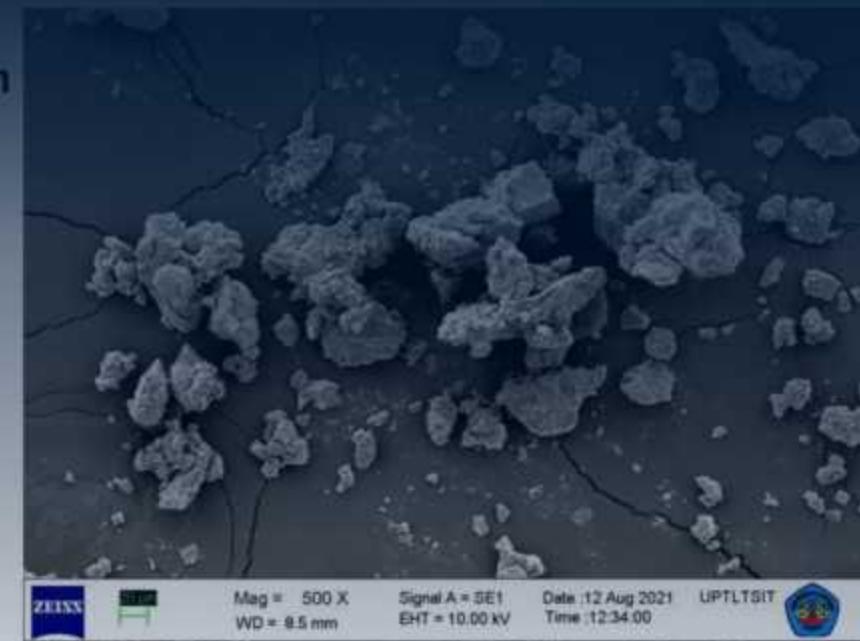
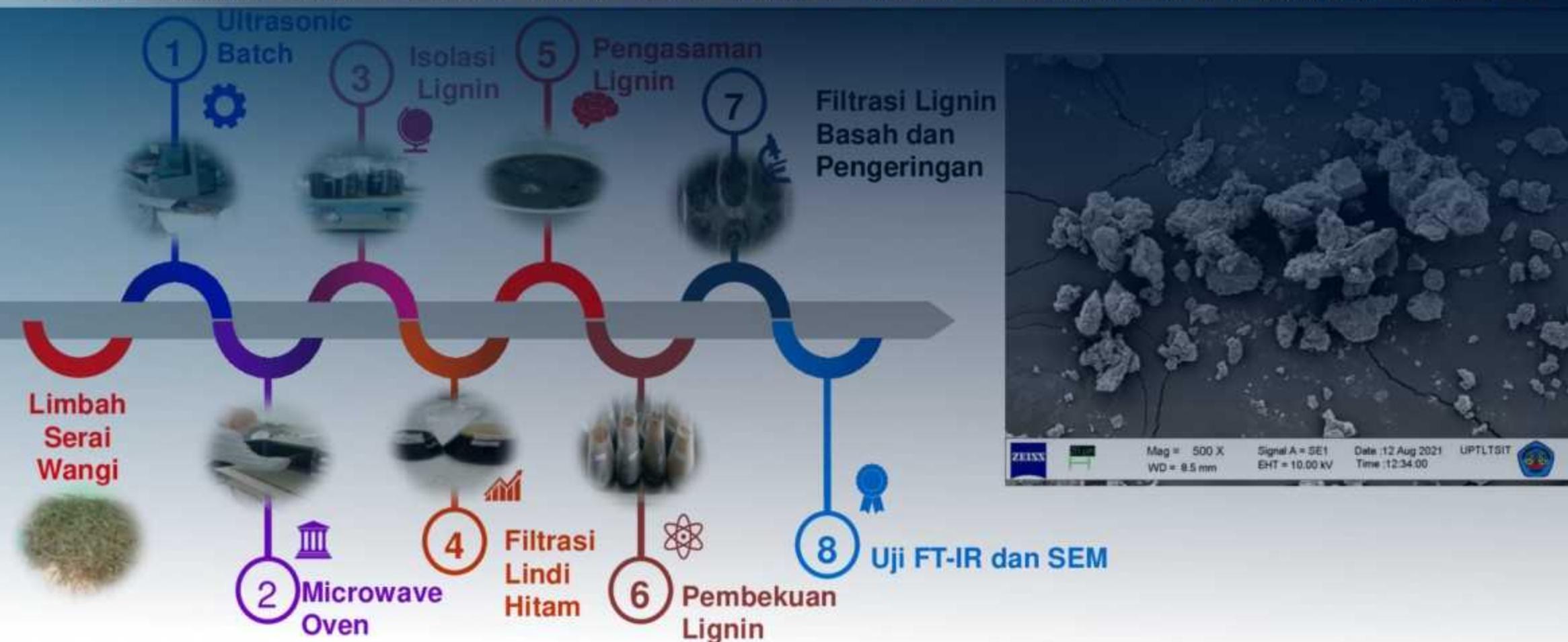




CHEESA

CHEMICAL ENGINEERING RESEARCH ARTICLES



EDITORIAL BOARD

CHEESA: Chemical Engineering Research Articles

Publisher Universitas PGRI Madiun

Editor in Chief Mohammad Arfi Setiawan
Universitas PGRI Madiun, Indonesia

Associate (Handling Editors)
Dr. Heri Septya Kusuma
UPN Veteran Yogyakarta, Indonesia
Khoirul Ngibad
Universitas Maarif Hasyim Latif, Indonesia
Dyan Hatining Ayu Sudarni
Universitas PGRI Madiun, Indonesia
Ade Trisnawati
Universitas PGRI Madiun, Indonesia

Editorial Advisory Board

Emmanuel O. Oyelude
C.K. Tedam University of Technology and Applied Sciences, Ghana
Salfauqi Nurman
Universitas Serambi Mekkah, Indonesia
Rokiy Alfanaar
Universitas Palangka Raya, Indonesia
Wahyu Prasetyo Utomo
Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Indonesia
Said Ali Akbar
Universitas Serambi Mekkah, Indonesia

Reviewer

Dr. Sivasamy Sethupathy
Jiangsu University, China
Rizqy Romadhona Ginting, Ph.D
Hiroshima University, Japan
Prof. Johnner P. Sitompul
Institut Teknologi Bandung, Indonesia
Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani
Universitas Sriwijaya, Indonesia
Prof. Zuchra Helwani
Universitas Riau, Indonesia
Prof. Mery Napitupulu
Universitas Riau, Indonesia
Prof. Dr. Chandrawati Cahyani
Universitas Brawijaya, Indonesia
Prof. Dr. Yandi Syukri
Universitas Islam Indonesia, Indonesia
Ronny Purwadi, Ph.D
Institut Teknologi Bandung, Indonesia
Mochamad Zakki Fahmi, Ph.D
Universitas Airlangga, Indonesia

Volume 5 Nomor 1, 2022

ISSN 2614-8757 (Print), ISSN 2615-2347 (Online)

Available online at: <http://e-jurnal.unipma.ac.id/index.php/cheesa>

Copyright © 2022



Agus Haryanto, Ph.D
Universitas Lampung, Indonesia
Dr. Agus Budianto
Institut Teknologi Adhi Tama Surabaya, Indonesia
Dr. Eng. Dewi Agustina Iryani
Universitas Lampung, Indonesia
Dr.-Ing. Anton Irawan
Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Indonesia
Dr. rer. nat. Deni Rahmat
Universitas Pancasila, Indonesia
Dr. Joko Waluyo
Universitas Sebelas Maret, Indonesia
Dr. Dian Kresnadipayana
Universitas Setia Budi, Indonesia
Rahmat Basuki
Universitas Pertahanan, Indonesia
Rita Dwi Ratnani
Universitas Wahid Hasyim, Indonesia
Ayu Ratna Permanasari
Politeknik Negeri Bandung, Indonesia
Erni Misran
Universitas Sumatera Utara, Indonesia
Felix Arie Setiawan
Universitas Jember, Indonesia
Iman Mukhaimin
Politeknik Kelautan dan Perikanan Karawang, Indonesia
Cucuk Evi Lusiani
Politeknik Negeri Malang, Indonesia
Ella Kusumastuti
Universitas Negeri Semarang, Indonesia
Ditta Kharisma Yolanda Putri
Universitas Jember, Indonesia
Renova Panjaitan
UPN Veteran Jawa Timur, Indonesia
Mirna Apriani
Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya, Indonesia
Sri Budi Harmami
Pusat Penelitian Kimia-LIPI, Indonesia
Viona Natalia
Universitas Sebelas Maret, Indonesia
Nove Kartika Erliyanti
UPN Veteran Jawa Timur, Indonesia

Volume 5 Nomor 1, 2022

ISSN 2614-8757 (Print), ISSN 2615-2347 (Online)

Available online at: <http://e-journal.unipma.ac.id/index.php/cheesa>

Copyright © 2022

UCAPAN TERIMAKASIH

CHEESA: Chemical Engineering Research Articles

Ucapan terima kasih dan penghargaan yang setinggi – tingginya kami sampaikan kepada para reviewer yang telah menelaah naskah - naskah yang masuk dan memberikan saran kepada kami. Para reviewer yang berkontribusi pada terbitan ini antara lain,

1. Prof. Zuchra Helwani
2. Dr. Agus Budianto
3. Erni Misran
4. Rita Dwi Ratnani
5. Rokiy Alfanaar
6. Ella Kusumastuti
7. Felix Arie Setiawan
8. Mirna Apriani
9. Renova Panjaitan
10. Nove Kartika Erliyanti

dengan kesungguhan dan kecermatan para reviewer, membantu kami meningkatkan kualitas dan menjaga mutu penulisan pada Jurnal CHEESA: Chemical Engineering Research Articles Volume 5 Nomor 1, Desember 2022.

Terimakasih juga kami sampaikan kepada berbagai pihak yang telah membantu, sehingga edisi ini dapat diterbitkan secara online sesuai waktu yang telah ditentukan.

Redaksi
CHEESA

Volume 5 Nomor 1, 2022

ISSN 2614-8757 (Print), ISSN 2615-2347 (Online)

Available online at: <http://e-journal.unipma.ac.id/index.php/cheesa>

Copyright © 2022

DAFTAR ISI

CHEESA: Chemical Engineering Research Articles

CHEESA merupakan jurnal yang menjadi media kajian kimia dan teknik kimia. Jurnal ini sebagai media publikasi hasil penelitian bidang kimia dan teknik kimia yang ditujukan untuk kalangan akademisi, praktisi dan masyarakat pada umumnya. Tulisan yang dimuat dalam Jurnal CHEESA telah melalui penyuntingan sesuai kaidah yang telah ditetapkan tanpa mengubah naskah asli.

Penentuan pH dan Suhu Optimum Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al Keryanti, Ayu Ratna Permanasari, Resti Nurul Hidayah, Rizkiya Hasanah 1-12
Modifikasi Zeolit Alam Teraktivasi Asam dengan Perak Nitrat Catur Septommy, Lailatul Badriyah 13-19
Perbandingan Karbon Aktif-Tempurung Nipah dan Karbon Aktif-Kulit Pisang Kepok Teraktivasi Kalium Hidroksida Ilma Fadlilah, Nurlinda Ayu Triwuri, Ayu Pramita 20-27
Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses Perwitasari, Heni Anggorowati, Yusmardhany Yusuf 28-39
Pemanfaatan Lignin Serai Wangi Sebagai Lignin Resorsinol Formaldehida (LRF) Menggunakan Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE) Adityas Agung Ramandani, Shintawati, Salomo Pranata Aji, Sunarsi 40-48

Volume 5 Nomor 1, 2022

ISSN 2614-8757 (Print), ISSN 2615-2347 (Online) Available
online at: <http://e-journal.unipma.ac.id/index.php/cheesa>

Copyright © 2022

Research Article

Penentuan pH dan Suhu Optimum Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

Determination of Optimum Isomerization pH and Temperature of Fructose Syrup Production from Onggok Hydrolysate using Mg/Al Catalyst

Keryanti^{1*}), Ayu Ratna Permanasari¹⁾, Resti Nurul Hidayah¹⁾, Rizkiya Hasanah¹⁾

¹⁾Politeknik Negeri Bandung, Jurusan Teknik Kimia, Indonesia

*correspondence email: keryanti@polban.ac.id

Received: 25 August 2021;

Revised: 31 January 2022;

Accepted: 12 February 2022;

doi: [10.25273/cheesa.v5i1.10243.1-12](https://doi.org/10.25273/cheesa.v5i1.10243.1-12)

Abstrak

Onggok merupakan limbah padat yang dihasilkan dari industri tepung tapioka yang masih mengandung karbohidrat dalam bentuk pati sebesar 70,37%, amilosa 17,22% dan amilopektin 53,15%. Onggok berpotensi untuk diolah menjadi sirup fruktosa melalui proses hidrolisis pati yang dilanjutkan dengan isomerisasi gula hidrolisat. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan pH dan suhu optimum isomerisasi pembuatan sirup fruktosa dari hidrolisat onggok melalui eksperimen dan analisis *Response Surface Methodology (RSM)*. Proses hidrolisis untuk memecah pati menjadi glukosa dilakukan secara enzimatis, sedangkan isomerisasi untuk mengubah glukosa menjadi fruktosa dilakukan menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al yang disintesis sendiri. Variasi pH dan suhu isomerisasi ditentukan menggunakan desain eksperimen RSM. Dari percobaan didapatkan bahwa kondisi optimum isomerisasi yaitu pada pH 7 dan suhu 120 °C dengan *yield* sebesar 36,19% dan selektivitas sebesar 25,88%. Selanjutnya, melalui *contour plot* dan *surface plot* dari analisis RSM dapat diprediksi bahwa *yield* dan selektivitas fruktosa dapat mencapai masing-masing sebesar 17,87% dan 35,07% pada pH 6,58 dan suhu 126,2 °C.

Kata kunci: hidrotalsit Mg/Al; isomerisasi; metode permukaan respon; onggok; sirup fruktosa

Abstract

Onggok is a solid waste produced from the tapioca flour industry which still contains carbohydrates in the form of starch of 70.37% with amylose 17.22% and amylopectin 53.15%. Because of the starch content, onggok is still possible to be processed into fructose syrup through a hydrolysis process followed by the isomerization of sugar. This study aims to determine the optimum pH and temperature isomerization to obtain the highest yield and selectivity of fructose syrup production from onggok hydrolysate based on the experiment and the analysis of Response Surface Methodology (RSM). The hydrolysis process breaks down starch into simpler monomers such as glucose, which is carried out by enzymatically, while the isomerization process to convert glucose into fructose is carried out using hydrotalcite Mg/Al catalyst. Variation of pH and temperature isomerization is given by using response surface experimental design. From the experiment it was found that the optimum condition of isomerization is produced at pH 7 and temperature 120 °C with a yield of 36.19% and selectivity of 25.88%. Furthermore, through contour plot and surface plot of RSM it can be predicted that the yield and selectivity of fructose can reach 17.87% and 35.07% at pH 6.58 and 126 °C respectively.

Keywords: fructose syrup; hydrotalcite Mg/Al; isomerization; onggok; response surface methodology

Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

1. Pendahuluan

Industri tepung tapioka menghasilkan limbah padat atau biasa disebut dengan onggok sebesar 2/3 bagian dari ubi kayu yang diolah menjadi tepung [1]. Onggok dalam keadaan kering maupun basah mengeluarkan bau yang tidak sedap sehingga dapat berpotensi menjadi polutan yang dapat menimbulkan masalah di lingkungan sekitar industri [2]. Onggok mengandung karbohidrat dalam bentuk pati sebesar 76,06% dengan kadar amilosa 15,84% dan kadar amilopektin 60,12% yang dapat dihidrolisis menjadi gula [3].

Gula rafinasi pada industri makanan, minuman, dan farmasi di Indonesia akan mengalami peningkatan dan pada tahun 2024 kebutuhan gula rafinasi diperkirakan sebesar 4.196.528 ton/tahun [4]. Menurut data dari Kementerian Perindustrian [5], Indonesia telah mengalokasikan gula rafinasi sebesar 3,1 juta ton per tahun 2021 untuk kebutuhan industri makanan dan minuman dengan mengimpor 1,9 juta ton gula rafinasi untuk memenuhi kebutuhan gula rafinasi di semester pertama tahun 2021. Gula rafinasi yang diproduksi umumnya adalah gula sukrosa dan sirup jagung tinggi fruktosa (*HFCS/high fructose corn syrup*).

Fruktosa adalah bahan pemanis yang banyak digunakan dalam industri pangan khususnya dalam pembuatan minuman kemasan karena fruktosa memiliki tingkat kemanisan 1,8 kali lebih tinggi dibandingkan dengan gula pasir. Selain itu, fruktosa mempunyai kestabilan yang lebih baik [6]. Pada umumnya pembuatan sirup fruktosa dilakukan dari bahan yang mengandung pati dengan proses isomerisasi. Proses isomerisasi bisa dilakukan dengan katalis berupa hidrotalsit Mg/Al [3,6,7], enzim glukoisomerisasi

[3,8,9], zeolit [10], dan resin penukar kation [11,12].

Proses isomerisasi merupakan reaksi reversibel sehingga akan dipengaruhi oleh kondisi operasi seperti pH, suhu, waktu dan penggunaan katalis [3]. Pada penelitian ini proses isomerisasi dilakukan dengan menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al, karena pada penggunaan hidrotalsit Mg/Al waktu reaksi yang terjadi lebih cepat, rentang suhu yang digunakan dapat lebih banyak, masa pakai katalis lebih lama, dan menghasilkan pengotor lebih sedikit [3,6]. Menurut Permanasari *dkk.* [3], proses isomerisasi menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al menghasilkan konsentrasi fruktosa lebih tinggi daripada isomerisasi menggunakan enzim atau biokatalis.

Sintesis hidrotalsit Mg/Al umumnya menggunakan metode kopresipitasi yaitu pengendapan garam anorganik dalam media alkali baik pada pH konstan maupun pH yang meningkat. Morfologi dan distribusi ukuran partikel bergantung pada supersaturasi dari sintesis larutan. Biasanya supersaturasi dicapai dengan evaporasi (metode fisik) atau variasi pH (metode kimia) [13]. Metode kopresipitasi memiliki beberapa kelebihan seperti dapat dilakukan pada suhu kamar (25 °C), peralatan yang digunakan cukup sederhana, lebih ekonomis, dan rendemen yang dihasilkan lebih memadai [14].

Pada penelitian Yu *dkk.* [6], diamati pengaruh temperatur isomerisasi glukosa menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al. Pada penelitian tersebut diperoleh *yield* fruktosa tertinggi sebesar 34,6% pada suhu 80 °C, tetapi tidak diamati pengaruh pH. Pada penelitian Permanasari *dkk.* [3], dilakukan perbandingan isomerisasi gula hidrolisat dari onggok dengan menggunakan enzim glukoisomerase dan katalis hidrotalsit Mg/Al. Penelitian

Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

tersebut menghasilkan produktivitas isomerisasi fruktosa tertinggi sebesar 39,287 g/L.jam menggunakan hidrotalsit Mg/Al dan menghasilkan *yield* isomerisasi fruktosa tertinggi pada isomerisasi menggunakan enzim glukoisomerase sebesar 6,18%. Menurut Li *dkk.* [7], proses isomerisasi termasuk ke dalam reaksi endoterm, sehingga *equilibrium yield* fruktosa meningkat seiring meningkatnya suhu reaksi dan dari hasil penelitiannya didapatkan bahwa proses isomerisasi berjalan lebih baik pada suhu $>80^{\circ}\text{C}$. Sementara pada penelitian Yu *dkk.* [6], isomerisasi glukosa dilakukan pada suhu operasi variasi $70 - 110^{\circ}\text{C}$ selama 5 jam, *yield* fruktosa tertinggi didapatkan sebesar 34,6% pada suhu operasi 80°C . Seiring meningkatnya suhu operasi, konversi glukosa akan semakin tinggi tetapi akan menurunkan selektivitas fruktosa karena terdapat degradasi produk samping yang menyebabkan *yield* fruktosa dihasilkan mengalami penurunan [6,15].

Peningkatan pH sejalan dengan munculnya asam laktat sebagai *by-product* yang akan menghilangkan Mg^{2+} pada katalis. Munculnya asam laktat ini akan menghalangi bagian permukaan katalis sehingga menutupi sisi aktif katalis, akibatnya terjadi penurunan selektivitas fruktosa yang terbentuk [16]. Dari isomerisasi yang dilakukan menggunakan substrat lignoselulosa didapatkan hasil bahwa proses isomerisasi yang dilakukan pada pH asam ($\text{pH}=2$) dapat menghilangkan aktivitas katalis hidrotalsit, karena anion dalam struktur hidrotalsit yaitu ion OH^- ternetralisis oleh ion H^+ dari asam sulfat sehingga dapat menurunkan konversi glukosa yang terjadi [15].

Proses isomerisasi hidrolisat onggok menggunakan hidrotalsit Mg/Al sudah pernah dilakukan sebelumnya oleh

Permanasari *dkk.* [3], tetapi belum mempertimbangkan adanya pengaruh suhu dan pH terhadap kondisi operasi proses isomerisasi. Penelitian ini dilakukan untuk melanjutkan penelitian tersebut dengan tujuan untuk menentukan pH dan suhu optimum isomerisasi pembuatan sirup fruktosa dari hidrolisat onggok melalui eksperimen dan analisis *Response Surface Methodology (RSM)*.

2. Metode Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini berupa gelas kimia 2.000 mL, *hotplate*, *magnetic stirrer*, termometer, *oilbath*, labu leher 4, pengaduk jangkar, gelas ukur, corong kaca, labu erlenmeyer, oven, *furnace*, stop kontak *timer*, cawan petri, pompa vakum, corong *buchner*, serta pH meter digital yang digunakan dalam proses kopresipitasi, hidrolisis, dan isomerisasi. Sementara alat yang digunakan untuk analisis adalah tabung reaksi, gelas kimia 50 mL, pipet ukur (1 mL, 5 mL dan 10 mL), gelas kimia 500 mL, *hotplate*, kuvet dan spektrofotometer *visible*.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tepung onggok dengan konsentrasi 12% (b/v) pada volume kerja 1000 mL yang merupakan limbah tepung tapioka yang sudah dianalisis di laboratorium CV Chemix. Hasil analisis diketahui limbah tepung tapioka mengandung pati 70,37%, amilosa 17,22% dan amilopektin 53,15%. Pada tahap hidrolisis digunakan enzim α -amilase 0,067% (b/v) dan enzim glukoamilase 0,067% (b/v), serta pada tahap isomerisasi digunakan katalis hidrotalsit Mg/Al rasio 3:1 yang disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Untuk kebutuhan analisis digunakan reagen DNS (asam

Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

dinitrosalisolat), reagen resorsinol dan HCl 1:5.

2.2 Rancangan Penelitian

Penelitian dilakukan dengan melalui tiga tahapan utama yaitu sintesis hidrotalsit Mg/Al, hidrolisis enzimatis dari onggok menjadi gula hidrolisat, kemudian dilanjutkan dengan proses isomerisasi dari gula hidrolisat menjadi sirup fruktosa menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al.

Variabel yang diamati dalam penelitian ini ditentukan menggunakan *response surface methodology* (RSM). Metode RSM digunakan untuk menganalisis interaksi antara variabel bebas (*independent variable*) dengan variabel tak bebas (*dependent variable*) dari respon, serta bertujuan untuk memprediksi kondisi optimum respon [17]. Desain eksperimen permukaan respon menggunakan tipe *central composite*, yaitu desain faktorial yang tersusun dari titik pusat dan ditambah sekelompok titik aksial, yang digunakan untuk mengevaluasi interaksi dan efek kuadrat dari faktor pada respon [18].

Variabel bebas yang digunakan pada penelitian ini yaitu suhu dan pH isomerisasi sedangkan untuk variabel terikat (respon) yaitu *yield* dan selektivitas fruktosa yang dihasilkan. Batas desain eksperimen yaitu pH pada rentang 7–9 dan suhu pada rentang 90–120 °C yang ditentukan berdasarkan hasil studi literatur dari penelitian Li *dkk.* [7] dan Steinbach *dkk.* [15]. Kedua rentang ini kemudian dimasukkan ke desain permukaan respon pada aplikasi Minitab dan didapatkan hasil variasi pH dan suhu yang ditampilkan pada Tabel 1 dengan respon berupa *yield* dan selektivitas.

Tabel 1. Desain Eksperimen Permukaan Respon

Std Order	Run Order	Pt Type	Blocks	Suhu (°C)	pH
1	1	1	1	90	7
2	2	1	1	120	7
3	3	1	1	90	9
4	4	1	1	120	9
5	5	-1	1	83,8	8
6	6	-1	1	126,2	8
7	7	-1	1	105	6,6
8	8	-1	1	105	9,4
9	9	0	1	105	8
10	11	0	1	105	8
11	12	0	1	105	8
12	13	0	1	105	8

2.3 Sintesis Katalis Hidrotalsit Mg/Al

Sintesis katalis hidrotalsit Mg/Al menggunakan metode kopresipitasi. Digunakan dua buret yang masing-masing berisi larutan A ($Mg(NO_3)_2$ 0,06 mol dan $Al(NO_3)_3$ 0,02 mol) dan larutan B (Na_2CO_3 0,5 N dan NaOH 1 N) yang kemudian diteteskan ke erlenmeyer dan dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 25 °C dan pH 9 – 9,5 selama 18 jam. Kemudian hasil presipitasi disaring dan dikeringkan menggunakan *oven* yang selanjutnya dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 3 jam.

2.4 Hidrolisis Onggok Secara Enzimatis

Proses hidrolisis enzimatis dilakukan melalui tiga tahap antara lain gelatinasi, likuifikasi, dan sarkarifikasi. Tahap gelatinasi dilakukan dengan memanaskan substrat pati onggok 12% (b/v) pada suhu 58 °C dan pH 6-7. Tahap likuifikasi dilakukan pada suhu 95 °C dan pH 6,5 selama 1 jam. Pada tahap ini juga ditambahkan enzim α-amilase 0,067% (b/v). Tahap sarkarifikasi merupakan tahap lanjutan dari proses likuifikasi. Pada tahap ini ditambahkan enzim glukoamilase 0,067% (b/v) pada suhu 60 °C dan pH 4,5 – 6,5 selama 1 jam.

Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

2.5 Isomerisasi Menggunakan Katalis Mg/Al

Pada penelitian ini rasio katalis hidrotalsit Mg/Al yang digunakan adalah 1% (b/v). Proses isomerisasi dilakukan pada variasi pH dan suhu yang telah ditentukan pada Tabel 1 menggunakan pemanas *oilbath* dan dilakukan selama 1 jam dengan substrat yang digunakan adalah gula hidrolisat pati onggok.

2.6 Analisis Glukosa Menggunakan Uji DNS (Asam Dinitrosalisolat)

Hasil gula hidrolisat dari proses hidrolisis dianalisis menggunakan metode DNS (asam dinitrosalisolat) untuk menguji konsentrasi gula awal (sebelum isomerisasi). Uji DNS ini juga dilakukan untuk menguji konsentrasi gula akhir setelah proses isomerisasi. Proses pengujian dilakukan dengan memanaskan campuran 2 mL gula hidrolisat dengan 3 mL reagen DNS selama lima menit dan akan terjadi perubahan warna, sampel kemudian diukur nilai absorbansi menggunakan spektrofotometer *visible* pada panjang gelombang 540 nm [19–21].

2.7 Analisis Fruktosa Menggunakan Uji Seliwanoff

Gula fruktosa hasil proses isomerisasi mengandung gugus keton dan memberi reaksi positif dengan uji Seliwanoff menggunakan reagen resorsinol. Proses analisis gula fruktosa menggunakan metode Seliwanoff dilakukan dengan melarutkan 2 mL sampel dengan 7 mL HCl dan 1 mL reagen resorsinol, larutan kemudian dipanaskan pada suhu 80 °C selama 5 menit yang kemudian didinginkan menggunakan air es. Sampel kemudian dianalisis nilai absorbansi menggunakan spektrofotometer *visible* dengan panjang gelombang 520 nm.

2.8 Perhitungan Konversi, Yield dan Selektivitas Fruktosa

Konversi substrat glukosa dihitung berdasarkan persamaan 1 berikut:

$$X_s = \frac{C_{s,o} - C_s}{C_{s,o}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

Keterangan:

X_s = Konversi (%)

$C_{s,o}$ = Glukosa awal (g/L)

C_s = Glukosa akhir (g/L)

Yield fruktosa dihitung berdasarkan persamaan 2 berikut:

$$\frac{Y_p}{s} = \frac{P_t - P_o}{S_o} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

Keterangan:

$\frac{Y_p}{s}$ = *Yield* fruktosa persubstrat (%)

P_t = Fruktosa yang terbentuk (g/L)

P_o = Fruktosa awal (g/L) = 0

S_o = Glukosa awal (g/L)

Selektivitas fruktosa dihitung berdasarkan persamaan 3 berikut:

$$\frac{S_p}{s} = \frac{P_{t_f} - P_{t_o}}{S_{o_f} - S_{t_o}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

Keterangan:

$\frac{S_p}{s}$ = Selektivitas fruktosa persubstrat (%)

P_{t_f} = Fruktosa yang terbentuk (mol)

P_{t_o} = Fruktosa awal (mol)

S_{t_f} = Glukosa akhir (mol)

S_{t_o} = Glukosa awal (mol)

2.9 Analisis Statistik *Response Surface Methode (RSM)*

Analisis *Response Surface Methode (RSM)* dilakukan dengan menggunakan model regresi linear sebagai model prediksi, ada asumsi klasik sebagai syarat yang harus dipenuhi agar model yang dihasilkan bersifat *Best Linear Unbiased Estimation (BLUE)* yaitu melalui beberapa uji seperti uji linearitas, uji multikolinieritas, dan uji asumsi residual/galat meliputi uji normalitas dan uji identik (uji heteroskedastisitas).

Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

Uji linearitas digunakan untuk mengetahui adanya hubungan yang linear antara variabel bebas dengan variabel terikat yang diuji dengan uji *lack of fit* (penyimpangan pada model). Uji multikolinieritas dilakukan untuk mengetahui adanya korelasi antara variabel faktor yang dapat dilihat dari *nilai variance inflation factor* (VIF), jika nilai VIF lebih besar dari 10 maka mengindikasikan terjadi multikolinieritas. Uji identik dilakukan untuk mengetahui variansi residual penyebarannya sama (asumsi homoskedasitisitas terpenuhi). Homoskedasitisitas ialah keadaan saat nilai residual pada setiap nilai prediksi acak dan tidak membentuk pola tertentu. Uji homoskedasitisitas dapat ditentukan dengan *scatter plot* antara residual dengan *fitted value* (nilai prediksi). Uji kenormalan dilakukan untuk mengetahui apakah residual berdistribusi normal atau tidak. Uji kenormalan secara dapat ditentukan dengan plot normal residual dan untuk lebih memastikan dapat dilakukan uji Kolmogorov-Smirnov dengan melihat nilai *P-value* yang kemudian dibandingkan dengan nilai derajat kepercayaan sebesar 5%.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Hasil Hidrolisis Onggok secara Enzimatis

Konsentrasi gula hidrolisat yang didapatkan dari proses hidrolisis enzimatis adalah 116,18 g/L dengan *yield* hidrolisis sebesar 10,37%. Hasil ini masih lebih rendah jika dibandingkan dengan hasil hidrolisis pati onggok yang dilakukan Permanasari *dkk.* [3] yang mendapatkan konsentrasi gula hidrolisat sebesar 585,082 g/L. Hal tersebut terjadi karena perbedaan kandungan pati pada substrat yang digunakan. Namun, hasil tersebut sudah

cukup baik mengingat substrat yang digunakan berasal dari limbah tepung tapioka sehingga pati yang terkandung merupakan sisa pati yang terjerat dalam serat limbah tersebut.

3.2 Hasil Isomerisasi Menggunakan Katalis Hidrotalsit Mg/Al

Isomerisasi bertujuan untuk mengubah kandungan glukosa dalam gula hidrolisat menjadi sirup fruktosa dengan bantuan katalis hidrotalsit Mg/Al. Menurut Yu *dkk.* [6], proses isomerisasi glukosa merupakan reaksi paralel yang memiliki dua jalur reaksi utama yaitu isomerisasi dan degradasi. Pada isomerisasi, glukosa akan dikonversi menjadi fruktosa sedangkan pada degradasi, glukosa akan dikonversi menjadi senyawa asam seperti asam laktat, asam gliserat, asam glikolat, dan asam format.

Gula hidrolisat dengan konsentrasi 116,18 g/L dari hasil hidrolisis kemudian dijadikan substrat untuk proses isomerisasi menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al pada variasi pH dan suhu yang telah ditentukan pada Tabel 1. Sirup fruktosa hasil isomerisasi selanjutnya dianalisis menggunakan uji DNS untuk melihat kandungan glukosa akhir pada substrat dan uji Seliwanoff untuk menentukan kandungan fruktosa yang terbentuk dari proses isomerisasi berdasarkan nilai absorbansi yang terbentuk. Hasil kedua uji tersebut ditampilkan pada Tabel 2 yang kemudian dilakukan perhitungan dan didapatkan nilai *yield*, selektivitas dan konversi yang ditampilkan pada Tabel 3. Konsentrasi gula awal pada perhitungan menggunakan konsentrasi gula hidrolisat yang diperoleh dari proses hidrolisis enzimatis, yaitu 116,18 g/L.

Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

Tabel 2. Hasil Uji DNS dan Uji Seliwanoff

Run	Uji DNS		Uji Seliwanoff	
	Absorb.	Kons. Glukosa Akhir (g/L)	Absorb.	Kons. Frktosa (g/L)
1.	0,656	76,79	0,025	13,72
2.	0,860	101,59	0,082	42,05
3.	0,765	90,04	0,036	19,18
4.	0,791	93,20	0,063	32,60
5.	0,693	81,29	0,016	9,24
6.	0,728	85,60	0,029	15,76
7.	0,718	84,39	0,032	17,19
8.	0,972	115,2	0,031	16,69
9.	0,628	73,39	0,034	18,19
10.	0,619	72,29	0,019	10,73
11.	0,665	77,88	0,026	14,21
12.	0,712	83,60	0,033	17,69

Tabel 3. Hasil Isomerisasi Menggunakan Katalis Hidrotalsit Mg/Al pada variasi Suhu dan pH tertentu

Suhu (°C)	pH	Konversi Glukosa (%)	Yield Frktosa (%)	Selektivitas Frktosa (%)
90	7	33,90	11,81	20,06
120	7	12,56	36,19	25,88
90	9	22,50	16,51	34,75
120	9	19,78	28,06	16,53
83,8	8	30,03	7,95	14,43
126,2	8	26,32	13,57	19,59
105	6,6	27,36	14,80	24,39
105	9,4	0,84	14,37	26,28
105	8	36,83	15,66	22,33
105	8	37,78	9,24	11,44
105	8	32,97	12,23	16,11
105	8	28,04	15,23	21,45

Berdasarkan data Tabel 3, pada pH isomerisasi yang sama, semakin tinggi suhu nilai konversi glukosa semakin rendah sedangkan nilai *yield* fruktosa semakin tinggi. Secara teoritis, seharusnya nilai konversi suatu substrat berbanding lurus dengan nilai *yield* pembentukan produk. Namun, fenomena sebaliknya terjadi pada hasil penelitian ini. Hal ini akibat terjadinya pembentukan produk samping sehingga menurunkan nilai perolehan terhadap produk fruktosa [15,16]. Sedangkan nilai *yield* fruktosa berbanding lurus dengan selektivitas fruktosa dan berbanding terbalik dengan konversi glukosa.

Pada penelitian ini penentuan kondisi optimal ditentukan dari variasi percobaan yang memiliki nilai *yield* fruktosa paling tinggi, diikuti dengan nilai selektivitas yang tinggi. Hasil penelitian pada Tabel 3 menunjukkan bahwa sirup fruktosa dengan nilai selektivitas dan *yield* fruktosa tertinggi terjadi pada proses isomerisasi dengan kondisi operasi pH 7 dan suhu 120 °C dengan *yield* fruktosa sebesar 36,19% dan selektivitas fruktosa sebesar 25,88% dan Hasil ini sudah lebih baik dari penelitian Permanasari *dkk.* [3], yang menghasilkan *yield* sebesar 1,94% dengan kondisi substrat yang sama yaitu gula hidrolisat dari pati onggok.

Untuk dapat mengetahui pengaruh kedua variabel (pH dan suhu) terhadap hasil isomerisasi (*yield* dan selektivitas) serta memprediksi kondisi optimum secara statistika dilakukan analisis lebih lanjut menggunakan metode desain permukaan atau *Response Surface Methodology (RSM)*.

3.3 Analisis Statistik Hasil Percobaan Menggunakan RSM

Pada percobaan ada dua variabel respon yang diteliti sehingga ada dua persamaan regresi kuadratik, yaitu,

$$\begin{aligned} \% \text{ Yield} &= -64 + 1,41 \text{ suhu} - 0,4 \text{ pH} - \\ &\quad 0,001 \text{ suhu}^* \text{suhu} + 0,93 \text{ pH}^* \text{ pH} - \\ &\quad 0,1410 \text{ suhu}^* \text{ pH} \\ \% \text{ Selektivitas} &= -140 + 3,9 \text{ suhu} - 11,3 \text{ pH} - \\ &\quad 0,003 \text{ suhu}^* \text{ suhu} + 3,40 \text{ pH}^* \text{ pH} - \\ &\quad 0,401 \text{ suhu}^* \text{ pH} \end{aligned}$$

Uji *lack of fit* dilakukan dengan membandingkan nilai *P-value* yang didapat dengan derajat kepercayaan (α) sebesar 5%. Hipotesis pengujian model yaitu [22]:

H_0 = tidak ada *lack of fit*

H_1 = ada *lack of fit*

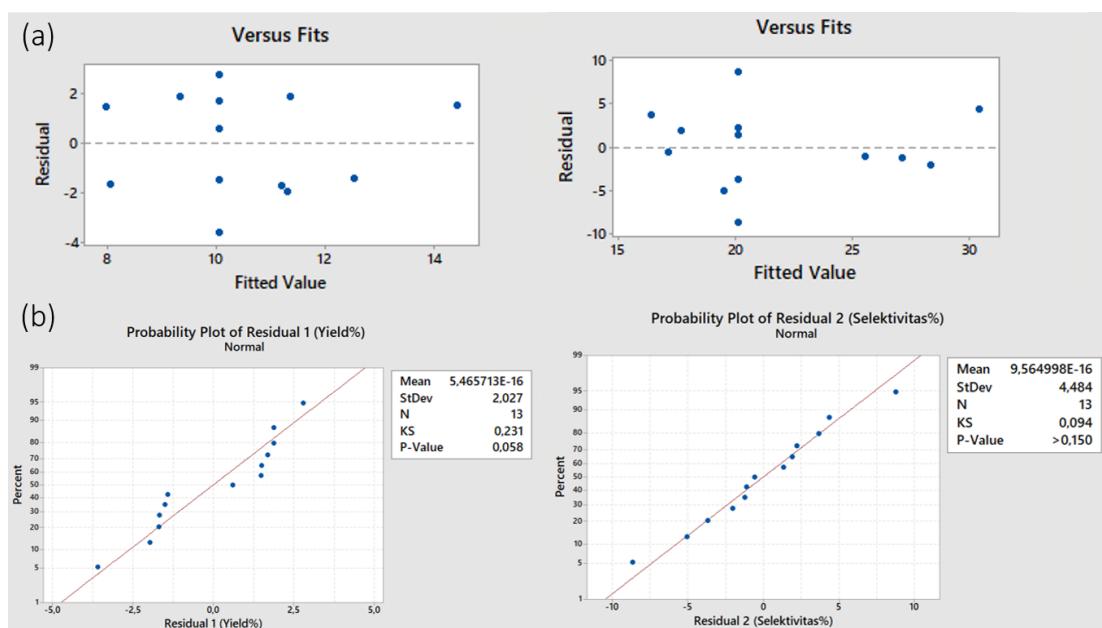
Pada hasil analisis model, *P-value* model respon *yield* $0,423 > 5\%$ dan *P-value* model respon selektivitas $0,683 > 5\%$

Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

sehingga H_0 diterima maka artinya pada kedua model tidak terdapat penyimpangan yang berarti kedua model yang diperoleh dapat menggambarkan kondisi sebenarnya dengan baik. Nilai VIF pada kedua model nilainya 1 maka pada model regresi tersebut tidak terjadi multikolinearitas.

Uji homoskedasitisitas dapat ditentukan dengan diagram pencar atau

scatter plot antara residual dengan *fitted value* (nilai prediksi). *Scatter plot* kedua model ditunjukkan oleh Gambar 1(a). Pada diagram titik residual menggambarkan kecenderungan yang acak serta tidak membentuk suatu pola, maka homoskedasitisitas terpenuhi [23].



Gambar 1. *Scatter plot* (a), dan *Normal probability plot* (b)

Uji kenormalan secara subjektif dapat ditentukan dengan plot normal residual yang ditunjukkan pada Gambar 1(b). Titik-titik residual pada *probability plot* mendekati dan mengikuti garis lurus, artinya residual terdistribusi normal. Hipotesis uji kenormalan dengan metode Kolmogorov-Smirnov yaitu:

H_0 = penyebaran residual berdistribusi normal.

H_1 = penyebaran residual tidak berdistribusi.

Nilai *P-value* pengujian Kolmogorov-Smirnov model respon *yield* lebih besar dibanding nilai α ($0,058 > 0,05$) dan model respon selektivitas juga lebih besar dibanding nilai α ($0,150 > 0,05$) maka H_0

diterima, residual terdistribusi normal sehingga nilai residual dalam analisis regresi penelitian ini terpenuhi.

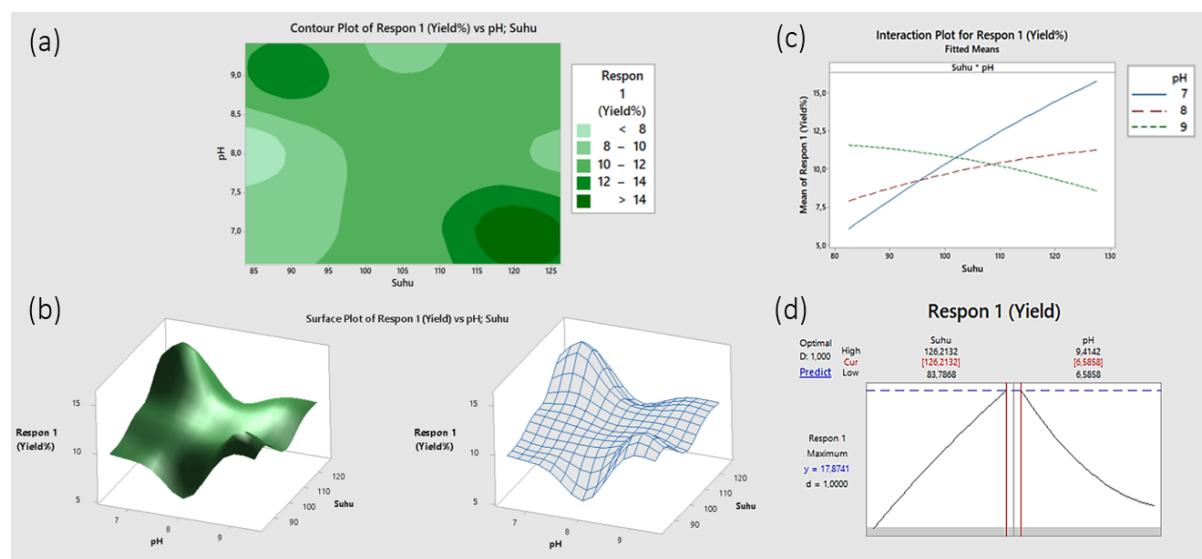
Koefisien determinasi (R^2) menggambarkan kontribusi pengaruh yang diberikan variabel bebas secara simultan terhadap variabel respon. Nilai R^2 pada persamaan regresi respon %*yield* adalah 42,22%, artinya sumbangannya pengaruh pH dan suhu terhadap %*yield* adalah sebesar 42,22%. Sedangkan nilai R^2 pada persamaan regresi respon %selektivitas adalah 50,52%.

Pengaruh masing-masing variabel faktor terhadap respon diilustrasikan melalui *contour plot*, *surface plot*, dan grafik interaksi variabel bebas. Ilustrasi dua

Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

dimensi disajikan oleh *contour plot* yang merupakan hasil interpretasi dari *surface plot* untuk memudahkan pembacaan. *Contour plot* menunjukkan tinggi rendahnya respon yang dihasilkan berdasarkan warna. Daerah yang menghasilkan *yield* dan selektivitas terbesar

ditandai dengan warna hijau tua, sedangkan yang rendah ditandai dengan warna hijau muda. Pada *surface plot*, titik optimum berada pada titik puncak tertinggi.



Gambar 2. *Contour plot* (a), *surface plot* (b), interaksi suhu dan pH (c), dan titik optimum (d) respon permukaan *yield*

Secara visual pengaruh pH dan suhu terhadap *yield* ditunjukkan oleh *contour plot* dan *surface plot* di Gambar 2(a) dan Gambar 2(b) sedangkan pengaruh interaksi suhu dan pH ditunjukkan pada Gambar 2(c). Isomerisasi termasuk reaksi endoterm, sehingga *equilibrium yield* fruktosa meningkat seiring meningkatnya suhu reaksi dan proses isomerisasi berjalan lebih baik pada suhu diatas 80 °C [16].

Dapat dilihat pada Gambar 2(c) bahwa *yield* tertinggi dihasilkan pada kondisi pH netral dan suhu tinggi. Pada pH 7 dan 8 menunjukkan seiring meningkatnya suhu, *yield* fruktosa semakin tinggi. Namun peningkatan *yield* pada pH 8 tidak setinggi pada pH 7 (netral). Pada pH 9, *yield* fruktosa menurun seiring meningkatnya suhu. Hal ini dapat terjadi akibat terbentuknya produk samping berupa asam

laktat yang dapat menghilangkan Mg²⁺ dalam hidrotalsit Mg/Al [16].

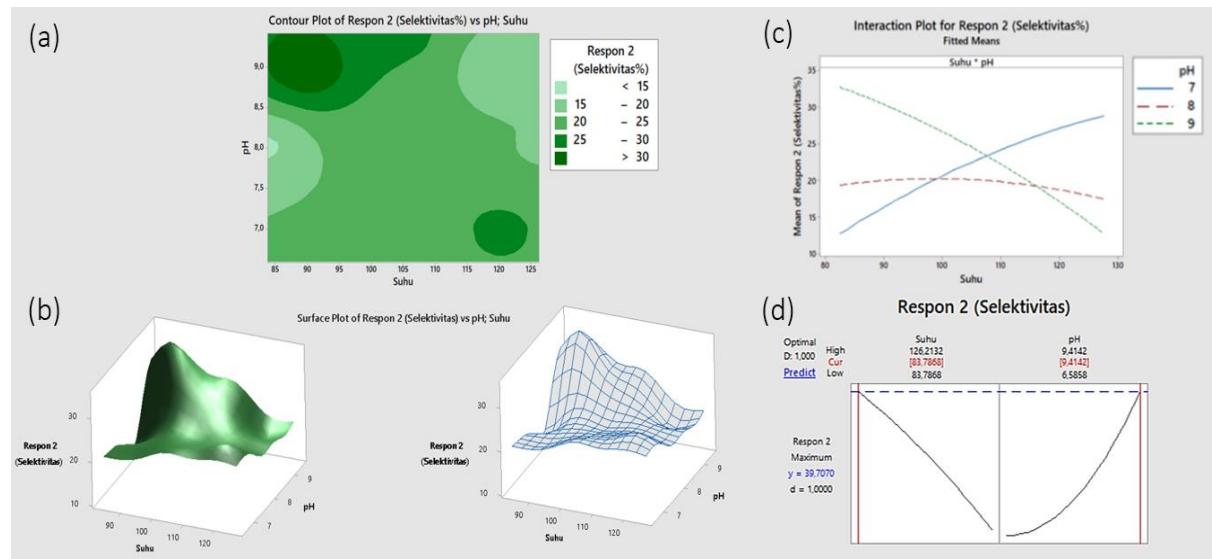
Berdasarkan hasil *optimizer* pada Gambar 2(d), diprediksi titik optimum pada isomerisasi hidrolisat onggok menggunakan hidrotalsit Mg/Al yang menghasilkan *yield* terbaik terjadi pada suhu 126,2 °C dan pH 6,58 yang akan dihasilkan *yield* maksimum sebesar 17,87%.

Pengaruh pH dan suhu terhadap selektivitas yang dihasilkan ditunjukkan pada Gambar 3(a) dan Gambar 3(b). Pada grafik interaksi di Gambar 3(c), pH dan suhu terhadap selektivitas yang menghasilkan selektivitas terbaik didapat pada pH 9 di suhu 80 °C. Pada pH 9 seiring meningkatnya suhu, selektivitas yang didapatkan menurun. Seiring meningkatnya suhu operasi, konversi glukosa akan semakin tinggi tetapi akan menurunkan

Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

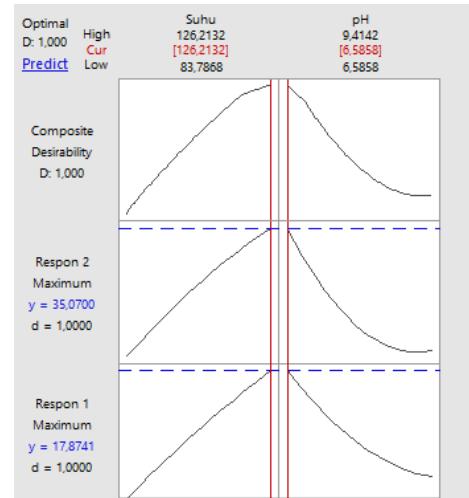
selektivitas fruktosa karena reaksi samping yang menurunkan selektivitas fruktosa [15]. Pada situs basa yang kuat dan suhu tinggi akan terjadi degradasi glukosa menjadi senyawa asam seperti asam laktat, asam glicerat, asam glikolat, dan asam format yang merupakan produk samping [6]. Berdasarkan hasil *optimizer* yang

ditunjukkan pada Gambar 3(d), titik optimum yang menghasilkan selektivitas tertinggi yaitu pada pH 9,4 dan suhu 83,79 °C dengan selektivitas maksimum sebesar 39,7%.



Gambar 3. Contour plot (a), surface plot (b), interaksi suhu dan pH (c), dan titik optimum (d) respon permukaan selektivitas

Secara simultan, pH dan suhu yang memberikan selektivitas dan *yield* tertinggi ditunjukkan oleh *optimizer* pada Gambar 4. Hasil *optimizer* menunjukkan titik optimum terdapat pada pH 6,58 dan suhu 126,2 °C dengan prediksi respon maksimum yaitu *yield* sebesar 17,87% dan selektivitas sebesar 35,07%. Penentuan titik optimum yang memberikan hasil terbaik pada kedua respon terdapat pada pH netral dan suhu tinggi karena jika diamati dari grafik interaksi pada Gambar 2(c) dan Gambar 3(c), pada pH netral seiring meningkatnya suhu didapatkan respon yang semakin tinggi.



Gambar 4. Prediksi pH dan suhu yang menghasilkan *yield* dan selektivitas tertinggi

Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

4. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa pH dan suhu optimum isomerisasi pada pembuatan sirup fruktosa dari hidrolisat onggok menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al yang menghasilkan selektivitas tertinggi berdasarkan hasil eksperimen secara aktual terjadi pada pH 7 dan suhu 120°C dengan *yield* fruktosa sebesar 36,19% dan selektivitas sebesar 25,88%. Sementara berdasarkan hasil analisis *Response Surface Methodology* (RSM), melalui *contour plot* dan *surface plot* dapat diprediksi bahwa

yield dan selektivitas fruktosa dapat mencapai masing-masing sebesar 17,87% dan 35,07% pada pH 6,58 dan suhu 126,2 °C .

Ucapan Terima kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada P3M Politeknik Negeri Bandung yang telah memberikan bantuan dana penelitian melalui Skema Penelitian Mandiri dengan nomor kontrak 105.57/PL1.R7/PG.00.03/2021.

Daftar Rujukan

- [1] Asngad, A. (2005). Perubahan Kadar Protein pada Fermentasi Jerami Padi dengan Penambahan Onggok untuk Makanan Ternak. *Jurnal Penelitian Sains & Teknologi*, 6(1), 65–74.
- [2] Musita, N. (2018). Kajian Sifat Fisikokimia Tepung Onggok Industri Besar Dan Industri Kecil. *Majalah Tknoologi Agro Industri (Tegi)*, 10(1), 19–24. doi: 10.46559/tegi.v10i1.3990
- [3] Permanasari, A. R., Fauzan, A., Rachmalia, N. L., Elfanti, R., & Wibisono, W. (2020). Fructose syrup production from Onggok with isomerization process by Mg/Al hydrotalcite catalyst and glucose isomerase enzyme. *Journal of Physics: Conference Series*, 1450(1), 1–9. doi: 10.1088/1742-6596/1450/1/012002
- [4] Fajrin, A. E., Hartono, S., & Waluyati, L. R. (2016). Permintaan Gula Rafinasi Pada Industri Makanan Minuman Dan Farmasi Di Indonesia. *Agro Ekonomi*, 26(2), 150. doi: 10.22146/agroekonomi.17267
- [5] Miftahudin, H. (2021). Siaran Pers: Kemenperin Jaga Ketersediaan Bahan Baku Gula untuk Industri Mamin. *Kemenperin*. Retrieved February 10, 2021, from www.kemenperin.go.id/artikel/22284
- [6] Yu, S., Kim, E., Park, S., Kyu, I., & Chul, J. (2012). Isomerization of glucose into fructose over Mg – Al hydrotalcite catalysts. *Catalysis Communications*, 29, 63–67. doi: 10.1016/j.catcom.2012.09.015
- [7] Li, C., Wang, Y., Zhang, Y., Wang, M., Sun, X., & Cui, H. (2020). Isomerization Kinetics of Glucose to Fructose in Aqueous Solution with Magnesium-Aluminum Hydrotalcites. *Chemistry Select*, 5, 270–279. doi: 10.1002/slct.201903959
- [8] Mahreni, & Sulistyowati, E. (2004). Pembuatan “ High Fructose Syrup ” Dari Tepung Maizena Secara Enzimatis (The Making Of High Fructose Syrup From Cornmeal Flour Through Enzymization). In *Prosiding SNTPK VI 2004* (pp. 7–15).
- [9] Permanasari, A. R., & Yulistiani, F. (2015). Pembuatan Gula Cair Dari Pati Singkong dengan Menggunakan Hidrolisis Enzimatis. *Fluida*, 11(2), 9–14.
- [10] Dwi, D., & Sugiarti, S. (2019). Modifikasi Zeolit Alam Ende dengan Garam Logam serta Potensinya Sebagai Katalis Transformasi Glukosa Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural. *Alchemy Jurnal Penelitian Kimia*, 15(2), 203–218. doi: 10.20961/alchemy.15.2.28180.203-218
- [11] Mun, D., Thanh, N., & Huynh, T. (2017). Facile isomerization of glucose into fructose using anion-exchange resins in organic solvents and application to direct conversion of glucose into furan compounds. *Research on Chemical Intermediates*, 43(10), 5495–5506. doi: 10.1007/s11164-017-2942-3
- [12] Takamine, S., Iida, T., Okuma, K., Shimonishi, T., Izumori, K., & Matsuo, T. (2015). Process of producing sugar composition comprising D-Psicose and D-Allose via strong alkaline isomerization of D-Glucose/D-Fructose or alkaline pre-treatment of D-Glucose/D-Fructose

Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

- followed by isomerization in the presence of a basic ion exchange resin. *United States patent*, US 9,109,266 B2.
- [13] Basahel, S. N., Al-Thabaiti, S. A., Narasimharao, K., Ahmed, N. S., & Mokhtar, M. (2014). Nanostructured mg-al hydrotalcite as catalyst for fine chemical synthesis. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 14(2), 1931–1946. doi: 10.1166/jnn.2014.9193
- [14] Safitri, T., Sulistyaningsih, T., & Kusumastuti, E. (2019). Preparasi Mg/Al/Fe-NO₃ Hidrotalsit Secara Kopresipitasi. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 8(1), 41–46.
- [15] Steinbach, D., Klier, A., Kruse, A., Sauer, J., Wild, S., & Zanker, M. (2020). Isomerization of glucose to fructose in hydrolysates from lignocellulosic biomass using hydrotalcite. *Processes*, 8(6), 1–15.
- [16] Delidovich, I., & Palkovits, R. (2014). Catalytic activity and stability of hydrophobic Mg-Al hydrotalcites in the continuous aqueous-phase isomerization of glucose into fructose. *Catalysis Science and Technology*, 4(12), 4322–4329. doi: 10.1039/c4cy00776j
- [17] Rahmawati, A. Y., & Sutrisno, A. (2015). Hidrolisis tepung ubi jalar ungu (*Ipomea batatas* L.) secara enzimatis menjadi sirup glukosa fungsional: kajian pustaka. *Pangan dan Agroindustri*, 3(3), 1152–1159.
- [18] Leardi, R. (2009). Experimental design in chemistry: A tutorial. *Analytica Chimica Acta*, 652(1–2), 161–172. doi: 10.1016/j.aca.2009.06.015
- [19] Hasanah, N., Saskiawan, I. (2015). Aktivitas selulase isolat jamur dari limbah media tanam jamur merang. In *Prosiding Seminar Nasional Masyarakat Biodiversitas Indonesia* , 1(5), 1110–1115.
- [20] Kusbandari, A. (2015). Analisis kualitatif kandungan sakarida dalam tepung dan pati umbi ganyong (*Canna edulis* Ker.). *Pharmaciana*, 5(1), 35–42. doi: 10.12928/pharmaciana.v5i1.2284
- [21] Pratiwi, Y. H., Ratnayani, O., & Wirajana, I. N. (2018). Perbandingan Metode Uji Gula Pereduksi dalam Penentuan Aktivitas α-L-Arabinofuranosidase dengan Substrat Jamur Kelapa (*Cocos nucifera*). *Jurnal Kimia*, 134. doi: 10.24843/jchem.2018.v12.i02.p07
- [22] Harlan, J. (2018). *Analisis Regresi Linear*. Depok: Gunadarma
- [23] Foster, J., Barkus, E., & Yavorsky, C. (2006). *Understanding and Using Advanced Statistics*, London: Sage Publications Ltd

Research Article

Modifikasi Zeolit Alam Teraktivasi Asam dengan Perak Nitrat

The Modification of Natural Zeolit Activated Acid with Silver Nitrate

Catur Septommy^{1*}, Lailatul Badriyah²⁾

¹⁾Institut Ilmu Kesehatan Bhakti Wiyata Kediri, Biomaterial Fakultas Kedokteran Gigi,
Indonesia

²⁾Akademi Farmasi Kusuma Husada Purwokerto, Indonesia

*correspondence email: catur.septommy@iik.ac.id

Received: 09 August 2021;

Revised: 08 February 2022;

Accepted: 12 February 2022;

doi: [10.25273/cheesa.v5i1.10104.13-19](https://doi.org/10.25273/cheesa.v5i1.10104.13-19)

Abstrak

Zeolit merupakan material aluminosilikat yang memiliki rongga dengan struktur kerangka yang teratur. Aktivasi secara kimia atau fisika dapat meningkatkan kemampuan dalam penukaran ion pada saluran-saluran material zeolit. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur dari zeolit yang telah dimodifikasi dengan perak nitrat. Aktivasi zeolit alam dilakukan secara kimia menggunakan larutan HCl dan NaCl, sedangkan untuk modifikasinya menggunakan metode sistem *batch* dengan larutan perak nitrat. Morfologi dan kandungan unsur zeolit yang telah teraktivasi dan termodifikasi diuji dengan SEM-EDS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa komposisi mineral pada zeolit setelah aktivasi terjadi kenaikan yang signifikan pada Na dan Si. Hal ini juga dikuti dengan pengotor pada area permukaan zeolit menjadi berkurang. Jumlah persentase unsur perak yang terendah ditemukan pada kelompok zeolit dengan modifikasi AgNO_3 0,025 M dan jumlah persentase unsur perak yang tertinggi ditemukan pada kelompok zeolit dengan modifikasi AgNO_3 0,1 M. Berdasarkan hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa aktivasi zeolit alam dapat menghilangkan material-material pengotor yang terdapat pada zeolit sehingga akan memudahkan modifikasi zeolit dengan ion perak. Jumlah unsur ion perak akan meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi larutan perak nitrat yang digunakan.

Kata kunci: aktivasi; modifikasi; perak nitrat; zeolit alam

Abstract

Zeolite is an aluminosilicate material that has cavity and framework. Activation process chemically or physically can improve the ability of ion exchange in the channels of the zeolite material. This study aims to determine the morphology and elemental content of zeolite that has been modified with silver nitrate. The methods that used to modifying was carried out through the activation of natural zeolite used HCl and NaCl solution, for the modification using the batch system method with silver nitrate solution. The morphology and elemental content of the active and modified zeolite were analyzed by SEM-EDS. The results showed that the mineral composition of the zeolite activated showed significantly increased in Na and Si content. It was the impurities on the surface area reduced. The lowest percentage of silver was found in the zeolite group with AgNO_3 0.025 M modification and the highest percentage of silver was found in the zeolite group with 0.1 M AgNO_3 modification. Based on the results, it can be concluded that the activation process of natural zeolite can remove impurity materials contained in zeolite so that it will facilitate the modification of zeolite with silver ions. The higher the concentration of AgNO_3 used, the number of silver in zeolite activated will be increased.

Keywords: activation; modification; natural zeolite; silver nitrate

1. Pendahuluan

Zeolit merupakan material aluminosilikat yang memiliki rongga dengan struktur kerangka yang teratur dengan diameter beragam biasanya kurang dari 20 Å [1,2]. Penyusun utama zeolit adalah SiO_4 dan AlO_4 yang memiliki struktur berbentuk tetrahedral dengan bagian polarnya yang tersusun dari molekul H_2O . Menurut Pabalan & Bertetti [3], keberadaan Al^{3+} dan Si^{4+} dalam struktur zeolit menjadikan kerangka utamanya bermuatan negatif, sehingga diseimbangkan dengan logam bermuatan positif seperti Na^+ , K^+ , dan Ca^{2+} . Zeolit dapat dihasilkan secara alami atau buatan. Pegunungan vulkanik yang terdapat di Indonesia merupakan sumber zeolit alam seperti di daerah Malang, Wonosari, Bogor, dan Lampung. Zeolit *Modernit*, *Clinoptilolit*, dan *Smectit* merupakan jenis zeolit alam yang tersebar dan ditemukan di Indonesia [2]. Dalam bidang kesehatan, beberapa jenis material baik zeolit alam maupun zeolit sintetik yang banyak digunakan adalah Klinoptilolit, Beta, Faujasit, ZSM-5 dan Modernit [4].

Aktivasi perlu dilakukan karena ukuran rongga pada zeolit mempengaruhi pertukaran ion. Aktivasi bertujuan untuk meningkatkan kemampuan permukaan material zeolit menjadi lebih efektif sebagai penukar ion. Aktivasi dapat dilakukan secara kimia atau fisika. Aktivasi secara kimia menggunakan larutan kimia yang bersifat asam dan basa, sedangkan secara fisika menggunakan pemanasan suhu tinggi. Aktivasi zeolit secara kimia dapat menghilangkan senyawa pengotor pada permukaan pori zeolit sehingga letak atom yang akan ditukarkan dapat teratur [5]. Aktivasi juga menjadikan gugus aktif pada zeolit dapat

dimanfaatkan sebagai penukar ion, katalis [6], dan salinasi [7].

Ion perak (Ag^+) merupakan salah satu material anorganik yang berupa partikel logam atau oksida logam dan berukuran nanometer yang biasa digunakan untuk aplikasi teknologi berukuran nano. Produk material antimikroba berbahan nanopartikel perak untuk keperluan tindakan medis memerlukan material pembawa ion logam. Salah satu material pembawa ion logam adalah silika. Silika merupakan salah satu mineral yang terdapat pada zeolit [8,9]. Berdasarkan hasil penelitian Kenjiro *dkk* [10], penambahan zeolit aktif yang telah dimodifikasi perak (*Zeomic*) pada bahan gigi tiruan resin akrilik mampu menurunkan jumlah koloni bakteri *Streptococcus mutans* yang menjadi salah satu penyebab karies gigi.

Kalsium hidroksida merupakan bahan kedokteran gigi yang dapat melindungi pulpa gigi dari iritasi suhu pada gigi berlubang. Pada penelitian Ghatole *dkk* [11] menunjukkan bahwa kalsium hidroksida yang dicampur dengan produk Ag-Zeolit aktif dari *Sigma-Aldrich* dapat menghasilkan aktivitas antibakteri yang tinggi. Kalsium hidroksida yang dicampur dengan zeolit perak mampu menunjukkan aktivitas antibakteri yang maksimum terhadap *Enterococcus faecalis* pada hari ke-1, ke-3 dan ke-7. Pada penelitian di atas telah membuktikan bahwa zeolit aktif yang telah dimodifikasi perak nitrat mampu menambah daya antibakteri pada bahan restorasi kedokteran gigi. Pada penelitian ini akan mensintesis zeolit aktif dari zeolit alam yang berasal dari Indonesia untuk dimodifikasi dengan perak nitrat sehingga bisa dikembangkan sebagai material pembawa agen antimikroba pada bahan pencegahan

Modifikasi Zeolit Alam Teraktivasi Asam dengan Perak Nitrat

kedokteran gigi sebagai bahan campuran pasta gigi atau pembersih gigi tiruan.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengaktifasi zeolit yang berasal dari alam Indonesia dengan asam dan dilanjutkan modifikasi zeolit aktif tersebut dengan larutan perak nitrat (AgNO_3) pada berbagai konsentrasi. Uji SEM-EDS yang dilakukan pada penelitian ini untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur dari zeolit yang telah dimodifikasi dengan perak.

2. Metode Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Zeolit alam yang digunakan berasal dari PT. Asia Zeolite Prima, AgNO_3 (Merck 99,8%), HCl (Sigma-Aldrich), NaCl (PT. Smart Lab-Indonesia). Instrumen yang digunakan untuk analisis menggunakan SEM-EDS HITACHI FLEXSEM 1000.

2.2 Preparasi dan Aktivasi Zeolit Alam

Preparasi dan aktivasi zeolit alam menggunakan metode dari Baykara dkk yang telah dimodifikasi dengan Osonio & Vasquez [12,13], yaitu bubuk zeolit alam dikeringkan menggunakan oven selama 24 jam pada suhu 100 °C kemudian dihaluskan dan disaring pada ukuran 100 mesh. Kemudian serbuk zeolit sebanyak 6 gram diaktifasi dengan direndam pada 500 mL larutan HCl 3 M selama 12 jam. Setelah itu disaring, dicuci dengan akuades 16 kali atau sampai pH netral dan dikeringkan menggunakan oven 150 °C selama 5 jam. Selanjutnya sampel zeolit direndam pada larutan 4 M NaCl selama 24 jam, kemudian disaring dan dicuci dengan akuades 16 kali atau sampai pH netral dan dikeringkan menggunakan oven 150 °C selama 5 jam.

2.3 Modifikasi Zeolit Teraktivasi dengan Perak

Modifikasi zeolit teraktivasi dengan perak dilakukan dengan metode perendaman menurut Osonio & Vasquez [13], yaitu 6 gram zeolit teraktivasi dimasukkan dalam larutan AgNO_3 (0,025 M, 0,05 M, dan 0,1 M) masing-masing sebanyak 60 mL, kemudian dilanjutkan strirer selama 5 jam. Zeolit teraktivasi yang sudah termodifikasi dicuci dengan akuades hingga pH netral kemudian dikeringkan pada temperatur 150 °C selama 5 jam. Lalu dihaluskan dan disaring dengan ayakan ukuran 100 mesh.

2.4 Analisis SEM-EDS

Sampel zeolit yang teraktivasi dan termodifikasi dihaluskan kemudian diletakkan dan ditempel menggunakan *carbon tape*, jika tidak menempel maka dibersihkan terlebih dahulu. Lalu sampel diletakkan pada SEM *specimen holder*. Hasil akan muncul pada monitor dengan gambar morfologinya dan persentase komposisi unsur-unsurnya.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Analisis Morfologi

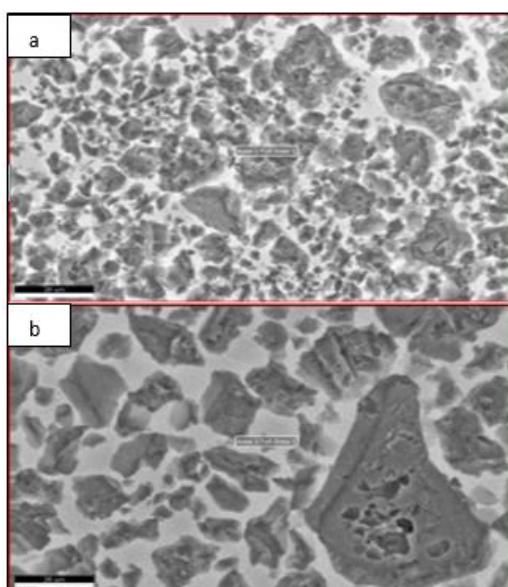
Analisis morfologi dilakukan pada sampel zeolit alam sebelum diaktifasi, setelah diaktifasi, dan setelah dimodifikasi menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM). Melalui berkas elektron yang mengenai permukaan sampel, maka akan teridentifikasi adanya perbedaan penggumpalan pada permukaan material zeolit dalam mikrostruktur. Detail penampilan morfologi pada material zeolit disajikan pada Gambar 1 dan 2.

Morfologi permukaan zeolit alam pada Gambar 1.a terlihat bahwa material sebelum diaktifasi memiliki banyak pengotor pada permukaannya, sedangkan

Modifikasi Zeolit Alam Teraktivasi Asam dengan Perak Nitrat

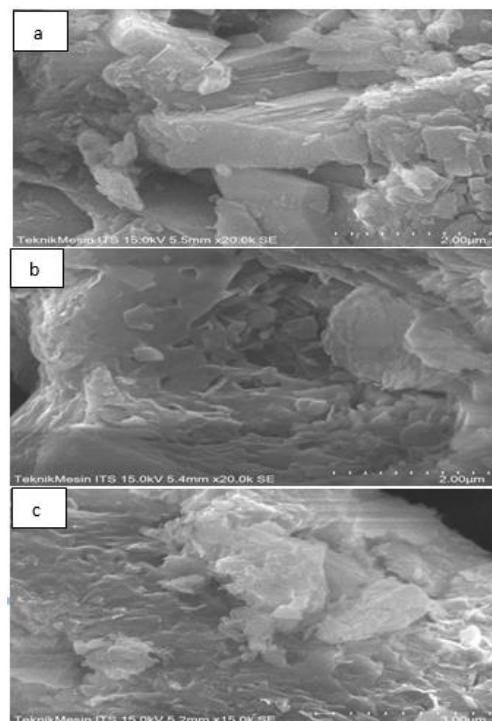
setelah aktivasi terlihat partikel-partikel kecil yang berkurang. Pengotor yang ada di dalam zeolit merupakan molekul anorganik dan organik yang larut atau hilang setelah proses aktivasi menggunakan asam. Namun, pada Gambar 1.b belum terlihat gambaran aglomerasi.

Gambar 2 merupakan morfologi permukaan zeolit aktif termodifikasi. Berdasarkan gambar tersebut, zeolit aktif yang telah dimodifikasi perak nitrat dengan berbagai konsentrasi menunjukkan bahwa makin banyak penambahan konsentrasi perak nitrat, maka terbentuk aglomerasi pada beberapa bagian permukaan zeolit.



Gambar 1. Morfologi permukaan Zeolit Alam (ZA) a) sebelum diaktivasi, b) setelah diaktivasi pada perbesaran 15.000X

Pada pengamatan dengan perbesaran 15.000X permukaan zeolit aktif setelah dimodifikasi tampak lebih jelas adanya aglomerasi pada permukaannya dan lebih tebal pada beberapa bagian saja. Hal ini dimungkinkan persebaran penambahan perak melalui larutan AgNO_3 tidak tersebar secara merata.



Gambar 2. Morfologi permukaan a) ZA-Ag 0,025 b) ZA-Ag 0,05, c) ZA-Ag 0,1 perbesaran 15.000X

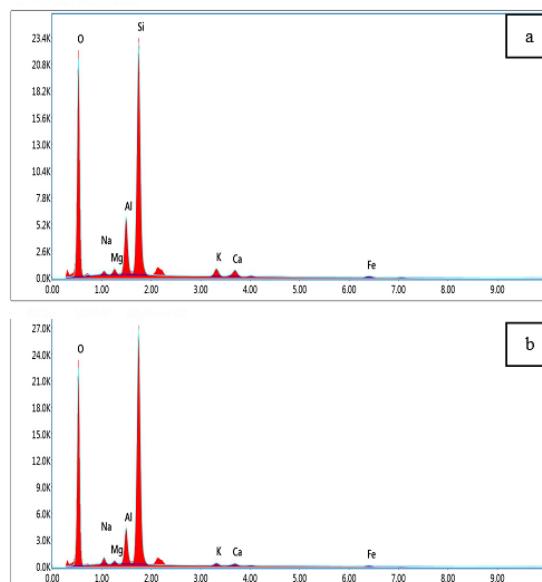
3.2 Analisis Komposisi Unsur

Berdasarkan Tabel 1 terdapat kenaikan unsur Si sebanyak 5,64% dan penurunan unsur Alumina sebanyak 2,19% pada zeolit sebelum dan sesudah teraktivasi. Pada Gambar 3 komposisi unsur Si dan O dominan pada zeolit yang belum aktif dan sudah aktif, Ratio Si/Al yang tinggi pada zeolit akan meningkatkan kemampuan sebagai katalis dan gugus silanol polar pada zeolit juga akan meningkat sehingga akan mudah menyerap air [14,15].

Penambahan larutan perak juga menyebabkan terjadi perubahan kandungan mineral, seiring dengan penambahan modifikasi Ag, yang disajikan pada Tabel 1 hasil analisis EDS. Pada sisi lainnya, kandungan Na semakin menurun dengan besarnya konsentrasi Ag yang ditambahkan. Hal ini sesuai dengan penelitian oleh Aparicio-Vázquez *dkk* [16], struktur pada permukaan zeolit memiliki

Modifikasi Zeolit Alam Teraktivasi Asam dengan Perak Nitrat

ion-ion logam yang bermuatan, seperti ion-ion Na⁺, K⁺, Ca²⁺, dan Mg²⁺. Ion natrium dalam zeolit dapat bertukar dengan ion logam yang lain seperti ion kalsium, perak dan potassium [17–19].



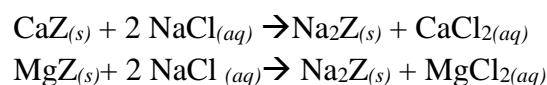
Gambar 3. Scattering komposisi Zeolit Alam (ZA) a) belum diaktivasi, b) setelah diaktivasi

Tabel 1. Komposisi zeolit aktif sebelum dan sesudah modifikasi perak (Ag) sebagai hasil pengujian EDS

Jenis Zeolit	Jenis Mineral (%)							
	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Fe	Ag
Zeolit sebelum aktivasi	0,9	0,89	8,34	33,75	2,63	2,63	1,77	0
Zeolit teraktivasi	1,81	0,63	6,15	39,39	1,06	1,07	1,15	0
Zeolit aktif dengan AgNO ₃ 0,025 M	1,25	6,47	0	38,93	0,94	0	0	2,28
Zeolit aktif dengan AgNO ₃ 0,05 M	0,85	0,65	6,23	39,29	1,14	0	0	4,15
Zeolit aktif dengan AgNO ₃ 0,1 M	0,64	0,66	5,94	38,53	1,02	0	0	5,74

Proses perendaman zeolit pada larutan garam dapur (NaCl) bertujuan untuk mengaktifkan kembali zeolit yang telah jenuh. Regenerasi ini menyebabkan ion Na pada larutan garam menggantikan ion Ca dan Mg pada zeolit. Berdasarkan Tabel 1 (zeolit teraktivasi), terjadi penambahan unsur ion Na yang diikuti dengan penurunan ion pengotor Ca dan Mg. Berikut reaksinya menurut Marsidi [20].

Larutan HCl merupakan salah satu larutan yang sering dipakai saat aktivasi zeolit. Penambahan HCl dapat melarutkan dan menghilangkan oksida dari material pengotor pada permukaan zeolit yang menyebabkan permukaan zeolit terbuka atau berpori sehingga bidang kontak dengan ion lain lebih besar. Berdasarkan Tabel 1, ada beberapa kandungan logam pengotor seperti Mg, Al, K, Ca dan Fe yang mengalami penurunan saat aktivasi zeolit karena terjadi perpindahan ion dari kation zeolit dengan ion proton dari HCl. Proses adsorpsi terjadi karena air mengalir pada pori-pori bersama ion H⁺ dan akan bertukar dengan ion pengotor pada zeolit. Perpindahan ion akan berhenti saat zeolit mengalami kejemuhan [5].



Ion natrium pada zeolit aktif mampu menyerap ion perak pada larutan perak nitrat. Berdasarkan Tabel 1, terjadi penambahan unsur ion Ag dan diikuti penurunan ion Na. Ion perak yang terserap pada zeolit dapat menghasilkan sifat yang diharapkan dari ion perak untuk aplikasi antimikroba. Selama proses aktivasi dan modifikasi zeolit juga dilakukan

pemanasan pada oven yang menyebabkan air pada zeolit akan keluar dari ruang kristal zeolit dan medan listrik akan menyebar ke rongga utama zeolit. Hal ini akan meningkatkan daya tukar kation sehingga efektif saat proses adsorpsi molekul [21].

Jumlah kation dalam struktur zeolit alam memiliki pengaruh yang signifikan pada sifat adsorpsi zeolit [22]. Peningkatan jumlah Ag pada zeolit dapat dijadikan sebagai tanda telah terjadi perpindahan kation Na oleh Ag pada pori-pori zeolit. Disisi lain, salah satu unsur sebagai *framework* dari zeolit yaitu unsur Si tidak mengalami perubahan signifikan. Hasil ini diperkuat analisis XRD dari hasil penelitian de Araújo *dkk* [23], pada pengamatan 2Θ zeolit dengan modifikasi perak nitrat 1%, 5% dan 10% memiliki puncak yang sama dengan kelompok sampel sebelum modifikasi pada area $7,2^\circ$; $12,5^\circ$; $16,1^\circ$; $21,7^\circ$; 30° dan $34,2^\circ$. Hal ini menunjukkan bahwa proses perpindahan kation zeolit yang dimodifikasi perak nitrat tidak merubah struktur zeolit.

Daftar Rujukan

- [1] Gatta, G. D., & Lotti, P. (2018). Systematics, crystal structures, and occurrences of zeolites. *Modified Clay and Zeolite Nanocomposite Materials: Environmental and Pharmaceutical Applications*: Elsevier Inc, Chapter 1, 1-25. doi: 10.1016/B978-0-12-814617-0-00001-3
- [2] Wustoni, S., Mukti, R. R., Wahyudi, A., & Ismunandar. (2011). Sintesis zeolit mordenit dengan bantuan benih mineral alam indonesia. *Jurnal Matematika & Sains*, 16(3).
- [3] Pabalan, R. T., & Bertetti, F. P. (2001). Cation-exchange properties of natural zeolites. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 45, 453–517. doi: 10.2138/rmg.2001.45.14
- [4] Serati-Nouri, H., Jafari, A., Roshangar, L., Dadashpour, M., Pilehvar-Soltanahmadi, Y., & Zarghami, N. (2020). Biomedical applications of zeolite-based materials: A review. *Materials Science and Engineering C*, 116(February), 111225. doi: 10.1016/j.msec.2020.111225
- [5] Aidha, N. N. (2013). Aktivasi zeolit secara fisika dan kimia untuk menurunkan kadar kesadahan (Ca dan Mg) dalam air tanah. *Jurnal Kimia dan Kemasan*, 35(1), 58. doi: 10.24817/jkk.v35i1.1874
- [6] Atikah, W. S. (2017). Potensi zeolit alam gunung kidul teraktivasi sebagai media adsorben pewarna tekstil the potentiality of activated natural zeolite from gunung kidul as adsorben to textile dyes. *Arena Tekstil*, 32, 17–24.
- [7] Badriyah, L., Restuaji, I. I. M., & Luluk. (2020). Adsorpsi salinitas sumber air madura dengan zeolit alam klinoptilolit teraktivasi basa. *Jurnal Sintesis Penelitian Sains Terapan dan Analisisnya*, 1(2), 47–51.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa aktivasi zeolit alam dengan larutan HCl dan NaCl dapat menghilangkan pengotor pada permukaannya. Modifikasi zeolit yang telah aktif dengan perendaman pada larutan perak nitrat dapat menurunkan kandungan Na dan menyebabkan aglomerasi pada permukaan zeolit. Konsentrasi perak nitrat memiliki pengaruh pada jumlah unsur Ag pada zeolit yang dimodifikasi. Karakterisasi dari zeolit yang telah dimodifikasi dengan perak dapat dilanjutkan sebagai dasar untuk pengembangan material kedokteran gigi.

Ucapan Terimakasih

Terima kasih kepada DRPM Kemenristekdikti yang telah memberikan dana hibah Penelitian Dosen Pemula, sehingga dapat terselesaikan penelitian ini.

Modifikasi Zeolit Alam Teraktivasi Asam dengan Perak Nitrat

-
- [8] Sunarintyas, S. (2008). Potensi Zeolit Sebagai Material Pembawa Agen Antimikroba dan Adsorben di Bidang Kedokteran Gigi. *Majalah Ilmiah Kedokteran Gigi: Scientific Journal in Dentistry*, 23(1), 38-44.
- [9] Wahyudi, T., Sugiyana, D., & Helmy, Q. (2011). Sintesis Nanopartikel Perak dan Uji Aktivitasnya Terhadap Bakteri E. coli dan S. aureus. *Arena Tekstil*, 26(1). doi: 10.31266/at.v26i1.1442
- [10] Kenjiro, K., Hayashi, T., Sato, K., Asai, T., Okano, M., Kominami, Y., Kawai, T. (2010). Effect of self-cured acrylic resin added with an inorganic antibacterial agent on streptococcus mutans. *Dental Materials Journal*, 29(3), 277–285. doi: 10.4012/dmj.2009-076
- [11] Ghatole, K., Gowdra, R. H. G., Azher, S., Sabharwal, S., Singh, V. T., & Sundararajan, B. V. (2016). Enhancing the antibacterial activity of the gold standard intracanal medicament with incorporation of silver zeolite: An in vitro study. *Journal of International Society of Preventive and Community Dentistry*, 6(1), 75–79. doi: 10.4103/2231-0762.175418
- [12] Baykara, H., Cornejo, M. H., Murillo, R., Gavilanes, A., Paredes, C., & Elsen, J. (2017). Preparation, characterization and reaction kinetics of green cement: Ecuadorian natural mordenite-based geopolymers. *Materials and Structures/Materiaux et Constructions*, 50(3). doi: 10.1617/s11527-017-1057-z
- [13] Osonio, A. P., & Vasquez, M. R. (2018). Plasma-assisted reduction of silver ions impregnated into a natural zeolite framework. *Applied Surface Science*, 432, 156–162. doi: 10.1016/j.apsusc.2017.09.076
- [14] Handhoyo, R., Prijatama, H., Sofiyah, S., Nurlela, I., & Yusianita, N. (2005). Peningkatan rasio Si/Al zeolit alam mordenit sebagai bahan dasar zeolit katalis, *Jurnal Zeolit Indonesia* 4(1), 19-24.
- [15] Wang, C., Leng, S., Guo, H., Yu, J., Li, W., Cao, L., & Huang, J. (2019). Quantitative arrangement of Si/Al ratio of natural zeolite using acid treatment. *Applied Surface Science*, 498, 143874. doi: 10.1016/j.apsusc.2019.143874
- [16] Aparicio-Vázquez, S., Fall, C., Islas-Espinoza, M., Alcántara, D., Petranovskii, V., & Olguín, M. T. (2021). Influence of experimental conditions to obtain silver-modified zeolite-rich tuffs on the antimicrobial activity for Escherichia coli suspended in aqueous media. *Environmental Technology and Innovation*, 23, 101707. doi: 10.1016/j.eti.2021.101707
- [17] Sato, K., Aoki, K., Sugimoto, K., Izumi, K., Inoue, S., Saito, J., Ikeda, S., and Nakane, T. (2008). Dehydrating performance of commercial LTA zeolite membranes and application to fuel grade bio-ethanol production by hybrid distillation/vapor permeation process. *Microporous and Mesoporous Materials*, 115(1–2), 184–188. doi: 10.1016/j.micromeso.2007.10.053
- [18] Shams, K., & Mirmohammadi, S. J. (2007). Preparation of 5A zeolite monolith granular extrudates using kaolin: Investigation of the effect of binder on sieving/adsorption properties using a mixture of linear and branched paraffin hydrocarbons. *Microporous and Mesoporous Materials*, 106(1–3), 268–277. doi: 10.1016/j.micromeso.2007.03.007
- [19] Watanabe, K., Austin, N., & Stapleton, M. R. (1995). Investigation of the air separation properties of zeolites types a, x and y by monte carlo simulations. *Molecular Simulation*, 15(4), 197–221. doi: 10.1080/08927029508022335
- [20] Marsidi, R. (2001). Zeolit untuk mengurangi kesadahan air. *Jurnal Teknologi Lingkungan*, 2(1), 1–10. doi: 10.1523/JNEUROSCI.3476-13.2014
- [21] Golbad, S., Khoshnoud, P., & Abu-Zahra, N. (2017). Synthesis of 4A zeolite and characterization of calcium-and silver-exchanged forms. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, 5(05), 237.
- [22] Estiaty, L. M. (2010). Rekayasa mineral zeolit dengan teknik wet impregnation logam inhibitor sebagai bahan dasar anti-septik dengan metode aliran kontinyu. *Jurnal Zeolit Indonesia*, 9(2), 61–70.
- [23] de Araújo, L. O., Anaya, K., & Pergher, S. B. C. (2019). Synthesis of antimicrobial films based on low-density polyethylene (LDPE) and zeolite a containing silver. *Coatings*, 9(12). doi: 10.3390/coatings9120786

Research Article

Perbandingan Karbon Aktif-Tempurung Nipah dan Karbon Aktif-Kulit Pisang Kepok Teraktivasi Kalium Hidroksida

Comparison of Nipah Shell Activated Carbon and Kepok Banana Peel Activated Carbon by Potassium Hydroxide

Ilma Fadlilah^{1*}*, Nurlinda Ayu Triwuri¹⁾, Ayu Pramita¹⁾

¹⁾Politeknik Negeri Cilacap, Teknik Pengendalian Pencemaran Lingkungan, Indonesia

*correspondence email: ilma.fadlilah@pnc.ac.id

Received: 17 November 2021;

Revised: 23 February 2022;

Accepted: 25 February 2022;

doi: [10.25273/cheesa.v5i1.10922.20-27](https://doi.org/10.25273/cheesa.v5i1.10922.20-27)

Abstrak

Penggunaan karbon aktif (*activated carbon/AC*) semakin luas seperti untuk reaksi kimia, adsorpsi limbah cair dan gas, serta sebagai katalis dalam proses katalitik. AC-tempurung nipah dan AC-kulit pisang kepok telah disintesis dengan aktivator kalium hidroksida (KOH) 0,5 M. Karbonisasi dilakukan dengan *furnace* pada suhu 300 °C selama 2 jam. Karakterisasi AC dilakukan dengan analisis kadar air, analisis kadar abu, analisis daya serap I₂, dan analisis gugus fungsi sebelum proses aktivasi dan setelah proses aktivasi menggunakan FTIR. Nilai kadar air, kadar abu, daya serap terhadap I₂ berturut-turut adalah 1% ; 9,9%; 1307 mg/g (AC-tempurung nipah) dan 3% ; 7,4% ; 1777 mg/g (AC-kulit pisang kepok), memenuhi kriteria karbon aktif yang telah ditetapkan SNI. Hasil spektra FTIR AC-tempurung nipah dan AC-kulit pisang kepok menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang serapan gugus -OH setelah aktivasi. Serapan gugus C=C aromatik mengindikasikan telah terbentuknya grafit.

Kata kunci: karakterisasi; karbon aktif; KOH; kulit pisang kepok; tempurung nipah

Abstract

The use of activated carbon (AC) is increasingly widespread, not only for chemical reactions, liquid and gaseous wastes adsorption, but also used as a catalyst in catalytic processes. AC-Nipah shell and AC-Kepok banana peel have been synthesized with 0.5 M potassium hydroxide (KOH) activator. Carbonization was conducted using a furnace at a temperature of 300°C for 2 hours. AC characterization was carried out by water content analysis, ash content analysis, absorption analysis of I₂, and functional group analysis of both pre and post-activation process with KOH by using FTIR. The values of water content, ash content and the adsorption capacity of I₂ were 1% ; 9.9% ; 1307 mg/g respectively (AC-Nipah shell) and 3%; 7.4%; 1777 mg/g (AC-Kepok banana peel) which meet the criteria for activated carbon determined by Indonesia National Standard (SNI). The results of the FTIR spectra of the AC-Nipah shell and the AC-Kepok banana peel showed a shift in the absorption wave number of the -OH group after the activation process. The absorption of the aromatic C=C group indicates the formation of graphite.

Keywords: activated carbon; characterization; kepok banana peel; KOH; nipah shell

1. Pendahuluan

Karbon aktif atau *activated carbon* (AC) merupakan karbon yang telah melalui proses aktivasi untuk membuat pori yang semakin besar sehingga memiliki luas permukaan yang besar. Penggunaan karbon aktif sangat luas seperti untuk reaksi kimia, adsorpsi limbah cair dan gas, serta digunakan sebagai katalis dalam proses katalitik [1]. Karbon aktif dapat dibuat dari material-material dengan kandungan karbon tinggi dan kandungan abu yang rendah [2]. Produksi karbon aktif dari limbah hasil pertanian memiliki dampak ekonomi dan lingkungan yang baik, karena mengubah limbah pertanian yang bernilai rendah menjadi produk bernilai tinggi. Penelitian sebelumnya telah memproduksi karbon aktif dari beberapa limbah pertanian seperti sekam padi [2], tempurung kelapa [3], kulit durian [4].

Dalam dunia pertanian, banyak dihasilkan limbah sayur dan buah yang dibuang begitu saja tanpa dikelola dengan baik. Salah satunya adalah limbah kulit pisang. Arunakumara dkk. [5] memaparkan bahwa produksi tahunan pisang dunia melebihi 100 juta ton, sekitar 40 juta ton kulit pisang (40% dari total berat buah segar) menjadi limbah. Di samping itu, dalam dunia perdagangan banyak penjual gorengan yang menggunakan pisang kepok (*Musa acuminata x Musa balbisiana*) sebagai salah satu bahan utama menyebabkan limbah kulit pisang yang dihasilkan semakin banyak. Kulit pisang mengandung 10-21% pektin, 6-12% lignin, 7,6-9,6% selulosa dan 6,4-9,4% hemiselulosa [5], sehingga memungkinkan untuk dijadikan sumber karbon (C).

Kabupaten Cilacap memiliki kawasan hutan mangrove dan hutan payau, sehingga banyak ditemukan tumbuhan nipah (*Nypa fruticans* Wurm.). Jenis

tumbuhan nipah ini masuk dalam kelompok tumbuhan hutan mangrove yang tumbuh secara rapat dan berkelompok di daerah sungai dengan air payau [6]. Buah nipah banyak dimanfaatkan sebagai sumber penghasil nira untuk produksi gula dan sebagai sumber pangan untuk dijadikan tepung [7]. Namun, tempurung buah nipah belum banyak dimanfaatkan, terlebih untuk aplikasi reaksi kimia. Tempurung buah nipah mengandung 45,6% selulosa, 23,5% hemiselulosa, dan 17,3% lignin [8]. Melihat persentase komposisi dari tempurung buah nipah tersebut maka memungkinkan untuk dijadikan sebagai sumber karbon (C) untuk pembuatan karbon aktif.

Sumber material karbon dapat diaktivasi secara fisik maupun secara kimia. Aktivasi secara fisik dapat melalui proses karbonisasi pada rentang suhu 300-900 °C serta oksidasi oleh gas O₂, dan CO₂. Sedangkan aktivasi kimia dilakukan dengan mereaksikan karbon dengan *chemical reagent* seperti asam fosfat (H₃PO₄), kalium hidroksida (KOH) dan seng (II) klorida (ZnCl₂) [9]. Aktivasi kimia memiliki kelebihan diantaranya dihasilkan pori AC yang lebih besar sehingga meningkatkan luas permukaannya. Pada penelitian ini digunakan KOH sebagai zat aktuator dikarenakan lebih stabil secara termal, hasil aktivasi dengan KOH dapat mengembangkan ukuran pori dari mikropori ke mesopori [10]. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik karbon aktif tempurung nipah (AC-tempurung nipah) dan karbon aktif kulit pisang kepok (AC-kulit pisang kepok) yang diaktivasi dengan kalium hidroksida 0,5 M.

Perbandingan Karbon Aktif-Tempurung Nipah dan Karbon Aktif-Kulit Pisang Kepok Teraktivasi Kalium Hidroksida

2. Metode Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Penggunaan bahan dalam penelitian ini meliputi limbah tempurung nipah, limbah kulit pisang kepok, kalium hidroksida (*Merck*) sebagai aktivator karbon, akuades dan kertas saring. Sedangkan alat yang digunakan meliputi neraca analitik, *furnace*, *oven*, pH meter, desikator, *Fourier Transform Infrared Spectrometer* (FTIR) Shimadzu Prestige 21.

2.2 Proses Karbonisasi

Limbah tempurung nipah dan limbah kulit pisang kepok dibersihkan dan dijemur selama 1 minggu di bawah sinar matahari. Setelah kering, kulit pisang kepok dan tempurung nipah ditimbang sebelum proses karbonisasi. Selanjutnya proses karbonisasi dilakukan dengan *furnace* pada suhu 300 °C selama 2 jam yang mengacu pada penelitian Jubilate dkk. [11]. Karbon yang telah terbentuk didinginkan di dalam desikator selama 1 jam dan dilanjutkan dengan proses penggerusan dan pengayakan dengan ukuran 60 mesh. Karbon yang telah diayak, ditimbang dan dihitung rendemennya (Y) dengan persamaan (1).

$$Y, \% = \frac{m_{karbon}}{m_{bahan\ kering}} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots(1)$$

2.3 Aktivasi Kimia

Hasil karbonisasi sebanyak 100 gram dimasukkan ke dalam gelas kimia dan dilakukan pemanasan pada suhu 85 °C menggunakan aktivator KOH 0,5 M sebanyak 500 mL selama 1 jam dan didiamkan selama 24 jam [10]. Selanjutnya AC didekantasi dan dinetralkan pHnya sampai dengan pH netral menggunakan akuades. AC yang telah netral dikeringkan

menggunakan oven pada suhu 110 °C selama 12 jam.

2.4 Analisis Kadar Air

Analisis kadar air dilakukan dengan menimbang 1 gram AC pada cawan porselin yang sudah diketahui massanya. Masing-masing AC dikeringkan dengan oven pada suhu ± 105 °C hingga massanya konstan. Sampel ditimbang setelah didinginkan ke dalam desikator selama 15 menit. Kadar air (KA) sampel dapat ditentukan menggunakan persamaan (2).

$$KA, \% = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots(2)$$

keterangan:

m_0 = massa awal AC sebelum pemanasan (gram)

m_1 = massa akhir AC setelah pemanasan (gram)

2.5 Analisis Kadar Abu

AC sebanyak 1 gram dimasukkan dalam cawan porselin yang sudah diketahui massanya, selanjutnya dipanaskan dalam *furnace* selama 3 jam pada suhu 600-800 °C. Setelah AC menjadi abu didinginkan di desikator dan ditimbang hingga massanya konstan. Kadar abu (KU) dihitung menggunakan persamaan (3).

$$KU, \% = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots(3)$$

keterangan:

m_0 = massa awal AC sebelum pemanasan (gram)

m_1 = massa akhir AC setelah pemanasan (gram)

2.6 Analisis Daya Serap Terhadap I₂

AC sebanyak 0,5 gram ditimbang kemudian dipindahkan ke dalam gelas kimia dan ditutup dengan alumunium foil (jangan sampai terkena sinar matahari). Larutan iodium 0,1 N sebanyak 50 mL dimasukkan ke gelas kimia dan diaduk dengan *shaker* selama 15 menit dengan kecepatan 150 rpm kemudian disaring.

Perbandingan Karbon Aktif-Tempurung Nipah dan Karbon Aktif-Kulit Pisang Kepok Teraktivasi Kalium Hidroksida

Filtrat sebanyak 10 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer kemudian dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N. Ketika warna kuning pada larutan sudah hampir hilang (samar), ditambahkan indikator kanji 1%. Titrasi sampai warna biru larutan hilang dan menjadi bening. Volume larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang digunakan untuk titrasi dicatat dan diulangi sebanyak 3 kali (triplo). Bilangan iodin (BI) dapat dihitung dengan persamaan (4).

$$BI = \frac{10 - \left(\frac{\bar{V} \times N \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{0,1} \right) I \times 5}{m} \quad(4)$$

Keterangan:

- \bar{V} = Volume rata-rata titrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)
- N = Normalitas larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (N)
- 10 = Volume filtrat iod yang dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)
- 5 = Jumlah iodin yang dipakai (50 mL) dibagi jumlah filtrat untuk titrasi (10 mL)
- m = Jumlah sampel AC (gram)
- I = Jumlah iodin per 1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

2.7 Analisis Gugus Fungsi

Analisis gugus fungsi dari karbon aktif tempurung nipah dan kulit pisang kepok sebelum dan sesudah proses aktivasi dapat diamati dengan spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) pada rentang bilangan gelombang 400 cm^{-1} – 4000 cm^{-1} .

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Karbonisasi

Karbonisasi merupakan proses pengarangan tempurung nipah dan kulit pisang kepok untuk memperoleh karbon dari reaksi pembakaran tidak sempurna. Pada proses ini, zat-zat organik seperti selulosa, hemiselulosa, dan zat-zat organik lainnya dalam tempurung nipah dan kulit pisang kepok akan terdegradasi menjadi karbon [11]. Sedangkan unsur-unsur

karbon yang terbentuk akan kembali menjadi struktur kristal yang tersusun secara acak [12]. Sampel karbonisasi dilakukan dalam wadah cawan porselein yang tertutup untuk mencegah O_2 masuk ke dalam cawan. Suhu karbonisasi yang digunakan adalah $300 \text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 2 jam. Mongkito dkk. [12] menjelaskan bahwa proses karbonisasi melalui beberapa tahapan yaitu, pada rentang suhu $100 \text{ }^{\circ}\text{C}$ – $150 \text{ }^{\circ}\text{C}$ terjadi penguapan air, kemudian penguraian selulosa dan hemiselulosa terjadi pada rentang suhu $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ – $240 \text{ }^{\circ}\text{C}$, dilanjutkan pada rentang suhu $240 \text{ }^{\circ}\text{C}$ – $400 \text{ }^{\circ}\text{C}$ terjadi proses depolimerisasi ikatan tunggal C-O dan ikatan C-C. Karbon yang terbentuk dihaluskan hingga didapatkan karbon yang lolos ayakan 60 mesh. Melalui persamaan 1, rendemen karbon tempurung nipah dan karbon kulit pisang kepok didapatkan berturut-turut adalah 46,63% dan 46,47%.

3.2 Aktivasi Kimia dan Karakterisasi

Proses aktivasi kimia dilakukan untuk membuka pori-pori karbon yang tertutupi oleh zat sisa pembakaran pada saat proses karbonisasi berlangsung [13]. Karbon tempurung nipah dan karbon kulit pisang kepok diaktivasi menggunakan larutan kalium hidroksida (KOH) 0,5 M. Kualitas AC-tempurung nipah dan AC-kulit pisang kepok dapat dilihat dari nilai kadar air, kadar abu dan daya serap terhadap I_2 yang hasilnya ditampilkan pada Tabel 1.

Analisis kadar air dimaksudkan untuk mengetahui kemampuan karbon aktif menyerap dan melepaskan air. Kadar air karbon aktif yang diperbolehkan menurut Standar Nasional Indonesia 06-3730-95 adalah maksimal 15%. Nilai kadar air AC-tempurung nipah dan AC-kulit pisang kepok berturut-turut adalah 1% dan

Perbandingan Karbon Aktif-Tempurung Nipah dan Karbon Aktif-Kulit Pisang Kepok Teraktivasi Kalium Hidroksida

3%, yang keduanya telah memenuhi kriteria karbon aktif yang telah ditetapkan SNI. Kadar air karbon aktif yang cukup rendah ini mengindikasikan bahwa selama proses karbonisasi, kandungan air dalam bahan telah menguap [1].

Analisis kadar abu dilakukan untuk mengetahui kandungan oksida logam dalam AC-tempurung nipah maupun AC-kulit pisang kepok. Kadar abu direpresentasikan sebagai residu (mineral) yang tersisa pada saat karbonisasi. Sebagian kandungan mineral dalam karbon hilang pada saat proses karbonisasi, sedangkan mineral lainnya masih tertinggal dalam karbon sebagai residu. Hasil pengujian kadar abu AC-tempurung nipah dan AC-kulit pisang kepok berturut-turut adalah 9,9% dan 7,4%, sehingga keduanya masih memenuhi standar baku mutu karbon aktif yang telah ditetapkan. Alzaydien [1] menyebutkan bahwa kadar abu yang tinggi mengindikasikan pengotor yang tinggi pula, sehingga hal tersebut dapat menyebabkan penyumbatan pada pori-pori dan dapat mengurangi luas permukaan AC.

Tabel 1. Hasil karakterisasi AC-Tempurung Nipah dan AC-Kulit Pisang Kepok

Parameter	AC-tempurung nipah	AC-kulit pisang kepok	SNI
Kadar Air (%)	1	3	Maks.15
Kadar Abu (%)	9,9	7,4	Maks. 10
Daya serap terhadap I ₂ (mg/g)	1307	1777	Min.750

Analisis daya serap terhadap iodin dilakukan untuk mengetahui daya serap AC terhadap larutan berwarna (larutan iodin) dengan ukuran molekul 10 Å. Hasil analisis daya serap terhadap iodin dalam

penelitian ini untuk AC-tempurung nipah adalah 1307 mg/g dan AC-kulit pisang kepok adalah 1777 mg/g (Tabel 1). Keduanya masih memenuhi SNI yaitu minimal 750 mg/g. Daya serap iodin yang tinggi mengindikasikan volume daya tampung AC yang besar. Hasil penelitian ini yang menggunakan aktivator basa (KOH) menghasilkan kadar air yang lebih rendah, kadar abu yang lebih tinggi dan daya serap iodin yang lebih tinggi pula dibandingkan Jubilate *dkk.* [11] yang menggunakan aktivator asam H₃PO₄. Jika dibandingkan dengan penelitian Syahrir *dkk.* [14] yang menggunakan aktivator basa NaOH pada arang limbah batang pisang diperoleh hasil yang berbeda yaitu kadar air yang lebih tinggi, kadar abu dan daya serap terhadap Iodinnya lebih rendah dari penelitian yang dilakukan. Hal ini dimungknkan karena sumber karbon yang digunakan berbeda.

Karbon tempurung nipah yang diaktivasi dengan zat asam HCl pada penelitian Safariyanti *dkk.* [15] menghasilkan kadar air yang tidak berbeda signifikan, kadar abu dan daya serap terhadap iodin yang lebih rendah dibandingkan dengan penelitian ini yang menggunakan aktivator basa. Selain itu, penelitian ini menghasilkan kadar air yang lebih rendah dengan kadar abu dan daya serap terhadap iodinnya yang lebih tinggi dibandingkan dengan Adowei *dkk* [16]. Meskipun sama-sama menggunakan aktivator basa KOH, tetapi diperoleh hasil yang berbeda dikarenakan sumber karbon yang berbeda.

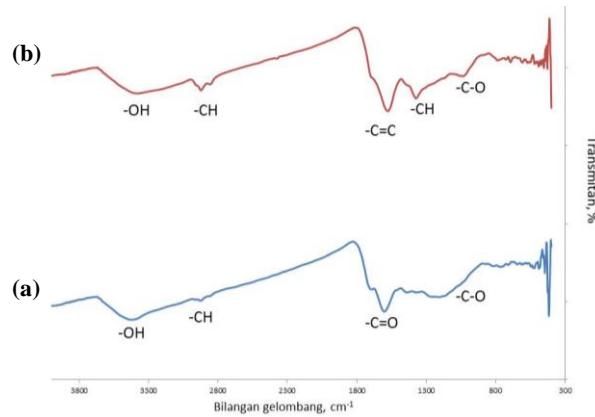
3.3 Identifikasi Gugus Fungsi dengan FTIR

Pengujian dengan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dimaksudkan untuk mengidentifikasi

Perbandingan Karbon Aktif-Tempurung Nipah dan Karbon Aktif-Kulit Pisang Kepok Teraktivasi Kalium Hidroksida

gugus fungsi dari masing-masing sampel karbon sebelum dan sesudah diaktivasi. Gambar 1 menunjukkan spektra IR dari karbon kulit pisang kepok (C-kulit pisang kapok) (a) dan AC-kulit pisang kepok (b). Sedangkan serapan gugus fungsi secara spesifik tertera pada Tabel 2. Pada AC-kulit pisang kepok ditemukan serapan pada bilangan gelombang $3355,32\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya ikatan bebas dan ikatan antarmolekul dari gugus -OH (hidroksi). Ikatan C-H alifatik diidentifikasi pada bilangan gelombang $2922,28\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan ikatan karbon rangkap dua C=C teridentifikasi pada $1601,95\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi regangan asimetris dan simetris C-O ditemukan pada $1034,85\text{ cm}^{-1}$ [10]. Serapan gugus -OH pada C-kulit pisang kepok dan AC-kulit pisang kepok memperlihatkan adanya pergeseran bilangan gelombang yaitu pada $3405,47\text{ cm}^{-1}$ menjadi $3355,32\text{ cm}^{-1}$. Adanya pergeseran bilangan gelombang ke nilai yang lebih kecil mengindikasikan berkurangnya kekuatan ikatan antar dua atom dalam satu molekul yang sedang

bervibrasi, yang dalam hal ini adalah ikatan hidrogen yang dari gugus hidroksil. Serapan gugus C-H *bending* baru terlihat pada AC-kulit pisang kepok (b) pada bilangan gelombang $1374,34\text{ cm}^{-1}$. Hal ini mengindikasikan terjadinya peningkatan gugus C-H setelah proses aktivasi, semakin berkurangnya kandungan H_2O dalam sampel, maka intensitas gugus fungsi C-H akan semakin meningkat [9].



Gambar 1. Spektra FTIR C-Kulit Pisang Kepok (a) dan AC-Kulit Pisang Kepok (b)

Tabel 2. Serapan gugus fungsi C-Kulit Pisang Kepok & AC-Kulit Pisang Kepok hasil analisis dengan FTIR

No	v C-kulit pisang kepok (cm^{-1})	v AC-kulit pisang kepok (cm^{-1})	Gugus Fungsi
1	3405,47	3355,32	Hidroksi O-H
2	2924,21	2922,28	C-H Alifatik (<i>stretching</i>)
3	1695,5	tidak terdeteksi	C=O Karbonil
4	tidak terdeteksi	1601,95	C=C alkena (<i>stretching</i>)
5	tidak terdeteksi	1439,92	C=C aromatik
6	tidak terdeteksi	1374,34	C-H (<i>bending</i>)
7	1175,66	1034,85	C-O

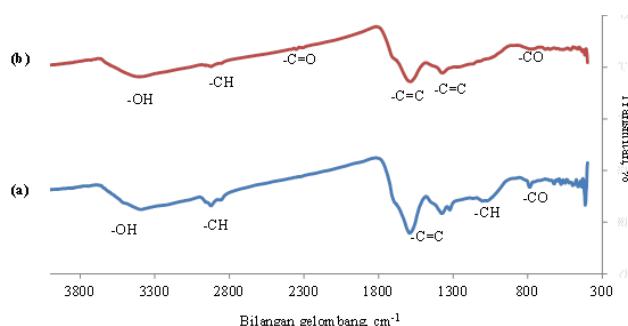
v = bilangan gelombang

Perbandingan Karbon Aktif-Tempurung Nipah dan Karbon Aktif-Kulit Pisang Kepok Teraktivasi Kalium Hidroksida

Tabel 3. Serapan gugus fungsi C-Tempurung nipah & AC-Tempurung nipah hasil analisis dengan FTIR

No	ν C-tempurung nipah (cm^{-1})	ν AC-tempurung nipah (cm^{-1})	Gugus Fungsi
1	3390,04	3396,79	Hidroksi O-H
2	2923,25	2924,21	C-H Alifatik (<i>stretching</i>)
3	tidak terdeteksi	2309,86	C=O Karbonil
4	1591,34	1586,52	C=C alkena (<i>stretching</i>)
5	tidak terdeteksi	1322,26	C=C aromatik
6	1071,5	tidak terdeteksi	C-H (<i>bending</i>)
7	786,99	768,67	C-O

ν = bilangan gelombang



Gambar 2. Spektra FTIR C-Tempurung Nipah
(a) dan AC-Tempurung Nipah (b)

Spektra IR dari C-tempurung nipah (a) dan AC-tempurung nipah (b) ditunjukkan pada Gambar 2. Serapan gugus fungsi secara spesifik dari C-tempurung nipah dan AC-tempurung nipah (b) tertera pada Tabel 3. Tidak jauh berbeda dengan spektra IR dari AC-kulit pisang kepok, serapan gugus hidroksi –OH pada C-tempurung nipah dan AC-tempurung nipah juga menunjukkan pergeseran bilangan gelombang dari 3400 cm^{-1} ke 3396 cm^{-1} yang berarti gugus hidroksinya semakin lemah ikatannya setelah proses aktivasi. Serapan gugus C=C aromatik terlihat pada spektra AC-

tempurung nipah pada bilangan gelombang $1322,26 \text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasikan telah terbentuknya grafit [17] [18].

4. Kesimpulan

Karakteristik AC-tempurung nipah dan AC-kulit pisang kepok teraktivasi KOH 0,5 M dengan nilai kadar air, kadar abu, daya serap terhadap I_2 berturut-turut adalah 1%, 9,9%, 1307 mg/g (AC-tempurung nipah) dan 3%, 7,4%, 1777 mg/g (AC-kulit pisang kepok), keduanya memenuhi kriteria karbon aktif yang telah ditetapkan SNI. Hasil spektra FTIR AC-tempurung nipah dan AC-kulit pisang kepok menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang serapan gugus –OH setelah proses aktivasi.

Ucapan Terimakasih

Penelitian ini dibiayai oleh Dana Internal Politeknik Negeri Cilacap (DIPA PNC) Tahun Anggaran 2021 dengan Nomor Surat Kontrak Perjanjian 013/PL.43/PT.01.03/2021.

Daftar Rujukan

- [1] Alzaydien, A. S. (2016). Physical, Chemical and Adsorptive Characteristics of Local Oak Sawdust Based Activated Carbons. *Asian Journal of Scientific Research*, 9(2), 45–56. doi: 10.3923/ajsr.2016.45.56
- [2] Zhang, Y., Zheng, R., Zhao, J., Ma, F., Zhang, Y., & Meng, Q. (2014). Characterization of H₃PO₄ -Treated Rice Husk Adsorbent and Adsorption of Copper (II) from Aqueous Solution. *BioMed Research International*, 2014(Ii). doi: 10.1155/2014/496878

Perbandingan Karbon Aktif-Tempurung Nipah dan Karbon Aktif-Kulit Pisang Kepok Teraktivasi Kalium Hidroksida

- [3] Chandana, L., Krushnamurty, K., Suryakala, D., & Subrahmanyam, C. (2019). Low-cost adsorbent derived from the coconut shell for the removal of hexavalent chromium from aqueous medium Materials Today : Proceedings Low-cost adsorbent derived from the coconut shell for the removal of hexavalent chromium from aqueous medium. *Materials Today: Proceedings*, (August). doi: 10.1016/j.matpr.2019.04.205
- [4] Ridhayanti, S. A., & Rusmini. (2020). Pemanfaatan Karbon Aktif dari Limbah Kulit Durian sebagai Adsorben Limbah Industri Tahu di Daerah Sepanjang, Sidoarjo. *Jurnal Ilmiah Teknik Kimia*, 4(1), 23–31.
- [5] Arunakumara, K., Walpola, B. C., & Yoon, M. (2013). Banana Peel: A Green Solution for Metal Removal from Contaminated Waters. *Korean J Environ Agric*, 32(2), 108–116. doi: 10.5338/KJEA.2013.32.2.108
- [6] Alwarisman, R. (2017). *Distribusi, Kerapatan dan Biomassa Nipah (Nypa Fruticans (Thunb.) Wurm)* Di Segara Anakan Cilacap. UNSOED.
- [7] Subiandono, E., Heriyanto, N. M., & Karlina, E. (2011). sebagai Sumber Pangan dari Hutan Mangrove. *Buletin Plasma Nutfah*, 17(1), 54–60.
- [8] Tamunaidu, P., & Saka, S. (2011). Chemical characterization of various parts of nipa palm (Nypa fruticans). *Industrial Crops and Products*, 34(3), 1423–1428. doi: 10.1016/j.indcrop.2011.04.020
- [9] Viena, V., Elvitriana, & Nizar, M. (2019). Characterization of Activated Carbon Prepared from Banana Peels: Effect of Chemical Activators on the Adsorption of Gas Emissions. *Journal of Physics: Conference Series*, 1232(1). doi: 10.1088/1742-6596/1232/1/012005
- [10] Thuan, T. Van, Thi, B., Quynh, P., Duy, T., & Thanh, V. T. (2017). Response surface methodology approach for optimization of Cu^{2+} , Ni^{2+} and Pb^{2+} adsorption using KOH-activated carbon from banana peel. *Surfaces and Interfaces*, 6, 209–217. doi: 10.1016/j.surfin.2016.10.007
- [11] Jubilate, F., Zaharah, T. A., & Syahbanu, I. (2016). Pengaruh Aktivasi Arang dari Limbah Kulit Pisang Kepok Sebagai Adsorben Besi (II) pada Air Tanah. *JKK*, 5(4), 14–21.
- [12] Mongkito, V. H. R., Anas, M., & Bahar, W. P. (2019). Investigating The Effects of Activation Temperature on The Crystal Structure of Activated Charcoal From Palm Bunches (Arengga Pinnata Merr.). *Indonesian Review of Physics*, 2(1), 15–21. doi: 10.12928/irip.v2i1.818.
- [13] Muniandy, L., Adam, F., Mohamed, A. R., & Ng, E. P. (2014). The synthesis and characterization of high purity mixed microporous/mesoporous activated carbon from rice husk using chemical activation with NaOH and KOH. *Microporous and Mesoporous Materials*, 197, 316–323. doi: 10.1016/j.micromeso.2014.06.020
- [14] Syahrir, I., Samosir, D., Destarini, N. A., & Bariah. (2020). Pemanfaatan Limbah Batang Pisang (*Musa paradisiaca* L) sebagai Arang Aktif melalui Proses Aktivasi Menggunakan Aktivator NaOH. *Prosiding 4th Seminar Nasional Penelitian & Pengabdian Kepada Masyarakat*, 54–59. Retrieved from <http://jurnal.poliupg.ac.id/index.php/snp2m/article/view/2459>
- [15] Safariyanti, S. J., Rahmalia, W., & Shofiyani, A. (2018). Sintesis dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Tempurung Buah Nipah (Nypa fruticans) Menggunakan Aktivator Asam Klorida. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 7(2), 41–46. Retrieved from <https://jurnal.untan.ac.id/index.php/jkkmipa/article/view/25130>.
- [16] Adowei, P., Abia, A., & Spiff, A. (2015). Physicochemical Characteristics of Biocarbons obtained from Nipa Palm (Nypa Fruticans Wurm) Leaves. *Research Journal of Chemical Sciences*, 5(1), 18–26.
- [17] Yuwita, P. E., Mas'udah, K. W., Sunaryono, & Taufiq, A. (2020). Investigation of carbon phase structure of corncob charcoal powder. *AIP Conference Proceedings*, 2231(April). doi: 10.1063/5.0002451
- [18] Wijaya, D. R. P., Martono, Y., & Riyanto, C. A. (2018). Synthesis and Characterization of Nano Activated Carbon Tea Waste (*Camellia sinensis* L .) Viewed from the Content and Ratio of Orthophosphoric Acid. *IJCR-Indonesian Journal of Chemical Research*, 3(2), 12–21. doi: 10.20885/ijcr.vol3.iss2.art2

Research Article

Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses

Analisis Risiko Kemungkinan Penggunaan CNG di Bus Trans Jogja

Perwitasari^{1*}), Heni Anggorowati¹⁾, Yusmardhany Yusuf¹⁾

¹⁾Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Yogyakarta, Chemical Engineering,
Indonesia

*correspondence email: perwitasari@upnyk.ac.id

Received: 17 November 2021;

Revised: 23 February 2022;

Accepted: 25 February 2022;

doi: [10.25273/cheesa.v5i1.10824.28-39](https://doi.org/10.25273/cheesa.v5i1.10824.28-39)

Abstract

One of the issues in urban areas such as DI Yogyakarta province is air pollution. The pollution level is high, as shown by the quality index value of about 85.25 in 2019. Vehicle emissions are the most significant source of this pollution in urban areas and can be decreased by using fuel with minimum carbon emission. Compressed Natural Gas (CNG) is an environmentally friendly fuel. However, a safety study is required because CNG is stored under high pressure. Therefore, this research aims to analyze the risk of using CNG in the Trans Jogja bus. The research method collects secondary data and then processes them using FTA, ETA, ALOHA software, and a risk matrix. The result shows that the risk value for CNG usage in the Trans Jogja bus is low to a moderate level or acceptable.

Keywords: CNG; ETA; FTA; risk matrix; Trans Jogja

Abstrak

Polusi udara menjadi salah satu permasalahan di daerah perkotaan seperti di provinsi DI Yogyakarta. Tingkat polusi di DIY cukup tinggi yang ditunjukkan dari nilai indeks kualitas udara sebesar 85,25 pada tahun 2019. Penyumbang terbesar dari polusi udara di perkotaan adalah kendaraan bermotor. Oleh karena itu polusi udara dapat diturunkan dengan menggunakan bahan bakar yang rendah emisi karbon. Compressed Natural Gas (CNG) adalah bahan bakar yang ramah lingkungan. CNG disimpan dalam tekanan tinggi, maka kajian keselamatan ketika menggunakan CNG perlu dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisa resiko apabila CNG digunakan pada bus Trans Jogja. Metode penelitian dilakukan dengan mengumpulkan data-data sekunder kemudian mengolahnya menggunakan FTA, ETA, ALOHA software dan matriks resiko. Berdasarkan hasil analisa, nilai resiko dari penggunaan CNG pada bus Trans Jogja berada di tingkat rendah hingga sedang atau dapat diterima.

Kata kunci: CNG; ETA; FTA; matriks resiko; Trans Jogja

1. Introduction

Air pollution has become one of the environmental issues in urban areas. The source of the pollution comes from the combustion process of industries, vehicles, and waste. DI Yogyakarta, one of the provinces in Indonesia with a population of about 3,842,932 people in 2019 [1], has an air quality index (AQI) of 85.25, below the minimum target of 87.73 [2]. The cause for insufficient air quality is pollution from the fuel combustion of vehicles. The number of vehicles in 2019 was 1,575,074 units, according to data from the Department of Transportation [3]. This figure will be increased as the population of DI Yogyakarta grows. Therefore, a clean transportation system with minimum CO₂ and pollutant emissions is needed. The alternative solution is to use Compressed Natural Gas (CNG) as fuel, which is considered the solution for fossil fuel substitution. This is because of its several advantages, such as showing great promise in reducing emissions [4], low maintenance costs [5], its inherent clean nature of combustion [6], ready availability, and low fuel cost [7].

CNG was first introduced in the late nineties as an alternative to mineral oil. It contains methane as the main component, ethane, propane, butane, pentane, and other gas impurities [8]. It is made by compressing methane at 18-20 Mega Pascal (MPa) pressure and then stored in a metallic or composite cylinder tube at a 200–250 bar [9]. The design and testing pressure are usually 30 MPa, the tube does not explode at less than 46 MPa, and the working pressure is 20 MPa [10]. CNG's physical properties provide some benefits over gasoline and diesel fuel, such as 120 to 130 octane/cetane number, 47.5 MJ/kg Lower Heating Value (LHV), 0.41 m/s flame

propagation speed, and 24.6 MJ/m³ combustion energy [11].

In Indonesia, CNG was first introduced as the fuel for Trans Jakarta BRT (Bus Rapid Transit) in 2005. Trans Jakarta BRT had 373 CNG buses in 2017, and based on the former research, the amount will increase to 800 in 2021[12]. Therefore, the possibility of using CNG as fuel in Trans Jogja can be the solution for increasing the air quality in DI Yogyakarta. However, attention should be paid to CNG use as fuel, especially in the safety aspect. For example, 55 road accidents related to vehicles in Pakistan from 2008 to 2014 caused over 250 casualties [13].

Buses using compressed natural gas (CNG) should have their cylinder tanks inspected for fire hazards during operation. This is because a large quantity of mechanical and chemical energy is stored in the tanks. Theoretically, the pneumatic burst of a 130-liter tank at a pressure of 200 bar releases an energy equivalent to the detonation of about 1.85 kg of TNT (8.7 MJ) [14]. The other causes of fire or ignition sources are engine compartment and exhaust system, hydraulic system, turbocharger, electrical system short circuits, operator error (brake or tire fire), mechanical (road accident), low voltage battery, heaters, garages, interior, etc. [15]. Methods for determining the cause of fires include fault and event tree analyses.

Fault Tree Analysis (FTA) is commonly used to identify the failures within certain systems [16]. Also, it can be used to determine the causes of previous accidents. FTA is a combination of qualitative and quantitative methods. The root cause of the main event and the probability of its occurrences can be discovered using the logical relationship. In contrast, Event Tree Analysis (ETA) is a

Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses

constructive and modeling way of detecting and analyzing the different events of pragmatic accident possibilities with safety features. In addition, it shows the sequences of events related to success or failure. ETA is a quantitative method for analyzing the possible outcomes of the event in FTA. The probability of the sequences of events following a primary incident can be calculated using this method [17].

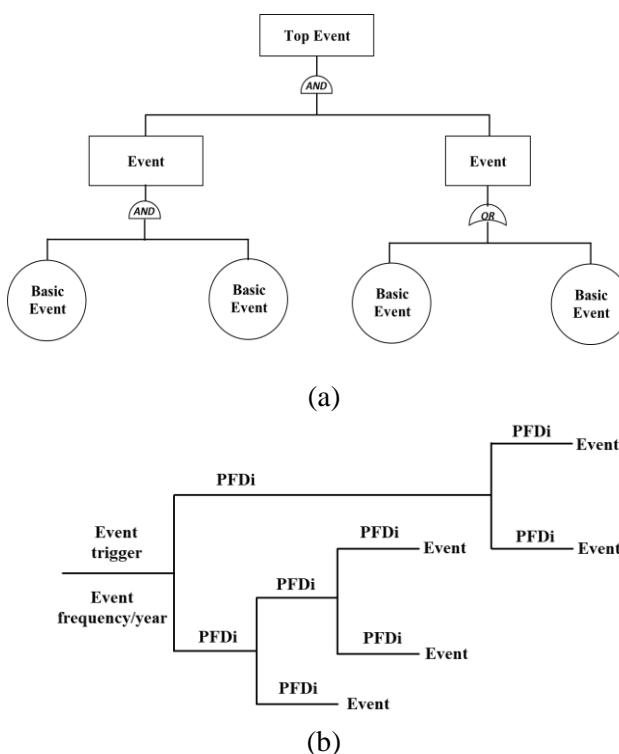


Figure 1. FTA (a) and ETA Diagram (b) [18]

Further research into the risk of CNG buses in DI Yogyakarta is required to avoid the same accident as Trans Jakarta. Using FTA, ETA, and risk matrix, the risk rank for the probability of fire appearing in CNG bus during operation can be analyzed. This research will use Trans Jogja routes in Sleman District, which has heavy traffic and many accidents.

2. Materials and Methods

2.1. Materials

The research needs secondary data to be simulated to achieve its goal. These include the traffic accident data from 2016 until 2020 in Sleman District from Sleman District Police Station, the data of vehicles that pass through the entrance of Yogyakarta per day from May 6 to 21, 2021, from the Department of Transportation D.I. Yogyakarta, properties of CNG, CNG buses system from HINO's CNG buses, and weather data from Indonesian Agency for Meteorological, Climatological, and Geophysics.

2.2. Methods

2.2.1. Determination of Accident Frequency

Using accident data from Sleman Resort Police, the accident frequency of buses was calculated. The steps are shown in equation (1).

$$\text{Frequency } (f_0) = \frac{x}{s}(1)$$

Where x is the amount of accidents and s is the number of vehicles that pass through the street.

2.2.2. Consequences Analysis

The analysis started by deciding the event scenarios from historical accident data for vehicles with CNG fuel. The second step was using FTA and ETA to determine the probability and frequency of consequences. Finally, the severity of each consequence was analyzed using qualitative and quantitative methods, and ALOHA software was used as a quantitative method.

2.2.3. Risk Analysis

Risk analysis combines the frequency and the likelihood of the incident occurring and the severity value of the possible consequences [19].

Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses

The condition and the likelihood can be seen in Table 2, where the value is from 1 to 5, with the highest value for the most incident occurring per year. While Table 3 shows the condition and the severity from 1 to 5, with the highest value for the catastrophic damage such as fatality or multiple fatalities.

The value obtained from multiplying the likelihood with the severity is read in Table 1 as risk rank. The risk category in Table 1 are ranked 1 to 2, 3 to 8, 9 to 15, and 16 to 25 for low, moderate, medium, and high risk [19].

Table 1. Risk Matrix [19]

MICOPERI RISK MATRIX		PROBABILITY					
		1	2	3	4	5	
		Very Unlikely	Unlikely	Possible	Likely	Frequent	
SEVERITY	1	Minor	1	2	3	4	5
	2	Moderate	2	4	6	8	10
	3	Significant	3	6	9	12	15
	4	Serious	4	8	12	16	20
	5	Catastrophic	5	10	15	20	25

Table 2. The Category of Frequency (Likelihood) [19]

LIKELIHOOD		
Rank	Description	Probability
1	Very Unlikely: Could only occur under a freak combination of factors	< 10^{-5}
2	Unlikely: May occur only in exceptional circumstances	$10^{-5} - 10^{-4}$
3	Possible: Could occur in some time	$10^{-4} - 10^{-2}$
4	Likely: Would not require extraordinary factors to occur at some time	$10^{-2} - 10^{-1}$
5	Frequent: Almost certain to happen if conditions remain unchanged	$10^{-1} - 1$

Table 3. The Category of Severity [19]

SEVERITY		
Rank	Severity	Description
1	Trivial	Minor injury / no internal disruption
2	Minor	Injury which requires medical attention/minor internal disruption
3	Lost Time	Potentially life-threatening injury causing temporary disability and requiring medevac/disruption possibly requiring corrective action
4	Major	Major life-threatening injury or causing permanent disability /incomplete recovery/pollution with significant impact/very serious disruption which may cause performance degraded
5	Fatal	Fatality or multiple fatalities or multiple life-threatening injuries causing permanent disabilities/total loss

Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses

2.2.4. Simulation Procedure

This research procedure was conducted using several steps seen in Figure 1.

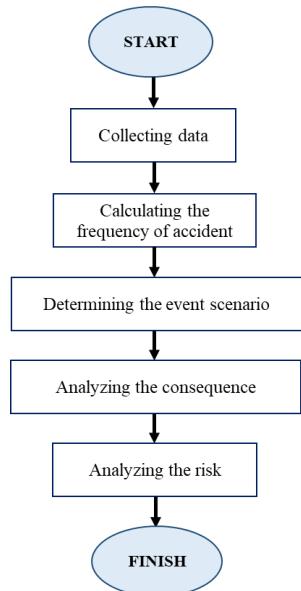


Figure 1. The Research Diagram

3. Results and Discussion

3.1. Accident Frequency

Table 4 provides data for the amount of accidents in the Sleman district in the

scope of Trans Jogja routes. The data was obtained from the traffic accident from 2016 until 2020 from Sleman District Police Station. Whereas Table 5 provides the number of vehicles that pass through the Sleman district, assuming there are no extra from the outside area. The data was obtained from vehicles that pass through the entrance of Yogyakarta per day from May 6 to 21, 2021, from the Department of Transportation D.I. Yogyakarta. It is for the location with the accident amount of more than once per year.

Tables 4 and 5 can calculate the frequency of accidents in both streets. The frequency of accidents in Jogja-Solo and Wates Street is 1.04×10^{-6} and 0.623×10^{-6} per year.

Based on the calculation above, Jogja-Solo street has a higher accident frequency than Wates street. Therefore, Jogja-Solo street will be used as the sample street for further analysis.

Table 4. The Traffic Accident Data for Bus in Sleman District from 2016 until 2020

Location	The Accident Amount per year					The Average Amount per year
	2016	2017	2018	2019	2020	
Jogja- Solo Street	6	8	2	4	1	4
Laksda Adisucipto Street	1	1	2	0	0	1
Wates Street	5	1	4	2	1	3
Kaliurang Street	0	1	0	1	0	0
Senturan Raya Street	0	0	1	0	1	0
Padjajaran Street	0	0	0	1	0	0
Janti Street	0	0	1	0	0	0

Table 5. The Data of Vehicles that Pass Through per day

Location	The Average Vehicles that Pass Through	
	(Vehicles per month)	(Vehicles per year)
Jogja-Solo Street	318,987	3,827,844
Wates Street	402,149	4,825,788

Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses

3.2. Consequence Analysis

3.2.1. Determination of Event Frequency

The two scenarios, with fire and explosion, will be investigated. The first scenario was CNG release from a cylinder tube because of an accident and overpressure.

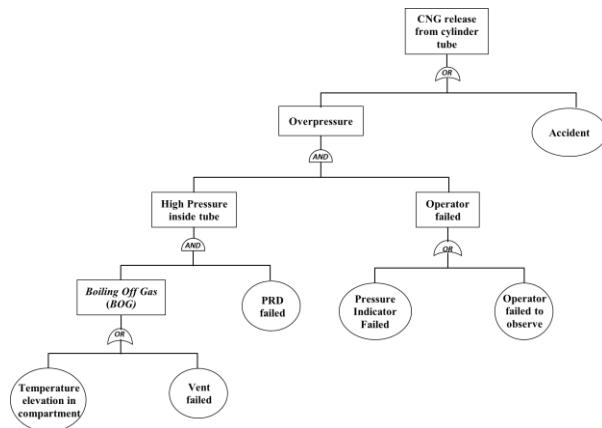


Figure 2. FTA for CNG release from cylinder tube scenario

Table 6. Frequency of Event

Code	Event	Frequency of Event (per year)
A1	Temperature elevation in compartment	1×10^{-6} [20]
A2	Vent valve failed to open	1.14×10^{-3} [20]
A3	Safety valve failed or PRD failed	3.5×10^{-3} [21]
A4	Pressure Indicator Failed	1.24×10^{-2} [20]
A5	Operator failed to observe	0.1 [22]
B1	Accident in Jogja-Solo Street	1.04×10^{-6} (the data from Sleman District Police Station)
SS1	Boiling Off Gas (BOG)	
SS2	High pressure inside tube	
SS3	Operator failed	
SS4	Overpressure	

The probability of the top event can be calculated from the frequency values given to the basic events, as follows:

Boiling Off Gas (BOG)

$$\begin{aligned}
 P(SS1) &= P(A1 \cup A2) \\
 &= P(A1) + P(A2) - P(A1 \cap A2) \\
 &= 1 \times 10^{-6} + 1.14 \times 10^{-3} - (1 \times 10^{-6} \times \\
 &\quad 1.14 \times 10^{-3}) \\
 &= 0.001141 = 1.141 \times 10^{-3}
 \end{aligned}$$

High pressure inside tube

$$\begin{aligned}
 P(SS2) &= P(SS1 \cap A3) \\
 &= 1.141 \times 10^{-3} \times 3.5 \times 10^{-3} \\
 &= 0.00000399 = 3.99 \times 10^{-6}
 \end{aligned}$$

Operator failed

$$\begin{aligned}
 P(SS3) &= P(A4 \cup A5) \\
 &= P(A4) + P(A5) - P(A4 \cap A5) \\
 &= 1.24 \times 10^{-2} + 0.1 - (1.24 \times 10^{-2} \times \\
 &\quad 0.1) \\
 &= 0.11116 = 1.112 \times 10^{-1}
 \end{aligned}$$

Overpressure

$$\begin{aligned}
 P(SS4) &= P(SS2 \cap SS3) \\
 &= 3.99 \times 10^{-6} \times 1.112 \times 10^{-1} \\
 &= 0.00000044368 = 4.437 \times 10^{-7}
 \end{aligned}$$

Thus, the probability of the top event is,

$$\begin{aligned}
 P(\text{Top Event}) &= P(SS4 \cup B1) \\
 &= P(SS4) + P(B1) - P(SS4 \cap \\
 &\quad B1) \\
 &= 4.437 \times 10^{-7} + 1.04 \times 10^{-6} - \\
 &\quad (4.437 \times 10^{-7} \times 1.04 \times 10^{-6}) \\
 &= 1.484 \times 10^{-6}
 \end{aligned}$$

Based on the calculation above, the frequency for scenario 1 was 1.484×10^{-6} events per year. Thus value was close to Berghmans and Vanierschot's research, where the probability of leaks in enclosed

Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses

car parking buildings was 1.68×10^{-6} events per year [23].

The second was an oil spill in the hot component around the engine because of turbocharger failure and a leak in a hydraulic system.

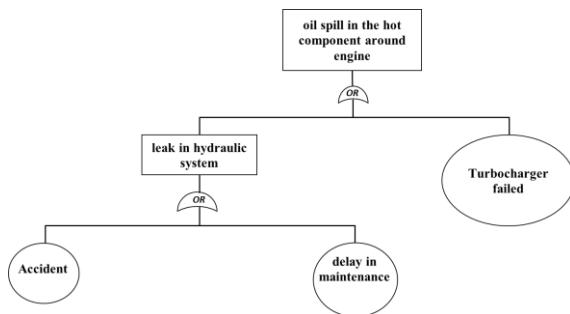


Figure 3. FTA for the oil spill in the hot component around the engine scenario

Table 7. Frequency of Event

Code	Event	Frequency of Event (per year)
A1	Accident in Jogja-Solo Street	1.04×10^{-6} (the data from Sleman District Police Station)
A2	Delay in maintenance because of human error	4×10^{-2} [21]
A3	Turbocharger Failed	6.7×10^{-2} [24]
SS1	Leak in hydraulic system	

Based on data in Table 7, the probability of the top event can be calculated as follows:

Leak in hydraulic system

$$\begin{aligned}
 P(\text{SS1}) &= P(A1 \cup A2) \\
 &= P(A1) + P(A2) - P(A1 \cap A2) \\
 &= 1.04 \times 10^{-6} + 4 \times 10^{-2} - (1.04 \times 10^{-6} \times 4 \times 10^{-2}) \\
 &= 0.0400009984 = 4 \times 10^{-6}
 \end{aligned}$$

The probability of oil spill in the hot component around engine is,

$$\begin{aligned}
 P(\text{Top Event}) &= P(\text{SS1} \cup \text{A3}) \\
 &= P(\text{SS1}) + P(\text{A3}) - P(\text{SS1} \cap \text{A3}) \\
 &= 4 \times 10^{-2} + 6.7 \times 10^{-2} - (4 \times 10^{-2} \times 6.7 \times 10^{-2}) \\
 &= 0.10432 = 1.043 \times 10^{-1}
 \end{aligned}$$

Based on the calculation above, the frequency for scenario 2 was 1.043×10^{-1} event per year. The frequency was high, appropriate with the data of bus fires in New South Wales in 2018, where the cause of the fire and thermal incidents was 33 percent from fluid leakage [25].

3.2.2. Determination of Probability and Frequency of Consequences

The probability of consequence in each scenario was calculated using ETA. For example, Figure 4 is the ETA diagram for scenario 1.

The probability data that delayed ignition for continuous gas release and explosion based on Bevi [26] were 0.2, 0.8, and 0.4. At the same time, the probability of fireball and delayed ignition for spontaneous gas release based on research from Ko and Kim were 0.25 and 0.9 [27]. Therefore, the total value of P and P* should be one. Figure 5 is the ETA diagram for scenario 2. The value of probability in the diagram, based on The Purple Book, was 0.065 for direct ignition, 0.065 for delayed ignition, and 0.1 for vapor cloud explosion [28].

Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses

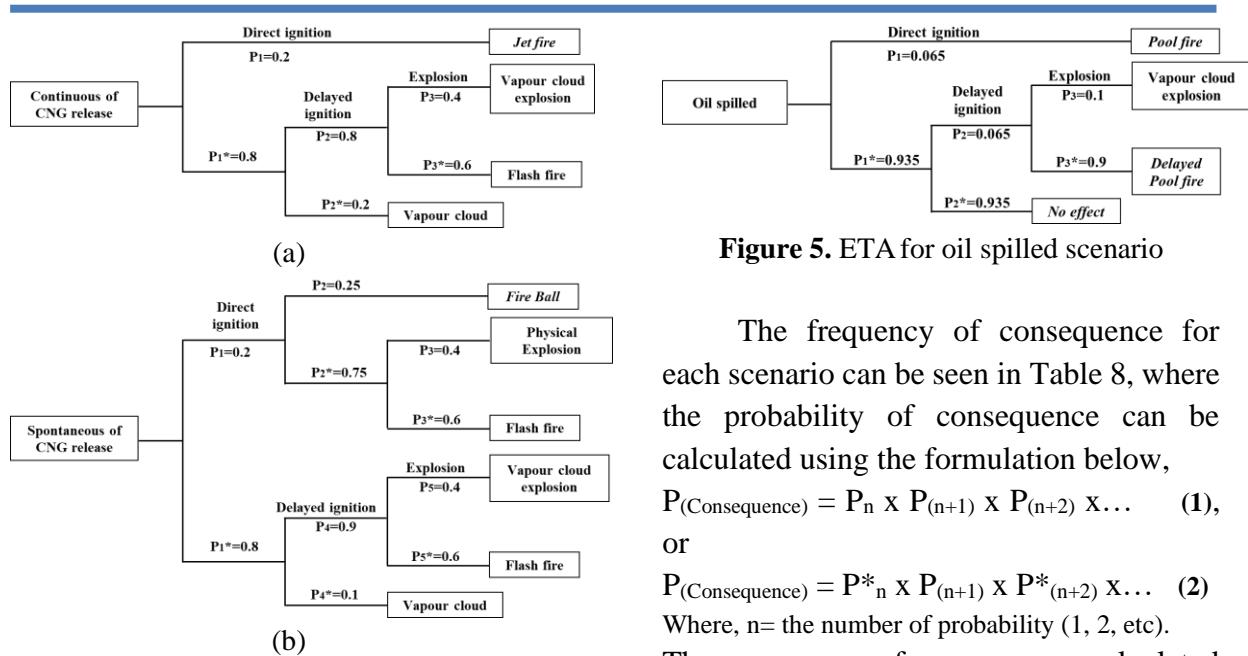


Figure 4. ETA for Continuous CNG release (a) and Spontaneous CNG release (b) scenarios

Figure 5. ETA for oil spilled scenario

The frequency of consequence for each scenario can be seen in Table 8, where the probability of consequence can be calculated using the formulation below,

$$P_{(\text{Consequence})} = P_n \times P_{(n+1)} \times P_{(n+2)} \times \dots \quad (1)$$

or

$$P_{(\text{Consequence})} = P_{n}^{*} \times P_{(n+1)} \times P_{(n+2)}^{*} \times \dots \quad (2)$$

Where, n= the number of probability (1, 2, etc).

The consequence frequency was calculated by multiplying the value of the event frequency with the probability of consequence.

Table 8. The Frequency of Consequence for each scenario

Scenario	Consequence	Frequency of event (per year)	Probability of consequence	Frequency of consequence (per year)
Continuous of CNG release	Jet fire	1.484 x 10 ⁻⁶	0.2	2.968 x 10 ⁻⁷
	Vapour cloud explosion	1.484 x 10 ⁻⁶	0.256	3.799 x 10 ⁻⁷
	Flash fire	1.484 x 10 ⁻⁶	0.384	5.699 x 10 ⁻⁷
	Vapour cloud	1.484 x 10 ⁻⁶	0.16	2.374 x 10 ⁻⁷
Spontaneous of CNG release	Fire ball	1.484 x 10 ⁻⁶	0.05	0.742 x 10 ⁻⁷
	Physical Explosion	1.484 x 10 ⁻⁶	0.06	0.890 x 10 ⁻⁷
	Flash fire	1.484 x 10 ⁻⁶	0.09	1.336 x 10 ⁻⁷
	Vapour cloud explosion	1.484 x 10 ⁻⁶	0.288	4.274 x 10 ⁻⁷
	Flash fire	1.484 x 10 ⁻⁶	0.432	6.411 x 10 ⁻⁷
Oil spilled	Vapour cloud	1.484 x 10 ⁻⁶	0.08	1.187 x 10 ⁻⁷
	Pool fire	1.043 x 10 ⁻¹	0.065	6.779 x 10 ⁻³
	Vapour cloud explosion	1.043 x 10 ⁻¹	0.0068	0.709 x 10 ⁻³
	Delayed pool fire	1.043 x 10 ⁻¹	0.0547	5.705 x 10 ⁻³
	No effect	1.043 x 10 ⁻¹	0.874	9.116 x 10 ⁻²

From Table 8, the frequency of consequence for continuous CNG release was close to that of spontaneous. The societal risk assessment unloading of CNG receiving terminal stated that the frequency of consequence ranged from 10^{-6} to 10^{-8} per year [29].

3.2.3. Determination of the Severity of Consequences

The severity of consequence was determined in qualitative and quantitative using ALOHA software. Furthermore, the severity of the jet fire and flash fire was assumed similar. The data used in the calculation were 0.5 inches for the diameter

Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses

of leakage, 8.9408 meters/second for wind speed, 72% for relative humidity, 80 liters for CNG tube volume, and 60 seconds for burn duration.

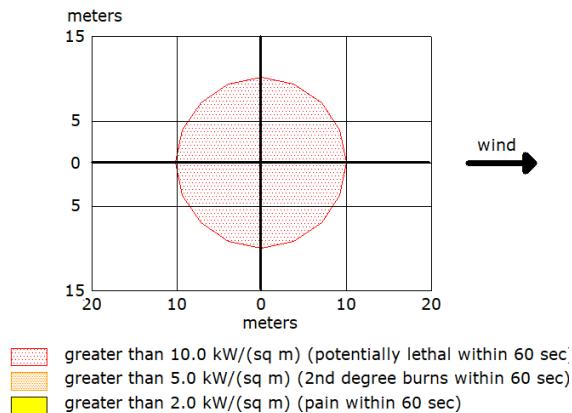


Figure 6. Threat Zone for Heat Flux Radiation of Jet fire and Flash Fire

Figure 6 shows that the severity of heat flux radiation from jet fire and flash fire is third-degree burns for fewer than 10 meters. The severity of the burn can lead to fatality, therefore, the value for both consequences is 5 [19]. Perwitasari et al. stated that 14.8706 kW/m^2 heat flux radiation in the distance from 1 to 8.8 meters can cause third-degree burns of more than 50% and may lead to death [30].

Based on Figure 7, the severity of heat flux radiation from the fireball is third-degree burns for a distance of fewer than 35 meters, with a value of 5 [19]. However, the radius distance was large, and operating the CNG bus on a busy road could be dangerous.

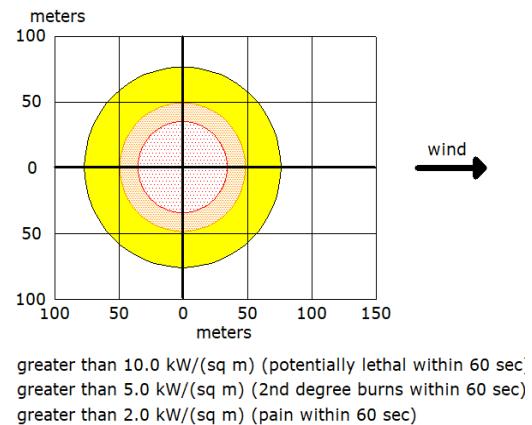


Figure 7. Threat Zone for Heat Flux Radiation of Fire Ball

According to Figure 8, there are consequences for overpressure that can cause shattered glass around the source for distances less than 18 meters. Therefore, the severity value for vapor cloud explosion is 4 [19]. This can also be used for the severity of a physical explosion.

Perwitasari et al. stated that overpressure for a radius less than 10 meters was 1566.439 kPa or 15.459 atm. It can give 100% minor and major damages, leading to a building's collapse [30].

The severity value for the consequences in the oil spilled scenario is 2. Thus cause the amount of oil that spilt was small so the fire that occurred was not big.

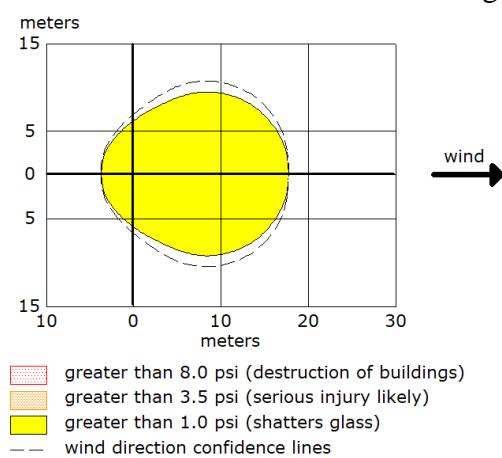


Figure 8. Threat Zone for Overpressure of Vapour Cloud Explosion

Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses

3.3. Risk Analysis

Risk analysis was conducted using a 5x5 matrix. As a result, the resume for the frequency (likelihood) and the severity of consequence in each scenario can be seen in

Table 9. Based on Table 9, the risk rank for each incident on CNG buses was in moderate or acceptable risk rank [19].

Table 9. The Frequency and The Severity of Consequence for each scenario

Scenario	Consequence	Frequency of consequence (per year)	Likelihood	Severity	Risk Rank
Continuous CNG release	Jet fire	2.968×10^{-7}	1	5	5
	Vapour cloud explosion	3.799×10^{-7}	1	4	4
	Flashfire	5.699×10^{-7}	1	5	5
	Vapor cloud	2.374×10^{-7}	1	3	3
	Physical Explosion	0.742×10^{-7}	1	4	4
Spontaneous CNG release	Flashfire	0.890×10^{-7}	1	5	5
	Vapour cloud explosion	1.336×10^{-7}	1	4	4
	Flashfire	4.274×10^{-7}	1	5	5
	Vapor cloud	6.411×10^{-7}	1	3	3
	Physical Explosion	1.187×10^{-7}	1	4	4
Oil spilled	Pool fire	6.779×10^{-3}	3	2	6
	Vapour cloud explosion	0.709×10^{-3}	3	2	6
	Delayed pool fire	5.705×10^{-3}	3	2	6
	No effect	9.116×10^{-2}	5	1	5

4. Conclusion

The risk rank for CNG release from the cylinder tube and oil spilled in the hot component around the engine was below 6. It means that the risk was acceptable or can

be tolerated. Therefore, using CNG as a substitute for diesel fuel in the Trans Jogja bus can reduce the pollution in DI Yogyakarta.

References

- [1] Anonim. (2021). Jumlah Penduduk menurut Kabupaten/Kota di D.I. Yogyakarta (Jiwa), 2018-2020. *Badan Pusat Statistik Provinsi D.I. Yogyakarta*. Retrieved October 31, 2021, from <https://yogyakarta.bps.go.id/indicator/12/133/1/jumlah-penduduk-menurut-kabupaten-kota-di-d-i-yogyakarta-.html>
- [2] Purnomo, H. H. (2021). *Laporan IKLH 2020-Indeks Kualitas Lingkungan Hidup*. Yogyakarta: Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan DIY. Retrieved from <http://dlhk.jogjaprov.go.id/storage/files/LAP IKLH 2020 edit 13 April 2021.pdf>
- [3] Rayanto, T. A. (2020). *Transportasi dalam Angka 2020*. Yogyakarta: Dinas Perhubungan Daerah Istimewa Yogyakarta. Retrieved from <http://dishub.jogjaprov.go.id/files/114/Transportasi-Dalam-Angka/167/Transportasi-Dalam-Angka-2020.pdf>
- [4] Yusaf, T., Baker, P., Hamawand, I., & Noor, M. M. (2013). Effect Of Compressed Natural Gas Mixing On The Engine Performance And Emissions. *International Journal of Automotive and Mechanical Engineering (IJAME)*, 8(2), 1416–1429. Retrieved from https://www.researchgate.net/publication/260855832_Effect_of_compressed_natural_gas_mixing_on_the_engine_performance_and_emissions
- [5] Muhamar, Y., Mahendra, M., & Kartohardjono, S. (2015). Simulation of ignition delay time of compressed natural gas combustion. *International Journal of Automotive and Mechanical Engineering (IJAME)*, 12(2), 3124–3140. doi: 10.15282/ijame.12.2015.25.0260

Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses

-
- [6] Aslam, M. U., Masjuki, H. H., Kalam, M. A., Abdesselam, H., Mahlia, T. M. I., & Amalina, M. A. (2006). An experimental investigation of CNG as an alternative fuel for a retrofitted gasoline vehicle. *Fuel*, 85(2), 717–724. doi: 10.1016/j.fuel.2005.09.004
 - [7] Khan, M. I., Yasmeen, T., Khan, M. I., Farooq, M., & Wakeel, M. (2016). Research progress in the development of natural gas as fuel for road vehicles : A bibliographic review (1991 – 2016). *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 66, 702–741. doi: 10.1016/j.rser.2016.08.041
 - [8] Holton, M. M., Gokulakrishnan, P., Klassen, M. S., Roby, R. J., & Jackson, G. S. (2010). Autoignition Delay Time Measurements of Methane , Ethane , and Propane Pure Fuels and Methane-Based Fuel Blends. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, 132(2), 1–9. doi: 10.1115/1.4000590
 - [9] Zulaiyah, L., Mardhiyya, A., & Waluyo, M. R. (2018). Analisis Efisiensi Penggunaan Bahan Bakar Gas “Compressed Natural Gas” (CNG) dan Perhitungan Portable (Mobile Refueling Unit) untuk Sektor Angkutan Kota di Pondok Labu Jakarta Selatan. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian & Pengabdian pada Masyarakat*, 1–4.
 - [10] Milojevic, S., & Pesic, R. (2012). Theoretical and experimental analysis of a CNG cylinder rack connection to a bus roof. *International Journal of Automotive Technology*, 13(3), 497–503. doi: 10.1007/s12239
 - [11] Khan, M. I., Yasmin, T., & Shakoor, A. (2015). Technical overview of compressed natural gas (CNG) as a transportation fuel. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 51, 785–797. doi: 10.1016/j.rser.2015.06.053
 - [12] Budisatriyo, C. A., Agustiawan, H., & Aritonang, S. (2018). Meningkatkan penggunaan compressed natural gas sebagai bahan bakar angkutan umum jakarta increasing the use of compressed natural gas as public transportation fuel in jakarta. *Jurnal Ketahanan Energi*, 4(1), 1–25.
 - [13] Khan, M. I., Yasmin, T., & Khan, N. B. (2015). Safety issues associated with the use and operation of natural gas vehicles : learning from accidents in Pakistan. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 1–17. doi: 10.1007/s40430-015-0410-9
 - [14] Perrette, L., & Wiedemann, H. K. (2007). Safe Storage of Natural Gas on Urban Buses : Case Early Investigation and Learnings. *SAE Technical Paper Series*, 1–11.
 - [15] Milojević, S., Pešić, R., & Taranović, D. (2016). Fire Safety of CNG Buses - Proper Experiences. *International Congress Motor Vehicles & Motors 2016*, 97–106.
 - [16] Aulady, M. F. N., Nuciferani, F. T., & Wicaksono, S. B. (2018). Application of Failure Mode Effects Analysis (FMEA) Method and Fault Tree Analysis (FTA) Towards Health and Occupational Safety on Jetty Project, Gresik, Indonesia. *Journal of Advanced Civil and Environmental Engineering*, 1(2), 100–108. doi: 10.30659/jacee.1.2.100-108
 - [17] Raiyan, A., Das, S., & Islam, M. R. (2017). Event Tree Analysis of Marine Accidents in Bangladesh. *Procedia Engineering*, 194, 276–283. doi: 10.1016/j.proeng.2017.08.146
 - [18] Hendershot, D. C., Dunbobbin, B. R., Silowka, W., Mundt, A. G., Tilton, W., Freiheiter, F., ... Crowl, D. A. (2000). *Guidelines for chemical process quantitative risk analysis* (second.). New York: Center for Chemical Process Safety (CCPS) of the American Institute of Chemical Engineers.
 - [19] Putra, B. R. (2016). *Analisa Potensi Bahaya Pada Proses Bongkar LPG di Terminal LPG Semarang*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
 - [20] Shor, S. W. W., Booth, L. E., Finocchi, A. J., Rahmani, H., Gangloff, W. C., Allen, R. E., ... Sherr, S. I. (1986). *Reliability Data for Pump and Drivers, Valve Actuators and Valves, Std 500-1984*. New York: The Institute of Electrical and Electronics Engineers Inc.
 - [21] Mannan, S. (2014). *Lees' Process Safety Essentials: Hazard Identification, Assessment and Control* (First.). Oxford: Elsevier Inc. doi: 10.1016/C2009-0-20231-5
 - [22] Anonim. (2012). *Failure Rate and Event Data for use within Risk Assessments. Health & Safety Executive Offshore Safety Division*. HSE - U.K. Health and Safety Executive.
 - [23] Berghmans, J., & Vanierschot, M. (2014). Safety aspects of CNG cars. *Procedia Engineering*, 84(2), 33–46. doi: 10.1016/j.proeng.2014.10.407
 - [24] Anonim. (2021). *Turbocharger damage*. Retrieved July 11, 2021, from <https://www.gard.no/web/updates/content/52640/turbocharger-damage>
-

Risk Analysis Related to the Possibility of Using CNG in Trans Jogja Buses

- [25] Team, O. (2018). *Bus Safety Report: Bus Fires in New South Wales in 2014*. Sydney: The Office of Transport Safety Investigations. Retrieved from www.otsi.nsw.gov.au
- [26] Anonim. (2009). *Reference Manual Bevi Risk Assessments Version 3.2*. Bilthoven: National Institute of Public Health and the Environment (RIVM) Centre for External Safety. Retrieved from <https://www.rivm.nl/sites/default/files/2018-11/Reference-Manual-Bevi-Risk-Assessments-version-3-2.pdf>
- [27] Ko, J.-S., & Kim, H. (2004). The Fire Risk Assessment in Compressed Natural Gas Buses and Gas Station. *T. of Korean Institute of Fire Sci. & Eng.*, 18(2), 57–67.
- [28] Haag, P. A. M. U. de, & Ale, B. J. M. (2005). *Guidelines for Quantitative Risk Assessment, The Purple Book* (First.). The National Institute of Public Health and the Environment (RIVM). doi: 10.26634/jfet.6.1.1292
- [29] Fauzi, F. R. (2016). *Penilaian Risiko Sosial Unloading Muatan Pada Terminal Penerima CNG Studi Kasus : Terminal Penerima CNG di Pembangkit Lombok Peaker*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [30] Perwitasari, Anggorowati, H., & Mardian, Y. C. (2021). Analisis Dampak dari Konsekuensi Terbakarnya Bus Berbahan Bakar CNG. In *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Eco-SMART 2021* (pp. 1–8). Surakarta: Program Studi Teknik Kimia UNS. Retrieved from snrk-ecosmart.ft.uns.ac.id

Research Article

Pemanfaatan Lignin Serai Wangi Sebagai Lignin Resorsinol Formaldehida (LRF) Menggunakan Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE)

Utilization of Citronella Lignin as Lignin Resorsinol Formaldehyde (LRF) Using Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE)

Adityas Agung Ramandani^{1a*}, Shintawati^{1a}, Salomo Pranata Aji^{1a}, Sunarsi^{1b}

^{1a)}Politeknik Negeri Lampung, Teknologi Rekayasa Kimia Industri, Indonesia

^{1b)}Politeknik Negeri Lampung, Produksi dan Manajemen Industri Perkebunan, Indonesia

*correspondence email: adityasagungr1212@gmail.ac.id

Received: 03 September 2021;

Revised: 16 May 2022;

Accepted: 17 May 2022;

doi: [10.25273/cheesa.v5i1.10348.40-48](https://doi.org/10.25273/cheesa.v5i1.10348.40-48)

Abstrak

Limbah padat serai wangi mengandung lignin cukup tinggi yang dapat berpotensi untuk dikembangkan menjadi berbagai produk komersial, salah satunya adalah perekat. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan kondisi optimum dalam pembuatan lignin resorsinol formaldehida (LRF) dari limbah serai wangi menggunakan metode *Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction* (UMAE). Rancangan percobaan menggunakan *response surface methodology* (RSM) khususnya *Box-Behnken Design* (BBD). Variabel bebas dalam riset ini adalah volume NaOH (10, 13 dan 16 mL), waktu reaksi (10, 20 dan 30 menit), dan komposisi perekat (4, 6 dan 8 gram). Hasil penelitian menunjukkan perekat lignin LRF yang dihasilkan memenuhi SNI 06-4567-1998 untuk parameter berat jenis, waktu gelatinisasi, dan sisa penguapan. Daya tahan rekat (delaminasi) LRF yang dihasilkan memenuhi standar JAS 1996 yaitu rata-rata 0%. Kondisi optimum pembuatan LRF dicapai pada penambahan NaOH 15,0561 mL, waktu reaksi 20 menit dan massa lignin 4 gram dengan daya tahan rekat (delaminasi) tertinggi yang dihasilkan 1%.

Kata kunci: delaminasi; lignin; LRF; metode ekstraksi; serai wangi

Abstract

Citronella solid waste contains high enough lignin which has the potential to be developed into various commercial products, one of which is adhesives. The purpose of this study was to obtain the optimum conditions for the manufacture of lignin resorsinol formaldehyde (LRF) from citronella waste using the Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE) method. The experimental design uses response surface methodology (RSM), especially Box-Behnken Design (BBD). The independent variables in this study were the volume of NaOH (10, 13 and 16 mL), reaction time (10, 20 and 30 min) and adhesive composition (4, 6 and 8 g). The results showed that the LRF lignin adhesive produced complied with SNI 06-4567-1998 for the parameters of specific gravity, gelatinization time and remaining evaporation. The adhesive resistance (delamination) of LRF produced meets the JAS standard 1996, which is an average of 0%. The optimum conditions for making LRF were achieved with the addition of 15.0561 mL of NaOH, a reaction time of 20 min and a mass of lignin of 4 g with the highest delamination resistance of 1%.

Keywords: citronella; delamination; extraction method; lignin, lignin resorsinol formaldehyde

Pemanfaatan Lignin Serai Wangi Sebagai Ligin Resorsinol Formaldehida (LRF) Menggunakan Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE)

1. Pendahuluan

Serai wangi (*Cymbopogon nardus*) merupakan salah satu tanaman penghasil minyak atsiri yang tersebar hampir di seluruh wilayah Indonesia. Tanaman serai wangi tumbuh baik pada lahan marginal dan tingkat serangan organisme pengganggu tumbuhan (OPT) yang rendah sehingga penanaman dan pemeliharaannya menjadi relatif mudah. Kebutuhan pasar serai wangi meningkat 3-5% per tahun. Amerika Serikat, China, Taiwan, Singapura, Belanda, Jerman, dan Filipina merupakan pengimpor minyak serai wangi asal Indonesia. Oleh sebab itu semakin banyak Indonesia memproduksi minyak atsiri dari serai wangi, maka semakin banyak pula limbah penyulingan yang akan dihasilkan. Untuk mengurangi keberadaan limbah tersebut, salah satu langkah strategis yang perlu dilakukan adalah dengan mengkonversinya menjadi produk yang bernilai ekonomis salah satunya adalah menjadi perekat dengan bantuan metode *Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE)*. Metode ini merupakan gabungan proses ekstraksi antara *Ultrasonic-Assisted Extraction (UAE)* dengan *Microwave-Assisted Extraction (MAE)*.

Ultrasonic-Assisted Extraction (UAE) adalah metode ekstraksi dengan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik yang efektif untuk menghasilkan perpindahan pelarut yang cepat, sehingga menyebabkan perpindahan massa yang lebih tinggi dan waktu ekstraksi yang lebih cepat [1]. Sedangkan *Microwave-Assisted Extraction (MAE)* adalah metode ekstraksi menggunakan radiasi elektromagnetik dengan frekuensi 0,3 - 300 GHz [2]. Metode ekstraksi UMAE ini sesuai dengan perkembangan konsep “*Green Chemistry*” karena mempersingkat waktu proses

ekstraksi, dapat mengeluarkan ekstrak dari matriks tanpa merusak struktur ekstrak, dan lebih sedikit dalam penggunaan pelarut kimia, sehingga biaya pelarut dapat ditekan, serta menghasilkan produk yang aman bagi lingkungan dengan kemurnian yang cukup tinggi. Hal ini ditunjang oleh industri *plywood* karena lignin dapat dimanfaatkan sebagai perekat kayu komposit. Minyak serai wangi secara umum diproduksi dengan metode distilasi uap.

Proses distilasi serai wangi menghasilkan minyak atsiri sebesar 0,5-1,5%, limbah cair (hidrosol) sebesar 8-18%, dan sisanya sebesar 80-90% berupa limbah padat [3]. Saat ini, hidrosol dijual oleh produsen minyak serai limbah ke industri kecantikan/spa maupun *online*. Akan tetapi, limbah padat serai wangi masih cenderung dibuang dan belum termanfaatkan dengan baik. Limbah padat serai wangi seringkali menjadi kendala tersendiri bagi produsen minyak atsiri serai wangi yang memiliki lahan terbatas. Limbah padat serai wangi masih mengandung kadar air dan lignin yang tinggi. Limbah penyulingan serai wangi mengandung *insoluble lignin* yang tinggi sebesar 25–31% [4]. Tingginya kandungan lignin pada limbah padat serai wangi memungkinkan untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku *adhesive*, surfaktan, adsorben, dan sebagainya. Pemanfaatan lignin dari ampas tebu sebagai bahan baku perekat lignin resorsinol formaldehida (LRF) telah dilakukan [5], dengan hasil perbandingan lignin : resorsinol : formaldehida (1:0,9:2) mampu menghasilkan perekat yang memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI).

Saat ini pemanfaatan lignin dari limbah padat distilasi serai wangi belum pernah dilakukan. Oleh sebab itu, pada

Pemanfaatan Lignin Serai Wangi Sebagai Lignin Resorsinol Formaldehida (LRF) Menggunakan Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE)

riset ini dipelajari kondisi optimum dalam pembuatan LRF dari limbah serai wangi menggunakan metode *Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction* (UMAE). Rancangan penelitian menggunakan *Box-Behnken design* dan analisis data menggunakan *response surface methodology* (RSM). RSM merupakan suatu metode statistik untuk rancangan percobaan, optimasi proses dan pemodelan matematik guna memprediksi kuantitas dan kualitas produk yang dihasilkan [6]. RSM meninjau 2 atau lebih variabel proses yang berinteraksi satu dengan yang lain secara simultan [7].

2. Metode Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dalam dua tahap menggunakan *response surface methodology* (RSM) yaitu ekstraksi lignin dari limbah padat serai wangi serta penentuan kondisi optimum produksi perekat resorsinol formaldehida yang disubstitusi lignin limbah serai wangi.

2.1 Alat dan Bahan

Limbah padat serai wangi diperoleh dari Laboratorium Teknologi Rekayasa Kimia Industri, Politeknik Negeri Lampung. Limbah padat dikeringkan hingga kadar air 10%, digiling menggunakan *disk mill* kemudian diayak menggunakan ayakan 40 mesh. Bahan lain yang digunakan adalah formaldehid 37%, NaOH, veneer, dan akuades.

Alat yang digunakan antara lain *ultrasonic bath* (BRANSON), *microwave oven* (SHARP), pH meter (ATC 190012), dan *disk mill* (FFC-15).

2.2 Ekstraksi Lignin dari Limbah Padat Serai Wangi

Sampel limbah penyulingan serai wangi sebanyak 40 gram ditambahkan

akuades sebanyak 250 mL lalu disonikasi dengan *ultrasonic batch* pada suhu 30 °C, frekuensi 40 kHz, selama 10 menit, dan *power ultrasonic batch* sebesar 100%. Sampel yang telah disonikasi diekstraksi dengan *microwave* menggunakan daya sebesar 199,5 W selama 30 menit. Selanjutnya sampel tersebut difiltrasi menggunakan alat *vacuum filtration*. *Cake* yang diperoleh dikeringkan di dalam oven pada temperatur 50 °C selama 24 jam. Residu hasil ekstraksi ditimbang 90 gram lalu ditambahkan NaOH 1% sebanyak 1.350 mL (rasio padat terhadap cair 1:15 (g/mL)) kemudian dipanaskan pada suhu 170 °C di atas *hotplate* selama 1 jam, lalu didinginkan selama 2 jam (suhu dibawah 70°C).

Setelah sampel dingin, dilakukan pemisahan lindi hitam dari bahan serat menggunakan alat filtrasi vakum. Lindi hitam ditambahkan asam sulfat (H₂SO₄) 0,002 M secara perlahan-lahan (1 mL per menit) hingga pH=2. Endapan lignin yang terbentuk didinginkan dalam *freezer* selama sekitar 24 jam. Pengeringan lignin dilakukan dengan pencairan lindi hitam pada suhu kamar lalu disaring hingga didapatkan lignin basah yang selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 45°C selama 24 jam. Lignin yang diperoleh, siap untuk digunakan sebagai bahan baku pembuatan perekat lignin resorsinol formaldehida (LRF). Lignin tersebut selanjutnya diidentifikasi gugus fungsinya menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectrometer* (FTIR) [8]. Sedangkan struktur molekul lignin yang diperoleh diidentifikasi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Pemanfaatan Lignin Serai Wangi Sebagai Lignin Resorsinol Formaldehida (LRF) Menggunakan Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE)

2.3 Pembuatan perekat lignin resorsinol formaldehida (LRF)

Pembuatan bahan perekat lignin resorsinol formaldehida (LRF) dilakukan dengan perbandingan mol lignin (L) : resorsinol (R) : formaldehida (F) = 1 : 0,9 : 2 dengan berat molekul masing-masing 231 : 110,1 : 30,03 g/mol [5]. Variabel bebas pada penelitian ini adalah volume NaOH, waktu reaksi, dan massa lignin. Pada penelitian ini digunakan rancangan *Box Behnken design* dengan variabel respon yang diamati yaitu pH, berat jenis, sisa penguapan, dan waktu gelatinisasi seperti yang terlihat pada Tabel 1. Setelah semua perlakuan selesai dilakukan, perekat lignin resorsinol formaldehida (LRF) diuji berdasarkan SNI 06-4567-1998 dan daya tahan rekatnya (delaminasi). Rancangan percobaan pada pembuatan perekat Lignin Resorsinol Formaldehida (LRF) menggunakan *Box-Behnken Design* (BBD) dengan 3 variabel volume NaOH (10, 13 dan 16 mL), waktu reaksi (10, 20 dan 30 menit) dan massa lignin (4, 6 dan 8 gram) dapat dilihat pada tabel 1.

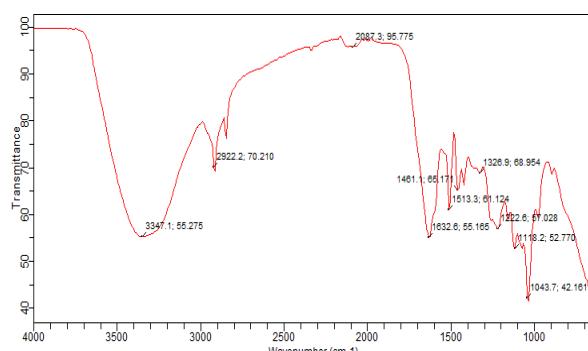
Tabel 1. Rancangan *Box-Behnken Design*

Perlakuan ke-	Volume NaOH (mL) X1	Waktu Reaksi (Menit) X2	Massa Lignin (gram) X3
1	10	10	6
2	16	10	6
3	10	30	6
4	16	30	6
5	10	20	4
6	16	20	4
7	10	20	8
8	16	20	8
9	13	10	4
10	13	30	4
11	13	10	8
12	13	30	8
13	13	20	6
14	13	20	6
15	13	20	6

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Identifikasi Gugus Fungsi Lignin menggunakan FTIR

Lignin diekstraksi dari limbah penyulingan serai wangi menggunakan metode *Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction* (UMAE). Pada pengujian FTIR dilaksanakan di Laboratorium Terpadu Sentra Inovasi, Universitas Lampung. Hasil analisis FTIR terhadap lignin dari limbah padat distilasi serai wangi dapat dilihat pada Gambar 1. Lignin dari limbah serai wangi berada pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹ dengan gugus fungsi penyusun lignin limbah serai wangi yang dapat dilihat pada Tabel 2.



Gambar 1. Spektrum FT-IR lignin dari limbah serai wangi

Tabel 2. Hasil uji gugus fungsi lignin dari limbah serai wangi

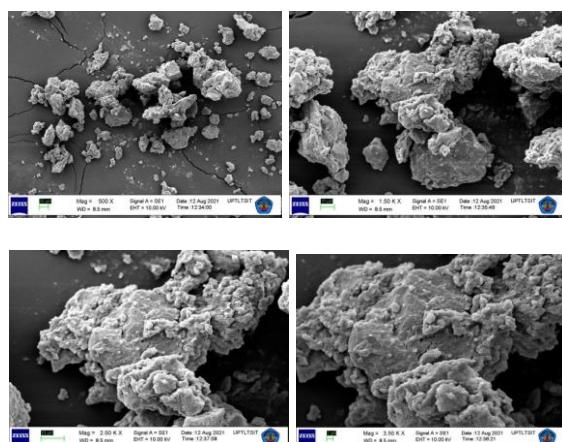
No	Bilangan gelombang (cm ⁻¹) hasil riset	Standar serapan (cm ⁻¹)	Keterangan gugus fungsi
1	1043,7	1000-1260	Senyawa fenolik
2	1329,6	1270-1330	-OCH ₃
3	1461,1	1460-1470	Vibrasi cincin aromatik
4	1513,3	1505-1515	Vibrasi ulur C=C
5	1632,6	1630-1690	Vibrasi ulur C=O
6	2922,2	2820-2940	Vibrasi ulur C-H metil
7	3347,1	3200-3600	-OH alkohol

Pemanfaatan Lignin Serai Wangi Sebagai Ligin Resorsinol Formaldehida (LRF) Menggunakan Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE)

Tabel 2 menunjukkan serapan khas pada bilangan gelombang 1330-1315 cm⁻¹ dan 1280-1270 cm⁻¹ merupakan serapan khas cincin siringil dan quasil (-OCH₃) yang merupakan gugus utama penyusun lignin [9]. Gugus-gugus fungsi yang terdapat pada lignin hasil isolasi limbah serai wangi ini menyerupai gugus fungsi penyusun lignin standar [10].

3.2 Karakteristik lignin menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakteristik morfologi permukaan lignin dari limbah serai wangi menggunakan SEM yang diuji di Laboratorium Terpadu Sentra Inovasi, Universitas Lampung dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Morfologi permukaan lignin

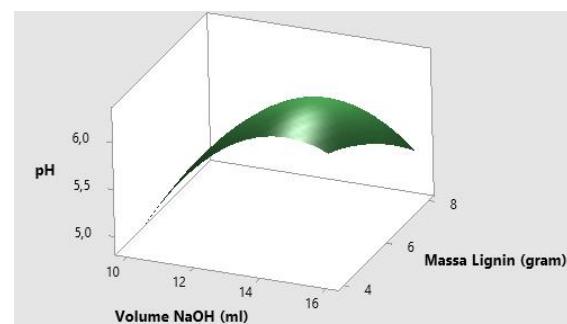
Gambar 2 menunjukkan hasil SEM lignin dari limbah serai wangi yang memiliki struktur berbentuk granula tidak beraturan dengan banyak rongga di dalamnya yang menjadikan permukaannya terbuka dan tidak kompak. Hal ini dikarenakan adanya penggunaan NaOH pada proses isolasi lignin membuat mikrostruktur pada serai wangi menjadi kasar dan berserabut. Perubahan mikrostruktur lignin dipengaruhi oleh peningkatan konsentrasi NaOH pada proses *pretreatment*, dengan permukaan

lignin terlihat semakin kasar dan berserabut seiring dengan peningkatan konsentrasi NaOH yang digunakan [11].

3.3 Identifikasi kualitas perekat LRF berdasarkan SNI 06-4567-1998

a. Derajat keasaman (pH)

Derajat keasaman (pH) perekat LRF yang dihasilkan berkisar 4,8-6,3. Hal ini sesuai dengan pH perekat komersial sebesar 4,4 [12]. Respon permukaan derajat keasaman (pH) produk LRF yang dihasilkan pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Hubungan volume NaOH dan massa lignin terhadap derajat keasaman

Gambar 3 menunjukkan bahwa semakin banyak masa lignin yang ditambahkan maka derajat keasaman LRF semakin turun. Penambahan NaOH akan meningkatkan pH LRF hingga volume NaOH 15 mL. Derajat keasaman (pH) di atas 3 mengakibatkan proses pereaksian semakin cepat, sehingga adanya NaOH tersebut menyebabkan pengaktifan lignin dengan resorsinol dan formaldehid [12].

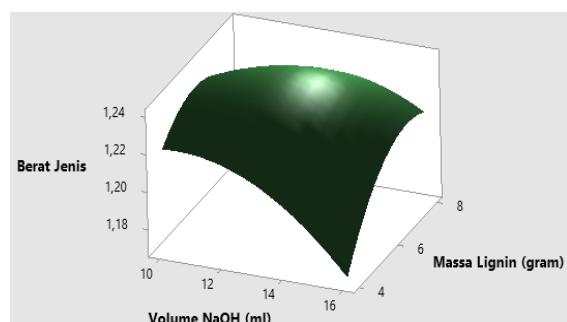
b. Berat jenis

Berat jenis perekat LRF hasil penelitian ini adalah 1,1588-1,2518 g/mL yang memenuhi persyaratan SNI yaitu 1,165-1,200 g/mL. Berat jenis perekat dipengaruhi oleh komponen-komponen penyusun perekat tersebut [13]. Berat jenis

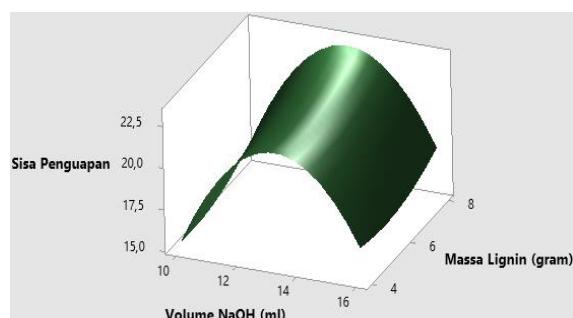
Pemanfaatan Lignin Serai Wangi Sebagai Ligin Resorsinol Formaldehida (LRF) Menggunakan Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE)

perekat menunjukkan berat jenis masing-masing komponen penyusun perekat tersebut. Semakin banyak komponen perekat yang berat jenisnya tinggi, maka berat jenis perekat ini akan semakin tinggi.

Pada Gambar 4 dapat dilihat pengaruh volume NaOH dan massa lignin terhadap berat jenis perekat LRF yang dihasilkan. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa semakin banyak massa lignin dan semakin sedikit volume NaOH, maka akan meningkatkan berat jenis LRF.



Gambar 4. Hubungan volume NaOH dan massa lignin terhadap berat jenis LRF



Gambar 5. Hubungan volume NaOH dan massa lignin terhadap sisa penguapan

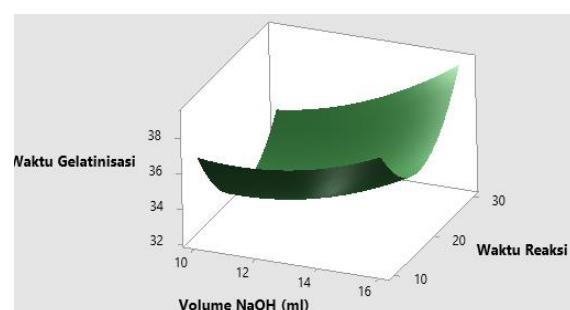
c. Sisa penguapan

Pengaruh volume NaOH dan massa lignin terhadap sisa penguapan dapat dilihat pada Gambar 5. Gambar 5 menunjukkan bahwa semakin sedikit massa lignin dan semakin banyak penambahan NaOH, maka akan menurunkan sisa penguapan. Dari hasil penelitian diperoleh sisa penguapan

perekat LRF berkisar antara 12,11-24,80% yang nilai tersebut memenuhi persyaratan SNI yaitu 7-45%.

d. Waktu gelatinisasi

Dari hasil penelitian diperoleh waktu gelatinisasi perekat LRF antara 30,15-42,08 menit. Persyaratan SNI untuk waktu gelatinisasi adalah lebih dari 30 menit. Sehingga dapat dikatakan bahwa waktu gelatinisasi perekat LRF hasil eksperimen memenuhi SNI. Respon permukaan volume NaOH dan waktu reaksi terhadap waktu gelatinisasi dapat dilihat pada Gambar 6. Gambar 6 menunjukkan bahwa semakin banyak volume NaOH dan semakin lama waktu reaksi, maka akan meningkatkan waktu gelatinisasi.



Gambar 6. Hubungan volume NaOH dan waktu reaksi terhadap waktu gelatinisasi

3.4 Optimasi kondisi pembuatan perekat resorsinol formaldehida yang disubstitusi lignin

Pengujian daya tahan rekat (delaminasi) dari perekat LRF dilakukan dengan menggunakan spesimen uji dari kulit kayu jati yang berukuran 75 mm x 75 mm yang direkatkan pada kayu tripleks. Spesimen uji direndam dalam air panas pada suhu $35\pm3^{\circ}\text{C}$ selama 2 jam. Kemudian spesimen uji tersebut dikeringkan dalam oven pada suhu $60\pm3^{\circ}\text{C}$ selama 3 jam [13]. Hasil eksperimen pengujian daya tahan rekat (delaminasi) dapat dilihat pada Tabel 3. Pada Tabel 3

Pemanfaatan Lignin Serai Wangi Sebagai Ligin Resorsinol Formaldehida (LRF) Menggunakan Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE)

memperlihatkan terdapat beberapa perlakuan yang tidak mengalami pengelupasan atau delaminasi (0%).

Tabel 3. Daya tahan rekat pada setiap perlakuan

Perlakuan	Daya rekat atau delaminasi (%)
1	0
2	100
3	0
4	100
5	25
6	100
7	0
8	0
9	100
10	100
11	0
12	0
13	0
14	0
15	0

RSM sendiri merupakan metode statistika dalam mengelola satu kelompok data dari suatu eksperimen guna mengoptimasi dan menentukan koefisien model matematik [14]. Analisis data menggunakan RSM menghasilkan model matematik seperti yang dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Model matematik daya tahan rekat (delaminasi)

Model matematik	Koefisien	R ²
$Y=3,01 - 0,149 X_1 - 0,230489 X_2 + 0,1375 X_3 - 0,266 X_3 + 0,0174 X_1^2 + 0,00344 X_2^2 + 0,0391 X_3^2 - 0,00000 X_1 * X_2 - 0,0312 X_1 * X_3 + 0,00000 X_2 * X_3$		91,76 %

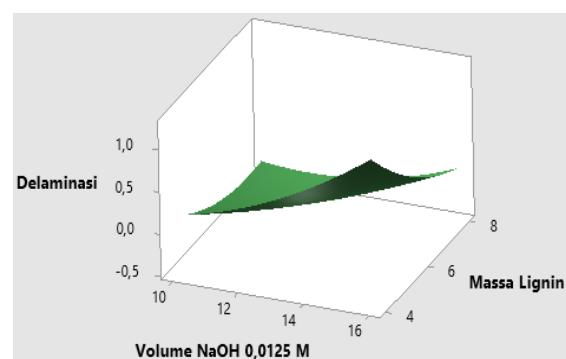
Y adalah daya tahan rekat. X₁ adalah volume NaOH (mL), X₂ adalah waktu reaksi (menit), dan X₃ adalah massa lignin (gram). Interaksi antar variabel bebas di uji

menggunakan ANOVA, adapun hasil uji tersebut dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil analysis of variance (ANOVA)

Sumber	Nilai f	Nilai p
X ₁	17,79	0,008
X ₂	0,00	1,000
X ₃	24,85	0,004
X ₁ ²	1,70	0,249
X ₂ ²	8,21	0,035
X ₃ ²	1,70	0,249
X ₁ *X ₂	0,00	1,000
X ₁ *X ₃	2,65	0,165
X ₂ *X ₃	0,00	1,000

Nilai *p-value* pada Tabel 5 menunjukkan signifikansi koefisien regresi terhadap model. Variabel X₁ dan X₃ memiliki pengaruh yang signifikan terhadap daya tahan rekat (delaminasi) yang ditunjukkan dari nilai *p-value* pada kedua variabel tersebut <0,05. Nilai *p-value* dari X₂ yang lebih besar dari 0,05 menunjukkan bahwa variabel bebas tersebut tidak berpengaruh signifikan terhadap daya tahan rekat (delaminasi).



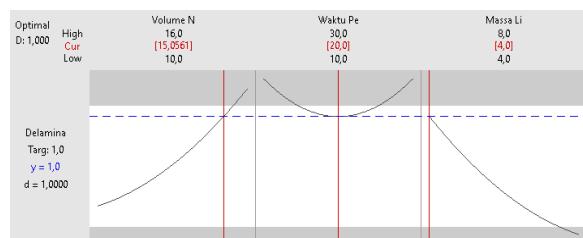
Gambar 7. Pengaruh volume NaOH dan massa lignin terhadap delaminasi

Pengaruh volume NaOH dan massa lignin dalam nilai daya tahan rekat (delaminasi) diperlihatkan pada Gambar 7. Pada Gambar 7 diperlihatkan bahwa dalam pengurangan massa lignin dan penambahan volume NaOH maka akan meningkatkan nilai daya tahan rekat (delaminasi). Faktor-faktor yang dapat

Pemanfaatan Lignin Serai Wangi Sebagai Lignin Resorsinol Formaldehida (LRF) Menggunakan Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE)

mempengaruhi nilai daya rekat yaitu bahan dasar atau komposisi dari lem itu sendiri, jumlah lem yang dilaburkan ke permukaan bahan, kadar air, serta tingkat kehalusan permukaan benda yang akan direkatkan. Sebelum melakukan pelaburan lem, bahan yang digunakan dihaluskan permukaannya dengan menggunakan amplas. Hal ini bertujuan supaya lem yang terlabur akan dapat masuk ke dalam pori-pori. Selain itu, daya rekat (delaminasi) juga sangat ditentukan oleh kualitas bahan perekat, jenis bahan yang digunakan sebagai bahan baku, proses pelaburan, dan berat labur perekat [15].

Kondisi optimum pembuatan perekat LRF dapat dilihat pada Gambar 8. Berdasarkan Gambar 8, kondisi operasi optimum dalam pembuatan perekat LRF adalah NaOH sebanyak 15,0561 mL, waktu reaksi 20 menit, dan massa lignin 4 gram. Pada kondisi operasi optimum tersebut akan diperoleh daya tahan rekat (delaminasi) sebesar 1 %.



Gambar 8. Kondisi optimum perekat LRF terhadap daya tahan rekat (delaminasi)

Daftar Rujukan

- [1] Teng, H., Chen, L., Huang, Q., Wang, J., Lin, Q., Liu, M., ... Song, H. (2016). Ultrasonic-assisted extraction of raspberry seed oil and evaluation of its physicochemical properties, fatty acid compositions and antioxidant activities. *PLoS ONE*, 11(4), 1–17. doi: 10.1371/journal.pone.0153457
- [2] Hadkar, U. B., Dhruv, N., Malode, Y., & Chavan, B. (2013). Microwave Assisted Extraction of Phytoconstituents. *Asian Journal of Phytomedicine and Clinical Research*, 2(3), 73–86.
- [3] Usmani, S., Nurdjannah, N., & Sri Yuliani. (2012). Penyulingan Sereh Wangi Dan Nilam Sebagai Insektisida Pengusir Lalat Rumah (*Musca domestica*). *J. Tek. Ind. Pert*, 15(1), 10–16.
- [4] Sakdaronnarong, C. K., Onsrithong, N., Suwankrua, R., & Jonglertjunya, W. (2012). Improving enzymatic saccharification of sugarcane bagasse by biological/physico-chemical pretreatment using *Trametes versicolor* and *Bacillus* sp. *BioResources*, 7(3), 3935–3947.

4. Kesimpulan

Subtitusi lignin dari limbah serai wangi menggunakan metode *Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction* (UMAE) pada pembuatan perekat LRF mampu menghasilkan perekat yang memenuhi SNI 06-4567-1998 untuk parameter berat jenis, waktu gelatinisasi, dan sisa penguapan. Derajat keasaman (pH) perekat lignin-LRF yang dihasilkan sesuai seperti nilai pH dari perekat komersial. Kondisi optimum pembuatan perekat lignin-LRF dapat dicapai pada penambahan NaOH 15,0561 mL, waktu reaksi 20 menit, dan massa lignin 4 gram yang pada kondisi operasi optimum tersebut akan diperoleh daya tahan rekat (delaminasi) sebesar 1 %.

Ucapan Terima Kasih

Penulis ucapan terimakasih kepada Politeknik Negeri Lampung khususnya Dr. Oktaf Rina, M.Si. selaku Ketua Program Studi Teknologi Rekayasa Kimia Industri yang sudah mendukung dan menyiapkan sesuatunya yang diperlukan oleh penulis. Terimakasih pula untuk Shintawati, S.T., M.Si. selaku dosen pendamping yang senantiasa membimbing kami dalam kegiatan penelitian ini dan sudah memberikan limbah serai wangi kepada penulis.

Pemanfaatan Lignin Serai Wangi Sebagai Lignin Resorsinol Formaldehida (LRF) Menggunakan Ultrasonic Microwave-Assisted Extraction (UMAE)

- [5] Maysarah, S., & Herlina, N. (2015). Pembuatan Perekat Lignin Resorsinol Formaldehid Dari Natrium Lignosulfonat Tandan Kosong Kelapa Sawit. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 4(4), 58–63. doi: 10.32734/jtk.v4i4.1514.
- [6] Kusuma, H. S., & Mahfud, M. (2016). Preliminary study: Kinetics of oil extraction from sandalwood by microwave-assisted hydrodistillation. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 128(1), 62–69. doi: 10.1088/1757-899X/128/1/012009
- [7] Anuar, N., Mohd Adnan, A. F., Saat, N., Aziz, N., & Mat Taha, R. (2013). Optimization of extraction parameters by using response surface methodology, purification, and identification of anthocyanin pigments in melastoma malabathricum fruit. *The Scientific World Journal*, 2013. doi: 10.1155/2013/810547
- [8] Chadijah, S. (2011). Kinetika Delignifikasi Sabut Kelapa Dengan Proses Peroksida Alkali Pada Pembuatan Pulp. *Teknosains: Media Informasi Sains dan Teknologi*, 5(2), 223–231. Retrieved from <https://journal.uin-alauddin.ac.id/index.php/teknosains/article/view/180>
- [9] Minu, K., Jiby, K. K., & Kishore, V. V. N. (2012). Isolation and purification of lignin and silica from the black liquor generated during the production of bioethanol from rice straw. *Biomass and Bioenergy*, 39, 210–217. doi: 10.1016/j.biombioe.2012.01.007
- [10] Esse, I. (2018). *Pemanfaatan Lignin Hasil Delignifikasi Ampas Tebu sebagai Perekat Lignin Resorsinol Formaldehida (LRF)*. Skripsi. Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar. Retrieved from <http://repository.uin-alauddin.ac.id/11975/1/INDO ESSE.PDF>.
- [11] Binoto, N. L. L., Rolan, S., & Ikhsan, D. (2010). Hidrolisis Ampas Tebu Secara Enzimatis Menggunakan Trichoderma reesei Novi. *Seminar Tugas Akhir S1 Teknik Kimia UNDIP*, Retrieved from http://eprints.undip.ac.id/16654/1/ARTIKEL_ILMIAH.pdf
- [12] Susilowati, Munandar, S., & Edahwati, L. (2013). Pemanfaatan Lignin dari Limbah Kulit Buah Kakao Menjadi Perekat. *Jurnal Teknik Kimia*, 8(1), 22–26. Retrieved from <http://ejournal.upnjatim.ac.id/index.php/tekkim/article/view/710>
- [13] Medynda, M., Sucipto, T., & Hakim, L. (2012). Pengembangan Perekat Likuida Dari Limbah Kulit Buah Kakao (Theobroma Cacao L.). *Peronema Forestry Science Journal*, 1(1).
- [14] Pawignya, H., Kusworo, T. D., & Pramudono, B. (2019). Optimization for Production Tert-Butyl Glycoside Nonionic Surfactant Using Response Surface Methodology. *Journal of Physics: Conference Series*, 1295(1). doi: 10.1088/1742-6596/1295/1/012003
- [15] Arsal, E. (2011). Sifat Fisik Kayu Lapis Berbahan Baku Kayu Akasia (Acacia Mangium Willd) dan Kelampayan (Anthocephalus spp). *Jurnal Riset Industri Hasil Hutan*, 3(2), 1. doi: 10.24111/jrihh.v3i2.1188



9 772614 875DD8



**Kampus 3 Universitas PGRI Madiun
Jl. Auri No 14-16 Kartoharjo Madiun
Email: cheesa@unipma.ac.id
<http://e-journal.unipma.ac.id/index.php/cheesa>**

