kayu jati *tectona grandis* L.f, yang berasal dari kata *tecton*, yang mengandung arti tanaman atau pohon berkulit sangat baik (Efendi, 2012). Karakteristik kayu jati mempunyai tekstur permukaan yang halus dan menarik, berpenampang serat lurus bergelombang dan terpadu.

Berat jenis rata-rata kayu jati 0,67 dan tergolong kedalam kelas awet I-II dan kelas kuat II. Daya resistansi kayu jati yang tinggi terhadap serangan jamur dan rayap disebabkan adanya zat ekstraktif *tectoquinon* atau 2-metil antraquinon. Kayu jati mempunyai ciri berminyak dan beraroma senyawa organik seperti kulit. Karakteristik kayu jati berpori dengan buluh melingkar, berbentuk bulat atau oval, dengan diameter pada kisaran 340–370 mikron. Sedangkan kayu jati akhir akan mempunyai diameter tangensial pada kisaran 50–290 mikron, berisikan *tilosis* berupa endapan putih berdiameter lebar yang terdiri dari 4 seri atau lebih dengan ukuran sekitar 4-7 per mm, mempunyai arah tangensial dengan komposisi hanya sel–sel barung (*homoselular*) yang tingginya bisa mencapai 0,9 m.

Tabel 1. Komposisi Kayu Jati

Kandungan	%-b
Zat Ekstraktif	6,2
Lignin	29,95
Selulosa	46,5
Abu	1,4
Silica	0,4
Pentosan	14,4

Dalam komponen kayu terdapat suatu bahan yang berfungsi sebagai perekat itulah yang disebut Lignin. Lignin merupakan konsentrasi terbesar setelah selulosa pada kayu (Tabel 1). Lignin dari bahasa latin *lignum* yang artinya kayu adalah polimer alam yang merupakan bagian dari struktur kayu bukan karbohidrat sebagai persenyawaan kimia yang jauh dari sederhana berstruktural

Info Makalah:

Dikirim : 06-30-20;
Revisi 1 : 10-04-20;
Revisi 2 : 10-23-20;
Diterima : 11-09-20.

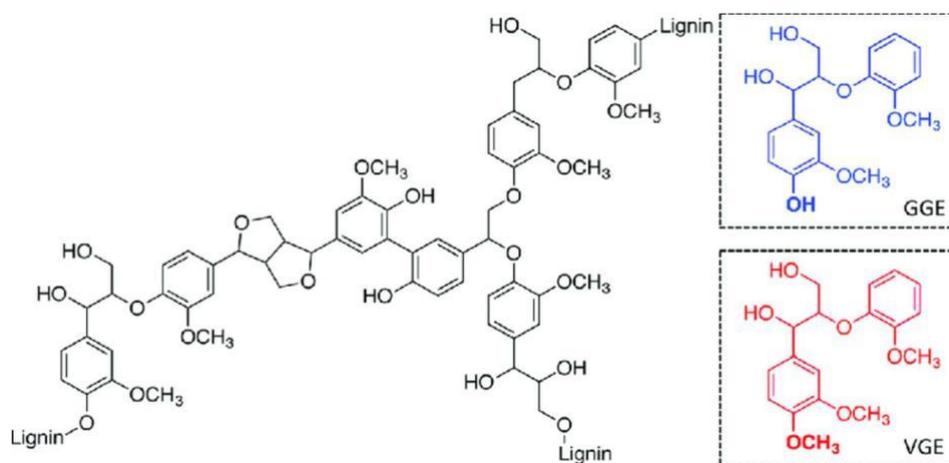
Penulis Korespondensi:

Telp : +62-856-4059-5808
e-mail : priyo330@yahoo.com

amorf, sifatnya menolak air (*hidrofobik*) dan kaku. Lignin juga merupakan senyawa yang reaktif karena memiliki gugus fungsional yaitu gugus hidroksil, metoksil, karbonil, dan fenil propan, lignin bebas tidak terlarut dalam air, asam mineral kuat dan hidrokarbon. Lignin komersial atau lignin yang diperdagangkan larut dalam alkali cair dan beberapa oksigen organik lainnya dalam amina, lignin yang tidak dimodifikasi atau murni digunakan sebagai bahan perekat, isian, dan resin ekstender, lebih spesifiknya digunakan *dispersen* (penyebar) dan *squestering agent*.

Lignin adalah polimer alam yang merupakan bagian dari struktur kayu bukan karbohidrat sebagai persenyawaan kimia yang jauh dari sederhana berstruktur amorf, sifatnya menolak air (*hidrofobik*) dan kaku. Lignin juga merupakan senyawa yang reaktif karena memiliki gugus fungsional yaitu gugus hidroksil, metoksil, karbonil, dan fenil propan, lignin bebas tidak terlarut dalam air, asam mineral kuat dan hidrokarbon. Lignin komersial atau lignin yang diperdagangkan terlarut dalam larutan alkali cair dan beberapa oksigen *organic* lainnya dalam amina, lignin yang tidak dimodifikasi atau murni digunakan sebagai bahan perekat, isian, dan resin ekstender, lebih spesifiknya digunakan *dispersen* (penyebar) dan *squestering agent* (Karlinsari, DS., & Widyani, 2010).

Polimer senyawa lignin tidak dapat terdegradasi ke dalam monomernya, karena kesulitan mengalami perubahan bentuk ke dalam bentuk dasarnya. Ikatan arilakil dan ikatan eter dalam lignin melindungi selulosa, sehingga bersifat tahan terhadap proses hidrolisa. Senyawa lignin dapat mengalami perunahan struktur pada suhu tinggi membentuk vanillin, metana, asam asetat dan asam format. Pada saat lignin mengalami kondensasi, Sebagian besar senyawa *fenil propane* dalam lignin akan terhubung dengan ikatan eter, sedangkan sisanya terhubung dengan ikatan karbon (Lempan, 2016). Analisis elementer dengan kandungan metoksil dalam lignin, untuk kayu yang mempunyai daun lebar menghasilkan rumus empiris $C_9H_{7,95}O_{2,4}(CH_3)_{0,93}$ dan lignin untuk kayu yang mempunyai daun berbentuk jarum memberikan rumus empiris $C_9H_{7,49}O_{2,53}(CH_3)_{1,39}$ (Silvi Octavia, 2016).



Gambar 1. Struktur Senyawa Lignin.

Komposisi elementer lignin pada umumnya terdiri dari unsur 61–65 % karbon (C), 5,0–6,1% hidrogen (H) dan oksigen (O) dengan panas pembakaran (*heating value*) sebesar 6.280 kal/gram (11.300 BTU/lb). Sifat fisik lain dari lignin mempunyai densitas pada kisaran 1,3–1,4 g/mL, dengan indeks bias 1,6, memiliki warna kuning cerah dan bersifat amorf (tanpa bentuk) tergantung pada sumber lignin berasal (Deded S Nawawi, 2018). Senyawa lignin tidak dapat mencair dengan sendirinya, namun demikian lignin mudah melunak dan mempunyai sifat dapat terbakar dan hangus, ketika mengalami penyulutan atau pemanasan. Sifat lignin yang tidak larut dalam air, senyawa asam dan larutan hidrokarbon lain, bahkan tidak larut dalam asam sufat dengan konsentrasi tinggi (72%-b), sering kali senyawa lignin ini dijadikan dasar uji kuantitatif senyawa lignin. Lignin komersial terlarut dalam larutan alkali encer dan pelarut-pelarut organik lain (Enny K. Artati, 2009). Analisis kimia lignin terdiri atas gugus fungsi metoksil, dengan jumlah gugus fungsi metoksil tergantung pada asal lignin dan proses pengisolasiannya. Komposisi gugus fungsi metoksil pada kayu daun jarum pada kisaran 14–15 %, sedangkan gugus fungsi metoksil pada kayu daun lebar sebesar 20–21% (Silvi Octavia, 2016). Titik didih senyawa lignin tidak dapat diperoleh secara pasti, namun demikian dengan pemanasan kayu dengan degradasi termal komponen-komponen kayu dapat diamati sebagai perkiraan titik didih. Sebagai contoh, senyawa hemiselulosa terurai pada suhu 200–260⁰C, sedangkan selulosa terurai pada suhu 240–350⁰C dan lignin terurai pada rentang temperatur yang lebih lebar pada kisaran 280–500⁰C (Deded S Nawawi, 2018).

Ekstraksi adalah proses pemisahan yang memanfaatkan sifat daya larut (kelarutan) dari suatu senyawa. Pemisahan dilakukan dengan cara pencampuran dua pelarut yang tidak dapat tercampur, untuk mengambil (mengisolasi) suatu senyawa tertentu daam satu pelarut ke pelarut yang lainnya. Proses ekstraksi ini dapat diaplikasikan untuk proses pemisahan suatu senyawa (zat) yang terkandung dalam jaringan tanaman atau bagian tanaman tertentu ke dalam pelarut tertentu. (Mukhriani, 2014).

Metode ekstraksi secara garis besar dapat dilakukan dengan dua acara, yaitu ekstraksi dingin dan ekstraksi panas. Metode ekstraksi dingin antara lain maserasi dan perkolasi. Proses dilangsungkan tanpa pemanasan sepanjang

ekstraksi berlangsung. Proses ini dipilih dengan tujuan untuk mencegah rusaknya senyawa-senyawa yang diekstraksi karena panas. Metode refluks merupakan proses ekstraksi yang dilakukan dengan adanya pemanasan. Pemanasan dimaksudkan untuk mempercepat proses pemisahan (isolasi), disamping untuk senyawa-senyawa yang tidak rusak karena panas. Proses ekstraksi refluks ini menggunakan alat soxhlet yang digandeng dengan infusa.

Meserasi merupakan proses ekstraksi sederhana, proses dilakukan dengan cara perendaman serbuk simplisia ke dalam larutan pengeksrak. Larutan pengeksrak merasuk ke dalam pori-pori sel yang mengandung senyawa aktif, kemudian senyawa aktif tersebut akan terlarut ke dalam pelarut karena perbedaan konsentrasi senyawa aktif tersebut di dalam larutan dan di dalam partikel simplisia. Karena konsentrasi senyawa aktif dalam partikel lebih besar, maka senyawa aktif tersebut akan berpindah ke dalam larutan pengeksrak. Proses perpindahan senyawa aktif tersebut berlangsung sampai pada kondisi kesetimbangan, dimana konsentrasi senyawa aktif dalam partikel sama dengan konsentrasi senyawa aktif di dalam larutan.

Perkolasi merupakan proses ekstraksi simplisia dengan cara mengalirkan pelarut secara perlahan pada simplisia dengan menggunakan alat yang disebut percolator. Perkolasi pada umumnya dilakukan untuk mengisolasi semua senyawa senyawa teretentu baik yang tidak tahan terhadap panas, maupun yang tahan panas. Larutan pengeksrak mengalir ke bawah dalam percolator dan melarutkan senyawa-senyawa yang bermanfaat dalam partikel-partikel (serbuk), sampai larutan pengeksrak tersebut jenuh dengan senyawa aktif (bermanfaat). Gaya dorong aliran ke bawah disebabkan gaya gravitasi dan cairan pelarutnya sendiri di atasnya, minus gaya tahanan gaya kapiler. Gaya yang berperan dalam perkolasi ini berupa gaya yang diakibatkan gravitasi, viskositas, kelarutan, tegangan permukaan, difusi, gaya friksi, kapiler, osmosis dan adesi.

Refluks merupakan metode ekstraksi untuk mensitesis (mengisolasi) senyawa-senyawa organik. Pelarut yang digunakan pada umumnya adalah pelrut yang mudah menguap (*volatile*). Kelemahan proses ini, adalah pelarut akan mudah menguap ketika mengalami pemanasan, sehingga reaksi yang terjadi dapat berlangsung singkat dan belum selesai. Karena itu, kelengkapan alat kondensor diperlukan untuk proses pendinginan. Pelarut yang menguap karena suhu proses tinggi, dapat mengembun dalam kondensor karena proses pendinginan. Pelarut yang mudah menguap akan mencair kembali akibat kondensasi, sehingga pelarut tetap utuh dalam jumlah selama proses ekstraksi berlangsung. Pada proses ini biasanya diberi aliran gas N_2 dengan tujuan menyingkirkan uap air dan gas oksigen yang terbawa masuk, dan juga senyawa-senyawa organologam yang sifatnya reaktif untuk sintesis senyawa-senyawa anorganik

Sokletasi merupakan metode proses pemisahan komponen-komponan yang terkandung dalam zat padat (partikel) melalui proses penyaringan secara berulang dan sinambung dengan menggunakan jenis pelarut tertentu, dengan tujuan untuk mengisolasi semua komponen yang dikehendaki. Pelarut organik pada umumnya digunakan pada proses sokletasi ini dengan adanya pemanasan. Uap pelarut yang terjadi karena proses pemanasan, setelah terdinginkan secara sinambung akan membasahi sampel. Secara perlahan pelarut tersebut diumpankan Kembali ke dalam labu dengan mengikat/mengisolasi senyawa-senyawa kimia yang dikehendaki. Pelarut organik yang telah mengandung senyawa kimia yang diisolasi, kemudian diuapkan dengan menggunakan *rotary evaporator*, agar pelarut tersebut yang masing mengandung cairan organik dan zat-zat padat dapat diumpankan kembali. Dengan demikian proses ekstraksi dapat menggunakan pelarut organi tersebut secara berulang (Hotni Lamtiar, 2015).

Dalam penelitian ini menggunakan proses sokletasi yang bertujuan untuk menghilangkan zat-zat ekstraktif pada serbuk grajen kayu jati. Pelarut yang digunakan adalah heksan. Dua cara isolasi lignin yang dapat dilakukan; cara Klasson, cara ini menggunakan larutan H_2SO_4 72% atau HCl lewat jenuh 42% atau cuproamonium dimana selulosa akan terdegradasi larut, sedangkan endapan lignin dipisahkan dicuci kemudian menjadi netral dan dikeringkan, selulosa yang telah terdegradasi tersebut larut dalam lignin yang didapat tidak murni. Proses ultrafiltrasi; metode ultra filtrasi dikenal sebagai langkah isolasi untuk memperoleh lignin dengan distribusi berat molekul yang lebih seragam dan homogen, proses ultrafiltrasi menghasilkan retentat sebagai fraksi yang lolos melalui *membrane* (saringan). Pelarutan alkali merupakan pelarutan lignin menggunakan alkali. Pelarutan lignin dapat dibagi menjadi 3 fasa, fasa permulaan pelarutan terjadi pada suhu dibawah $90^{\circ}C$ dan dikontrol oleh difusi, fase kedua diatas $120^{\circ}C$ laju reaksi pelarutan alkali dikendalikan oleh reaksi-reaksi kimia dan terus melaju dengan kenaikan suhu. Fasa ketiga pada suhu $170^{\circ}C$ laju pelarutan lignin tetap tinggi selama fase pelarutan alkali yang besar ini sampai sekitar 90% lignin telah dihilangkan. Kebutuhan alkali efektif dalam pemasakan kraft setara 150 kg per ton kayu, bila lindi hitam diasamkan dengan asam mineral kuat maka lebih banyak lignin yang terpisah. Faktor-faktor yang berpengaruh pada proses pelarutan lignin;

- Larutan pemasak. Penambahan larutan pemasak akan mempengaruhi besar kecilnya lignin yang terdegradasi dan apabila penambahan tersebut ekse atau berlebihan maka akan mempercepat waktu pemasakan.
- Suhu pemanasan. Dengan semakin meningkatnya suhu pemasakan, maka kecepatan reaksi akan cenderung bertambah, maka proses pelarutan lignin akan bertambah cepat.
- Tekanan. Tekanan yang baik dianjurkan kurang lebih 70–80 psi tekanan ini berpengaruh panjang pendeknya waktu pemasakan dengan derajat pelarutan lignin yang sama, karena semakin tinggi tekanan semakin pendek pula waktu pemasakan.
- Waktu pemasakan. Semakin lama waktu pemasakan, maka kecepatan reaksi akan bertambah pula, dimana proses pelarutan lignin lebih cepat.

Yasuda dkk, 2001 melaporkan pemisahan lignin sebagai material yang tidak larut dengan depolimerisasi selulosa dan hemiselulosa dalam asam sulfat 72% yang diikuti didrolisa polisakarida pada asam sulfat 3% dengan pemanasan. Bagian terlarut menjadi filtrat disebut lignin terlarut asam (*acid soluble lignin*) (Masahide Yasuda, 2013). Kandungan lignin yang tinggi lebih sukar untuk didelignifikasi dibanding dengan kayu yang memiliki kandungan lignin rendah. Kadar kemurnian tertinggi sebesar 1,13% dengan konsentrasi NaOH 8% dan waktu delignifikasi 1 jam (Hotni Lamtiar, 2015). Penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan tentang proses isolasi dan kemurnian lignin, khususnya pada serbuk gergaji kayu jati sebagai limbah.

 Tabel 2. Kondisi dan Metode *Pulp* Alkalis.

Metoda	Kisaran PH	Basa	Pereaksi aktif	Suhu Max. (°C)	Waktu pada Suhu Max (Jam)
Alkali (soda)	13-14	Na+	HO-	100 - 175	2 - 5
Kraft	13-14	Na+	HO-, HS	100 - 175	1 - 3
Soda Antraknon	13-14	Na+	HO-	160 - 170	1 - 3

2. Metode

Penelitian dengan judul “Isolasi lignin dari grajen kayu jati (*tectona grandis*) dengan metode klasson” ini bertujuan untuk menentukan variabel yang paling berpengaruh dan selanjutnya dicari kondisi optimum dari variabel tersebut (Brit, 1970). Sesuai dengan tujuan percobaan ini maka metode yang digunakan adalah metode *factorial design*. Umumnya untuk membuat *factorial design*, seseorang peneliti memiliki jumlah level atau variasi tertentu untuk setiap variabel dan menjalankan percobaan dengan kombinasi dari variabel tersebut. Umumnya menggunakan 2 level, yaitu level rendah dan level tinggi. Dalam penelitian ini ditentukan tiga variabel yang akan diteliti dengan pertimbangan bahwa variabel tersebut sangat besar pengaruhnya terhadap kadar hasil lignin, sehingga akan didapatkan pengamatan sebanyak $2^3=8$ kali. Perhitungan dengan matriks *design*. Efek total ditunjukkan dengan menjumlahkan bagian kombinasi, seperti tabel berikut:

Tabel 3. Variabel Penelitian

Run	Variabel			Efek Interaksi				Yield (%)
	T	C	T	tC	tT	CT	tCT	
1	-	-	-	+	+	+	-	Y1
2	+	-	-	-	-	+	+	Y2
3	-	+	-	-	+	-	+	Y3
4	+	+	-	+	-	-	-	Y4
5	-	-	+	+	-	-	+	Y5
6	+	-	+	-	+	-	-	Y6
7	-	+	+	-	-	+	-	Y7
8	+	+	+	+	+	+	+	Y8

Analisa hasil

a. Perhitungan efek utama

$$\text{Rata-rata} = I_0 = 1/8 (Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4 + Y_5 + Y_6 + Y_7 + Y_8)$$

$$\text{Efek } t = I_1 = 1/4 (-Y_1 + Y_2 - Y_3 + Y_4 - Y_5 + Y_6 - Y_7 + Y_8)$$

$$\text{Efek } C = I_2 = 1/4 (-Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4 - Y_5 + Y_6 - Y_7 + Y_8)$$

$$\text{Efek } T = I_3 = 1/4 (-Y_1 - Y_2 - Y_3 - Y_4 + Y_5 + Y_6 + Y_7 + Y_8)$$

b. Perhitungan efek interaksi

$$\text{Efek } tC = I_{12} = 1/4 (Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4 + Y_5 - Y_6 - Y_7 + Y_8)$$

$$\text{Efek } tT = I_{13} = 1/4 (Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4 - Y_5 + Y_6 - Y_7 + Y_8)$$

$$\text{Efek } CT = I_{23} = 1/4 (Y_1 + Y_2 - Y_3 - Y_4 - Y_5 - Y_6 + Y_7 + Y_8)$$

$$\text{Efek } tTC = I_{123} = 1/4 (-Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4 + Y_5 - Y_6 - Y_7 + Y_8)$$

c. Perhitungan persamaan *yield*

$$Y = I_0 + It + IC + IT + ItC + ItT + ICT + ItCT$$

d. Menentukan variabel yang berpengaruh

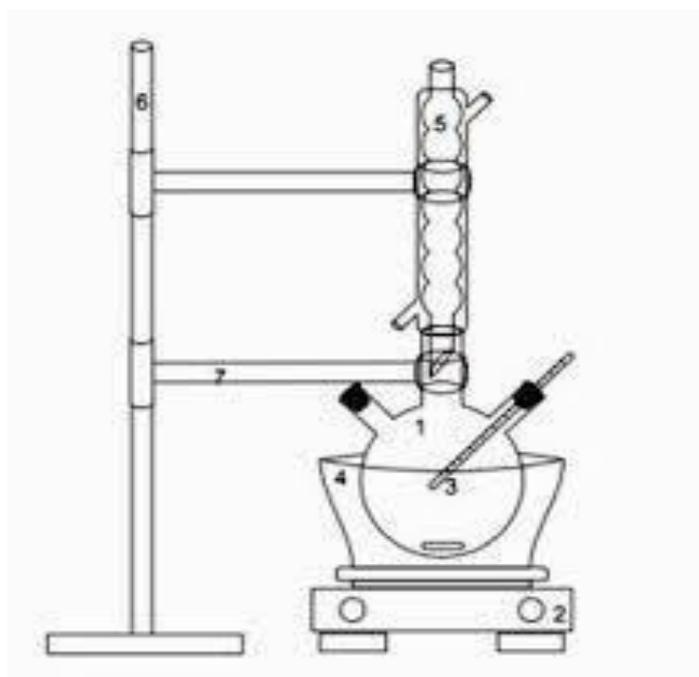
Penentuan variabel yang paling berpengaruh adalah menggunakan normal *probability* plot, dengan membuat kurva normal probabilitas (%P vs Z) dan %P vs Efek. Dalam hal ini, titik yang paling jauh dari garis pendekatan adalah variabel yang paling berpengaruh.

e. Metode optimasi

Setelah didapat *variable* yang berpengaruh dilanjutkan dengan penentuan kondisi optimum. *Variable* tetap yang dipakai adalah *variable* yang kurang berpengaruh sedangkan *variable* yang berpengaruh dibuat bervariasi. Kondisi yang paling optimum adalah yang mempunyai *yield* yang paling besar dan kualitas yang paling baik.

Ruang lingkup penelitian yang dilakukan peneliti dalam penelitian ini meliputi materi dalam penelitian ini hanya dibatasi pada pengaruh waktu pemasakan, konsentrasi NaOH, dan suhu pemasakan dalam pengambilan-pengambilan lignin dari serbuk grajen dengan metode klasson. Sasaran penelitian ini adalah serbuk grajen yang diperoleh dari limbah industri *furniture* di jepara. Tempat penelitian adalah laboratorium kimia organik fakultas teknik program studi Teknik Kimia Universitas 17 Agustus 1945 Semarang Jl. Pawiyatan luhur semarang. Penelitian yang dilaksanakan merupakan penelitian dibidang ilmu teknologi *pulp* dan kertas dengan konsep pelarutan lignin dan *factorial design*.

Bahan yang digunakan: serbuk kayu jati, NaOH, H₂SO₄, heksana, aquadest. Alat-alat: sohlex, perangkat hidrolisa, oven, PH meter & FTIR. Variabel tetap: berat sampel saat hidrolisa 10 gram, suhu pada saat proses ekstraksi 70°C, tekanan 1 atm, perbandingan antara berat serbuk grajen kering dengan pelarut (*solvent*) adalah 1 :10, misal 20 gram dan 200 ml heksana, *solvent* yang digunakan adalah heksana, waktu pada saat ekstraksi adalah 5 jam dan ukuran serbuk grajen 60–80 mesh. Variabel berubah: waktu pada saat hidrolisa *low level* (-) 2 jam dan *high level* (+) 5 jam. Konsentrasi NaOH: *low level* (-) 5 % dan *high level* (+) 10 %. Suhu pada saat Hidrolisa: *low level* (-) 80 °C dan *high level* (+) 110 °C.



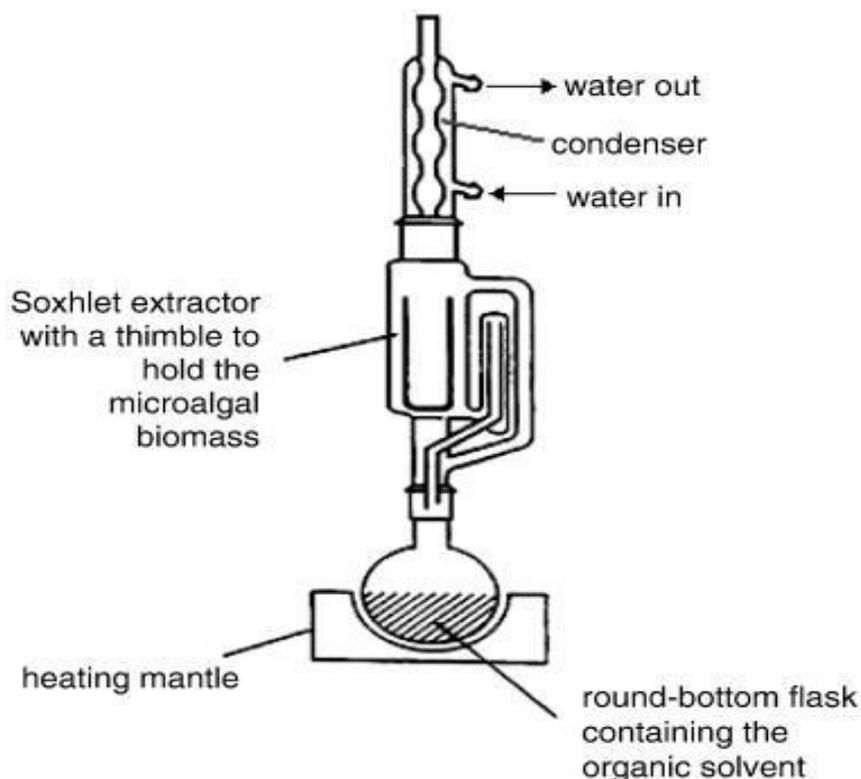
Keterangan gambar:

1. Labu leher tiga
2. Kompor listrik
3. Termometer
4. Penangas air
5. Pendingin leibig
6. Statif dan klem

Gambar 2. Alat Hidrolisa

Proses ekstraksi; serbuk grajen dibersihkan lalu diperkecil ukurannya dengan blander kemudian dikeringkan di udara terbuka, selanjutnya bahan dikeringkan dalam oven pada suhu 70°C hingga berat grajen kayu jati konstan. Bahan kering kemudian digiling kembali dan diayak menggunakan ayakan berukuran 50–80 mesh. Serbuk grajen yang sudah kering dengan berat perbandingan dengan pelarut/*solvent* 1 : 10, misal 20 gram dibungkus dengan kertas saring dan diikat dimasukkan kedalam tabung ekstraktor. Memasukkan heksana yang sudah ditentukan misal 200 ml, kemudian di ekstraksi pada suhu 70°C selama 5 jam. Ambil abu atau padatan ekstrak serbuk gergajian yang terbungkus kemudian ditimbang dan dihidrolisa.

Proses Hidrolisa (proses pengambilan lignin); padatan Serbuk grajen kayu yang sudah dihilangkan kadar zat ekstraktifnya disiapkan dengan berat 10 gram, kemudian menyiapkan larutan NaOH 5% atau 10% 250 ml sesuai kebutuhan variabel. Memasukkan serbuk grajen dan larutan NaOH kedalam labu leher tiga, kemudian memasang alat seperti gambar diatas dan mengalirkan air pendingin leibig. Menyalakan kompor listrik sesuai waktu tertentu. Hasil pemasakan (padatan residu yang dihasilkan di saring dengan saringan *buncher* atau disaring manual (*decanter*) ambil filtratnya cairan gelap (lindi hitam). Lindi hitam atau filtratnya dilakukan pengasaman sampai pH 4 dengan larutan H₂SO₄ 72% sebanyak 15 ml penambahan dilakukan pelan-pelan. Kemudian dibiarkan sampai terjadi endapan selama 15 menit. Mengambil endapannya dengan menyaring larutan tersebut dengan saringan kassa dan selanjutnya di cuci dengan *aquadest* sampai tidak asam (netral). Test dengan pH meter. Dioven dengan suhu 60°C untuk menghilangkan kadar airnya. Lignin yang diperoleh ditimbang dan diuji identitasnya dengan FTIR.



Gambar 3 Alat Ekstraksi Soxhlet

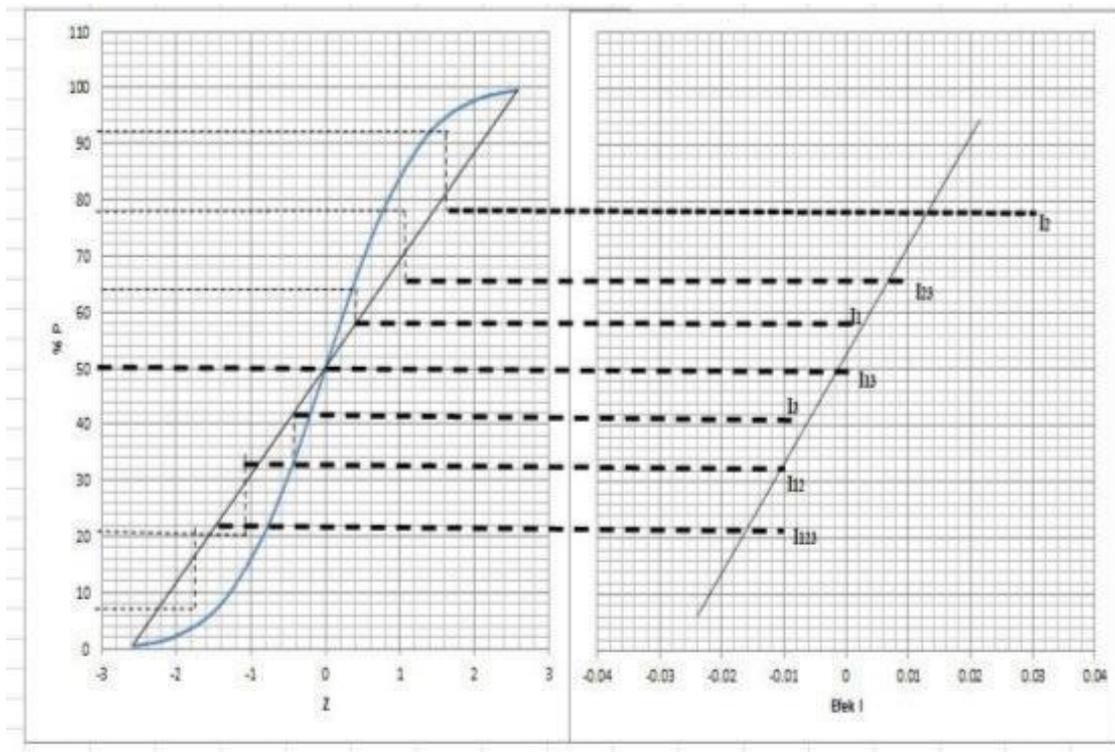
3. Hasil dan Pembahasan

Isolasi Lignin dan Optimasi Kondisi Proses

Hasil percobaan menunjukkan penggunaan larutan NaOH dengan konsentrasi yang semakin besar menghasilkan rendemen lignin yang semakin banyak pula. Peningkatan konsentrasi NaOH memungkinkan degradasi dan pelarutan lignin, yang menyebabkan kemudahan terpisahnya selulosa dan hemiselulosa. Kemudahan ini disebabkan karena adanya pemutusan ikatan hidrogen dan ikatan kovalen. Kemurnian *isolate* lignin ini dilakukan atas dasar perbedaan adanya larut lignin dengan senyawa-senyawa kontaminan ketika dilarutkan dengan NaOH. Pada umumnya senyawa kontaminan yang terdapat dalam lignin adalah selulosa sisa dan senyawa senyawa selulosa yang terdegradasi. Pada percobaan ini, lignin yang dihasilkan berkadar air cukup rendah, hal ini dapat dipahami karena memang lignin bersifat hidrofobik (tidak suka air). Sifat hidrofobik ini menyebabkan lignin tidak banyak mengikat air. Namun demikian, sifat hidrofobik lignin ini dapat digunakan untuk keperluan surfaktan dan pemurnian di kilang minyak. Lignin merupakan polimer yang kompleks, sifat fisik dan kimia dan karakteristik yang beragam menyebabkan keterbatasan dalam aplikasi secara komersial, karena itu modifikasi polimer ini sangat diperlukan. Produk seperti resin, perekat dan sebagainya merupakan bentuk modifikasi lignin ini.

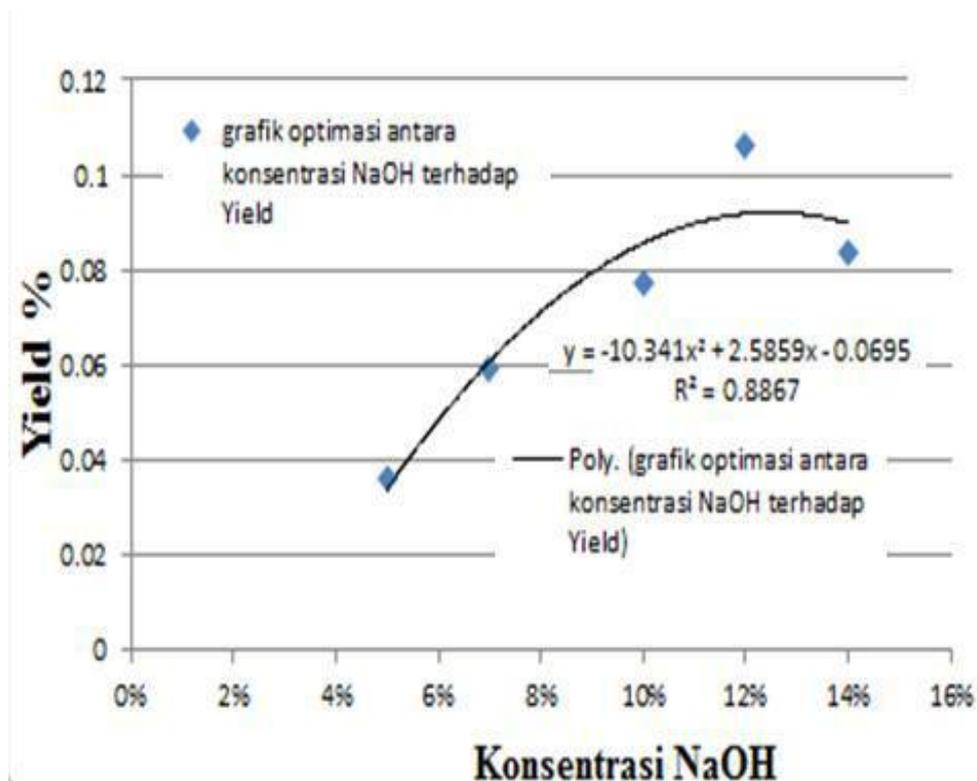
Pada percobaan ini teramati bahwa penambahan suasana basa menjadikan lignin lebih mudah terkondensasi, sehingga memungkinkan lignin yang terisolasi menjadi semakin banyak. Semakin bertambahnya waktu ekstraksi menyebabkan lignin yang terlarut menjadi semakin banyak, hal ini dimungkinkan karena waktu kontak reaksi antara pelarut dengan serbuk kayu semakin lama menyebabkan reaksi semakin baik. Namun demikian, semakin lama waktu proses, menyebabkan penghambatan delignifikasi lignin, lignin yang terlarut akan terpolimerisasi kembali dan menyebabkan menurunnya kadar lignin. Diduga pula kandungan lignin klasson yang rendah dan kandungan mitoksil yang tinggi dalam kayu jati menyebabkan proses delignifikasi menjadi lebih baik dan waktu delignifikasi lebih singkat.

Hasil pengujian lignin dari kayu jati diperoleh densitas rata-rata 0,9785 g/mL, nilai ini berada pada rentang hasil hasil penelitian terdahulu. Sedangkan viskositas rata-rata lignin yang diperoleh pada percobaan ini adalah 2,05367 Ns/m². Parameter densitas dan viskositas ini penting dilakukan untuk memberikan gambaran sifat lignin saat diaplikasikan. Sebagai contoh, pemanfaatan lindi untuk perekat, viskositas yang terlalu tinggi menyebabkan perekat cepat mengeras dan sulit menutupi pori-pori permukaan yang direkatkan.



Gambar 4. Normal Probability

Hasil pengujian variabel yang paling berpengaruh dapat dilihat dari grafik hubungan antara *probability* dan efek. Pada grafik tampak bahwa variabel konsentrasi NaOH (I_2) merupakan variabel yang titik efeknya paling menjauhi garis Z hal ini menunjukkan bahwa variabel konsentrasi NaOH sangat mempengaruhi proses pengambilan lignin. Kondisi optimum dalam pengambilan lignin adalah pada konsentrasi NaOH 12%-b, waktu 2 jam dan suhu 110°C % dengan berat lignin sebesar 1,06 g dengan yield 0,106 %.



Gambar 5. Optimasi NaOH terhadap Yield

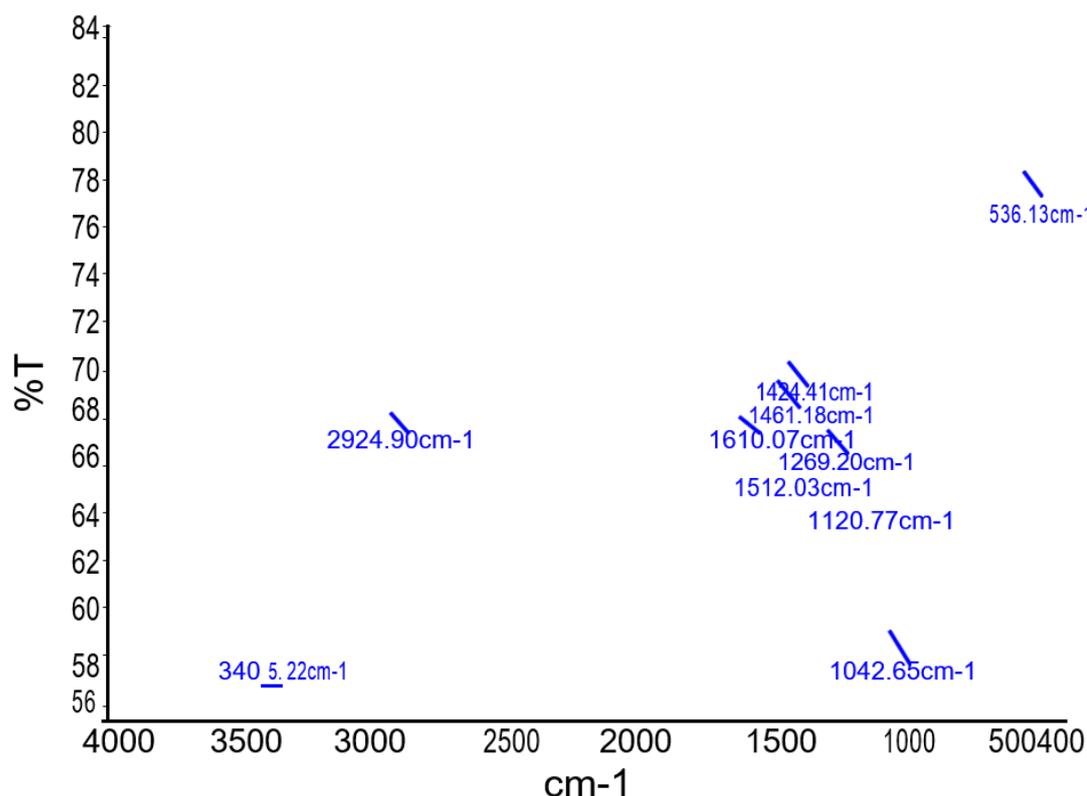
Grafik optimasi dapat dilihat bahwa konsentrasi larutan pemasak NaOH 12%-b yield lignin yang didapatkan paling tinggi yaitu 0,106%. kemudian *yield* lignin mengalami penurunan. Contoh pada konsentrasi 14% *yield* yang diperoleh 0,084%. Hal ini diduga disebabkan oleh senyawa lignin yang diperoleh rusak karena kadar konsentrasi pelarut tinggi sehingga senyawa lignin ikut terlarut didalam konsentrasi pelarut tersebut, kemurnian lignin semakin kecil karena adanya degradasi komponen non lignin dan reaksi kondensasi basa yang berlebihan (Enny K. Artati, 2009).

Lignin cenderung terkondensasi pada suasana asam yang menyebabkan bobot molekul lignin bertambah dan lignin yang terkondensasi ini akan mengendap sehingga berat yang tinggi dikarenakan pada NaOH 12% diduga tidak terlalu basa atau mungkin sesuai *range* dibandingkan pelarut NaOH 14% kemungkinan terlalu basa sehingga lignin yang diasamkan sulit terkondensasi (Hotni Lamtiar, 2015). Hubungan antara konsentrasi terhadap *yield* dinyatakan dalam persamaan: $Y = -10.341x^2 + 2.5859x - 0.0695$.

Hasil Analisa spektrum FTIR

Pada penelitian ini untuk mengetahui keberhasilan isolasi lignin dari kayu jati dilakukan identifikasi gugus fungsi polimer melalui hasil analisa *Fourier Transform InfraRed Spectroscopy* (FT-IR). FT-IR ini mampu mencirikan serapan-serapan khas dari masing-masing gugus fungsi yang terkandung dalam *isolate* lignin sampel.

Secara umum, senyawa lignin dicirikan dengan munculnya puncak serapan gugus fungsi *isolate* lignin tersebut. Gugus fungsi dengan serapan bilangan gelombang 2820–2940 cm^{-1} untuk regang C-H metil, 340–3450 cm^{-1} untuk regang OH, 1600–1515 cm^{-1} untuk cincin aromatik, 1460–1470 cm^{-1} untuk regang C–H asimetri, 1030–1085 cm^{-1} untuk regang eter dan 520–700 cm^{-1} C-H aromatik 1250–1315 cm^{-1} untuk regang cincin stringil, 1265–1270 untuk regang guasil, (Rini Setiati, 2016). Penelitian-penelitian terdahulu juga mengidentifikasi senyawa lignin dengan munculnya gugus fungsi pada gelombang 2820–2940 cm^{-1} untuk regang O-H metil, 1715–1710 cm^{-1} untuk rentangan C=O tak terkonjugasi dengan cincin aromatik, 1675 1660 cm^{-1} untuk rentangan C=O terkonjugasi dengan cincin aromatik, 1515–1505 cm^{-1} untuk rentang vibrasi cincin aromatik. Deformasi C-H (simetri), 1330 - 1325 cm^{-1} untuk regang cincin stringil, 1270–1275 cm^{-1} untuk cincin guasil, 1030–1085 cm^{-1} untuk regang eter dan 800–830 cm^{-1} untuk C-H aromati.



Gambar 6. Spektrum FTIR Lignin dengan Konsentrasi NaOH 12%-b

Pada Gambar 3. hasil pencirian dan analisis gugus fungsi dengan FT-IR, gugus fungsi lignin kayu jati hasil delignifikasi menunjukkan pola serapan pada daerah angka panjang gelombang yang serupa. Berada pada kisaran panjang gelombang lignin pada umumnya. Hasil FT-IR senyawa-senyawa lignin berada pada rentang bilangan gelombang antara 400–4000 cm^{-1} .

Sedikit pergeseran bilangan panjang gelombang, dimungkinkan karena terdapat pengaruh struktur senyawa-senyawa aromatik yang terkandung dalam *isolate* lignin yang dianalisa. Spektra hasil analisis FT-IR merupakan sifat dan bentuk khas dari senyawa-senyawa yang unsur dan struktur bangunnya sudah dikenali secara pasti, namun demikian FT-IR juga mempunyai kelemahan berupa ketidak-tentuan dalam menginterpretasikan spektra-spekta senyawa lignin. Sampel dan proses isolasi lignin menyebabkan pengaruh pada komposisi lignin dan struktur senyawa-senyawa lignin yang dikandung. Teknik-teknik pengukuran dan penggunaan pelarut yang cocok juga sangat berpengaruh terhadap komposisi lignin yang diperoleh.

Hasil isolat lignin penelitian ini dapat dikatakan telah menghasilkan senyawa-senyawa lignin standard, atas dasar relevansi gugus-gugus fungsi umum yang terdapat dalam lignin. Sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa tersebut memang benar-benar lignin (BSN, 2015).

Tabel 4. Gugus Fungsi dan Standard Serapan Lignin pada Sampel Konsentrasi 12%-b

Gelombang (cm ⁻¹)	Standar kisaran pita serapan (cm-1)		Keterangan Gugus fungsi
3405,22	3400	- 3450	Uluran O-H
2924,9	2820	- 2940	Uluran C-H Metil
1610,07	1600	- 1610	Cincin Aromatik
1512,03	1505	- 1515	Cincin Aromatik
1461,18	1460	- 1470	C-H Asimetri
1424,41			
1269,2	1269	- 1275	guasil
1120,77			
1042,65	1030	- 1085	Uluran eter
536,13	600	- 700	C-H aromatic

Kesimpulan

Terbukti bahwa konsentrasi NaOH dan waktu delignifikasi berpengaruh terhadap rendemen dan lignin yang dihasilkan. Dari hasil kadar lignin yang didapatkan bahwa variabel yang berpengaruh adalah konsentrasi larutan pemasak NaOH. Dengan kondisi optimum dicapai pada larutan pemasak, NaOH 12%-b, volume 250 ml, berat sampel 10 gram waktu 2 jam, suhu 110°C, berat lignin 1,06 gram (yield 0,106%). Hasil regresi *polynomial* dari data hasil percobaan menghasilkan persamaan $Y = -10.341x^2 + 2.5859x - 0.0695$, dengan % kesalahan 0,003%. Karakteristik gugus fungsi hasil analisa spektrum FTIR membuktikan bahwa senyawa yang ada pada sampel benar-benar lignin dengan gugus fungsi guasil yang merupakan unsur dominan dalam lignin. Lignin merupakan polimer alam yang dalam aplikasi penggunaannya sebagai produk tertentu memerlukan modikasi terlebih dahulu.

Daftar Notasi

- y = yield
- X = Konsentrasi NaOH
- t = Waktu pemasakan
- C = Konsentrasi NaOH (%)
- T = Temperature pemasakan

Daftar Pustaka

Brit, K. W. (1970). *Handbook of Pulp and Paper Technology*. New York: Reinhold Pub. Corp.

BSN. (2015). Pulp dan kayu - Cara uji kadar lignin - Metode Klason SNI 0492:2008. Badan Standardisasi Indonesia.

Deded S Nawawi, A. C. (2018). Karakteristik Kimia Biomassa untuk Energi. *J. Ilmu Teknol. Kayu Tropis*, 16(1), 44-51.

Efendi, S. M. (2012). Akselerasi Pertumbuhan Stump Jati (*Tectona grandis* L.f.) dengan Memotong Batang dan Inokulasi Mikoriza. *J. Floratek*, 141 - 149.

Enny K. Artati, A. E. (2009). Pengaruh Larutan Konsentrasi Pemasak pada Proses Delignifikasi Eceng Gondok dengan Proses Organosolv. *EKUILIBRIUM*, 8(1), 25 - 28.

Hotni Lamtiar, E. Y. (2015). Isolasi Lignin dari Jerami Padi dengan Metode Klason. *JOM FTEKNIK*, 2(2), 1-9.

Imam Wahyudi, T. P. (2014). Karakteristik dan Sifat-Sifat Dasar Kayu Jati Unggul Umur 4 dan 5 Tahun Asal Jawa Barat. *Jurnal Ilmu Pertanian Indonesia (JIPI)*, 19(1), 50-54.

Karlinasari, L., DS., N., & Widyani, M. (2010). Kajian Sifat Anatomi dan Kimia Kayu Kaitanya dengan Sifat Akustik Kayu. *Bionatura-Jurnal Ilmu-ilmu Hayati dan Fisik*, 12(3), 110 - 116.

Lempang, M. (2016). Pemanfaatan Lignin sebagai Bahan Perekat Kayu. *Info Teknis EBONI*, 13(2), 139 - 150.

- Masahide Yasuda, K. T.-i. (2013). Effectiveness of Lignin-Removal in Simultaneous Saccharification and Fermentation for Ethanol Production from Napiergrass, Rice Straw, Silvergrass, and Bamboo with Different Lignin-Contents. In *Sustainable Degradation of Lignocellulosic Biomass - Techniques, Applications and Commercialization* (pp. 91-104). Tokyo: INTECH.
- Mukhriani. (2014). Ekstraksi, Pemisahan Senyawa, dan Identifikasi Senyawa Aktif. *Jurnal Kesehatan*, 12(2), 361-367.
- Rini Setiati, D. W. (2016). Analisa Spektrum Infra Red pada Proses Sintesa Lignin Ampas Tebu Menjadi Surfaktan Lignosulfonat . *Seminar Nasional Cendekiawan*, (pp. 1-11). Jakarta.
- Silvi Octavia, I. A. (2016). Pengurangan Kadar Lignin Pada Biomassa Lignoselulosik Menggunakan Urea Untuk Meningkatkan Perolehan Glukosa Bahan Mentah Bioetanol. *Jurnal Katalisator*, 1(1), 20-25.