



UPC
UNIVERSITY OF PUNJAB

SEMINAR HASIL

STUDI PENGARUH KONSENTRASI H_2SO_4 PADA PROSES EKSTRAKSI LIGNIN DARI LIMBAH DAUN NIPAH MENGGUNAKAN METODE ORGANO SOLV

MUHAMMAD TAUFIK
06221034

PEMBIMBING 1 :
ADE WAHYU YUSARIARTA P. P., S.T., M.T

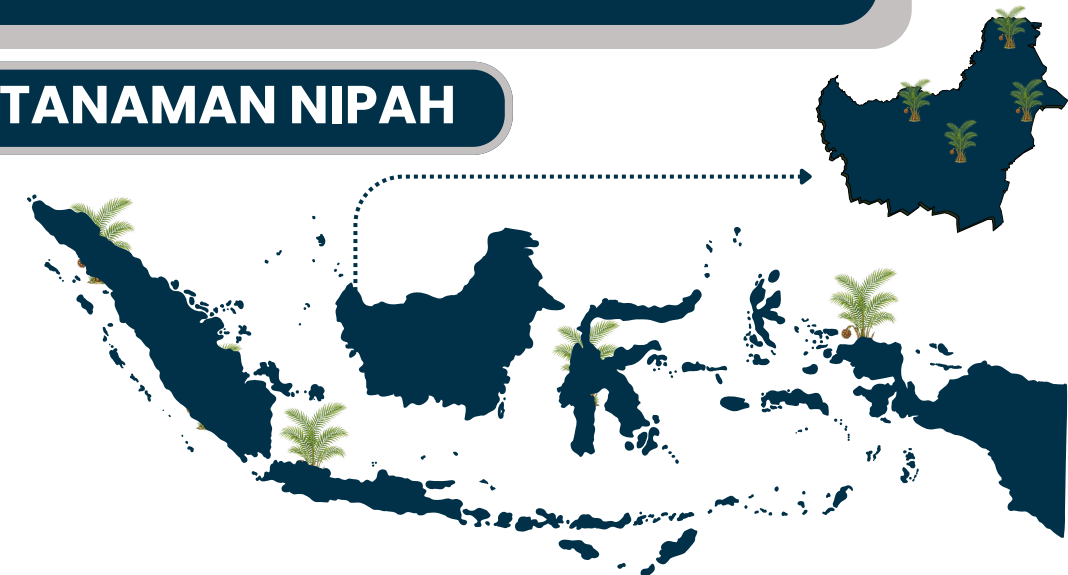
PENGUJI 1 :
Dr. Eng. Yunita Triana, M.Si

PEMBIMBING 2 :
AMILITA MEDISA RIZKY DHARMAYANTI, M.Si.

PENGUJI 2 :
Andromeda Dwi Laksono, S.T., M.Sc., Ph.D

LATAR BELAKANG

1.TANAMAN NIPAH

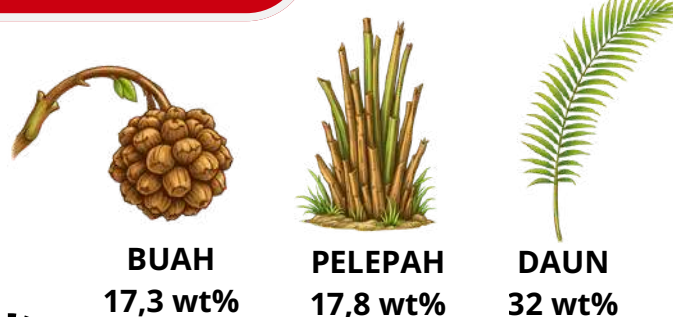


- Luas tanaman nipah 700.000 ha
- Rerata populasi pohon 8.000/ha
- Total pupulasi mencapai 5.600 juta pohon

Baharudin dan Taskirawati,(2009);(Safrizal, 2024).

Pada Provinsi Kalimantan Timur sendiri luas daerah tanaman nipah sekitar 47 ha namun bagian yg paling sering dimanfaatkan hanya buahnya (Parmita et al., 2020).

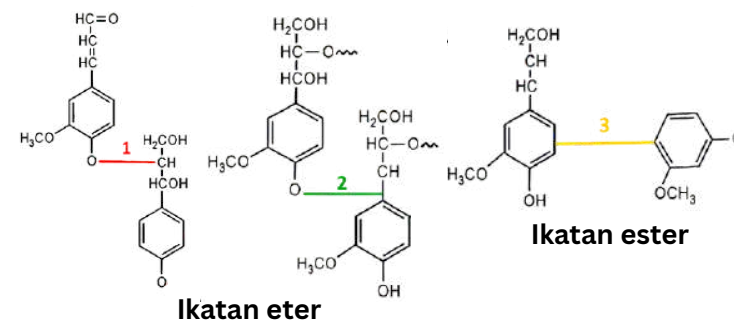
Daun nipah menjadi limbah dan berkontribusi terhadap permasalahan sampah (Khoiffah et al, 2024).



Tamunaidu dan Shiro Sakay (2011)

Ekstraksi Lignin

Ikatan yang akan putus selama proses ekstraksi.



Metode ekstraksi yang kasar seringkali menyebabkan kerusakan struktur β -O-4, sehingga menghasilkan struktur yang lebih padat dan sulit diolah (Kusuma et al., 2024).

Mengandung Sulfur

LIGNIN SULFUR TINGGI

KEMURNIAN RENDAH

RECOVERY SULIT

Mengubah sifat asli lignin

TABEL PERBANDINGAN METODE EKSTRAKSI LIGNIN

Metode Ekstraksi Lignin	Kandungan Sulfur	Kemurnian (<i>Purity</i>)
Kraft	Rendah	Tinggi
Lignosulfonat	Tinggi	Rendah
Organosolv	Bebas	Tinggi
Soda	Bebas	Sedang

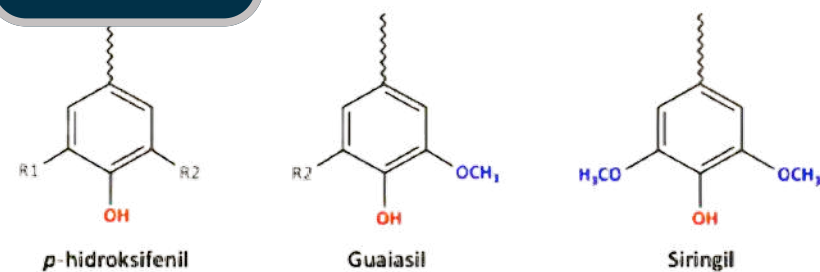
Bebas Sulfur

RAMAH LINGKUNGAN

PELARUT ORGANIK

STRUKTUR LEBIH MENDEKATI LIGNIN ALAMI

2.LIGNIN



Gambar Struktur Monolignol Lignin

Lignin dapat diuraikan menjadi tiga struktur berulang yang dikenal sebagai monolignol.

Manfaat Lignin

Pemblokiran sinar UV hingga 99% pada PLA

Meningkatkan Stabilitas Thermal pada PLA

Sifat tahan api alami

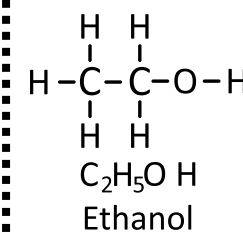
3.METODE EKSTRAKSI

ORGANOSOLV

ORGANOSOLV $\rightarrow$ Organic solvent (pelarut organik)
Solvolysis (solvolisis)

Metode Organosolv adalah proses yang dapat melarutkan lignin dengan **pelarut organik** seperti metanol dan **etanol** untuk memisahkan lignin dari biomassa (Yanti et al., 2021).

ETHANOL



Titik didih yang lebih rendah



Kemurnian yang lebih tinggi (85,7%) dibandingkan metanol (79,2%)

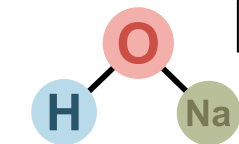


Lebih mudah pada proses pemulihan

(Zhang et al., 2019) & Abdillah et al. (2023)



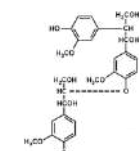
NaOH



Berpotensi mengurangi degradasi berlebihan terhadap struktur lignin



lignin dapat larut dalam suasana basa



Lignin yang dihasilkan tetap memiliki struktur yang relatif terjaga

PRESIPITASI (PENGENDAPAN)

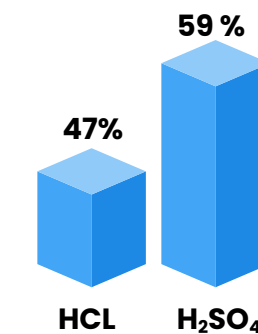
H_2SO_4

Vs

HCL

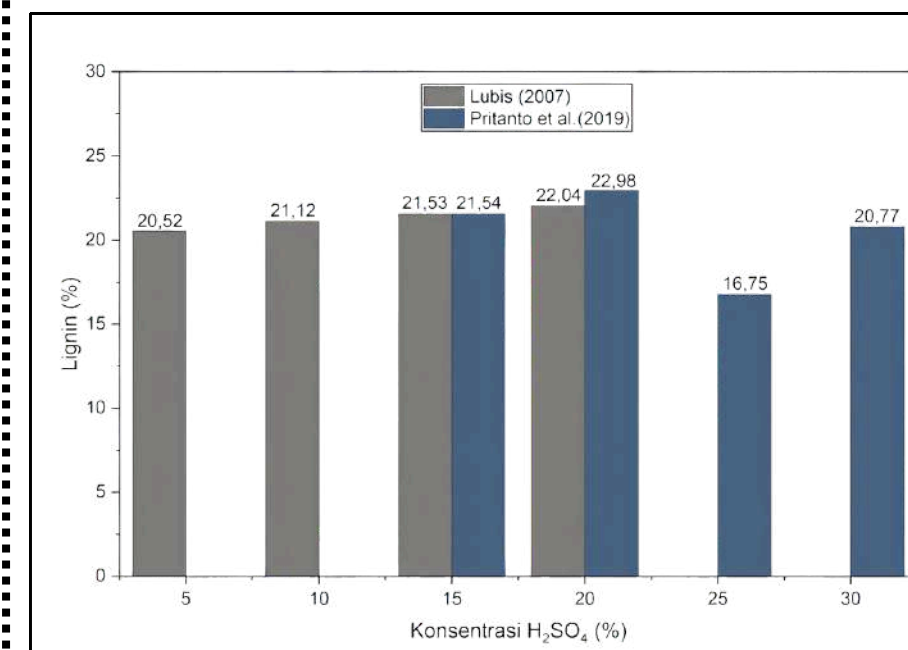


Penggunaan H_2SO_4 lebih ekonomis daripada HCL .



Hasil lignin (Li et al., 2020)

Penggunaan konsentrasi H_2SO_4 pada proses recovery lignin diketahui berpengaruh terhadap lignin yang akan dihasilkan (Agrawal et al., 2022).



Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi H_2SO_4 sebesar 15%, 20%, dan 25% pada proses recovery lignin limbah daun nipah menggunakan metode organosolv



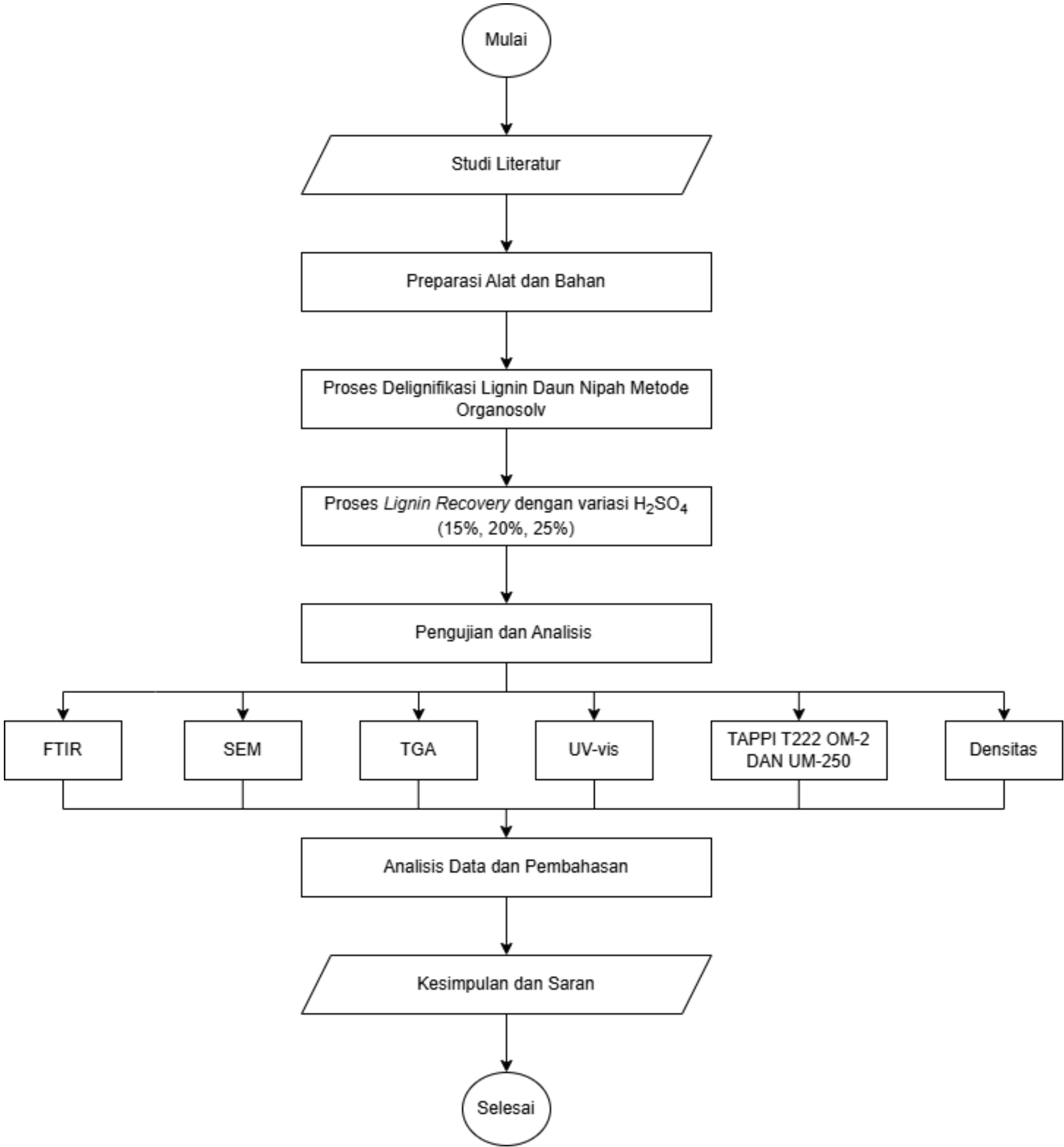
RUMUSAN MASALAH

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi H_2SO_4 pada proses lignin recovery metode organosolv terhadap %lignin dari limbah daun nipah?
2. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi H_2SO_4 pada proses lignin recovery metode organosolv terhadap karakterisasi lignin dari limbah daun nipah?
3. Bagaimana lignin hasil ekstraksi mempengaruhi ketahanan UV ?

TUJUAN PENELITIAN

1. Menganalisis pengaruh variasi konsentrasi H_2SO_4 proses recovery pada ekstraksi organosolv terhadap % lignin limbah daun nipah.
2. Menganalisis pengaruh variasi konsentrasi H_2SO_4 terhadap hasil karakterisasi % lignin dari limbah daun nipah.
3. Menganalisis potensi lignin limbah daun nipah sebagai bahan tambahan untuk meningkatkan ketahanan sinar UV.

DIAGRAM ALIR



Tabel Variabel Penelitian

Variabel Bebas	Variabel Terikat	Variabel Kontrol
Waktu delignifikasi	Kandungan lignin	Variasi Konsentrasi H ₂ SO ₄ (15%, 20%, 25%)

Tabel Sampel PengujianPenelitian

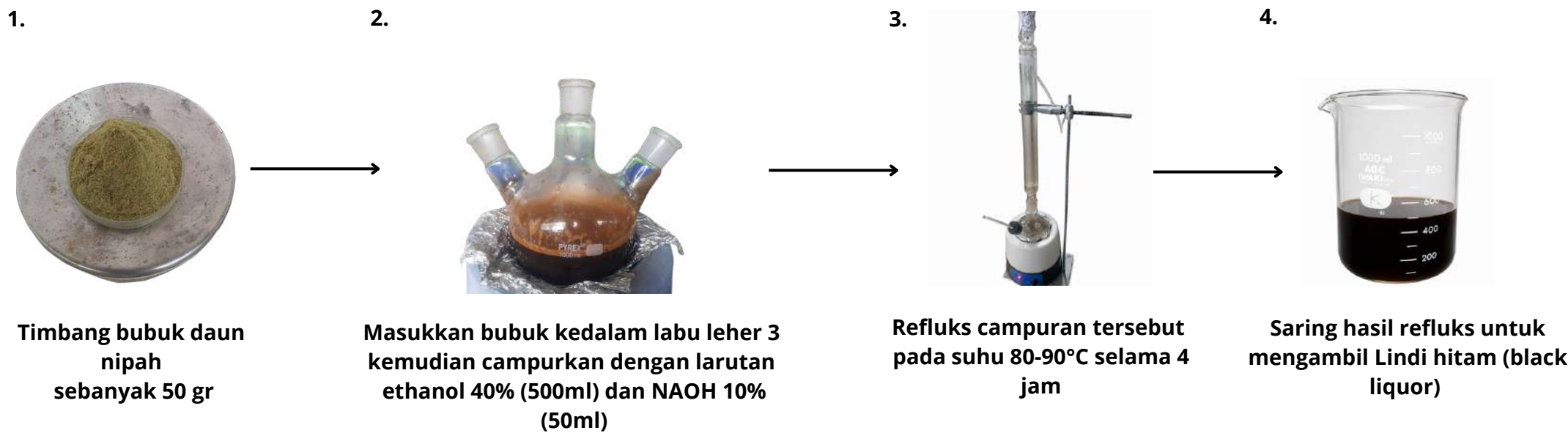
Pengujian	Variasi Konsentrasi H ₂ SO ₄ (%)		
	15	20	25
FTIR	1	1	1
SEM-EDX	1	1	1
TGA	1	1	1
UV- Vis	1	1	1
Total Sampel	9 Sampel		

PREPARASI SAMPEL

A PREPARASI DAUN NIPAH



B DELIGNIFIKASI LIGNIN



C PEMULIHAN LIGNIN



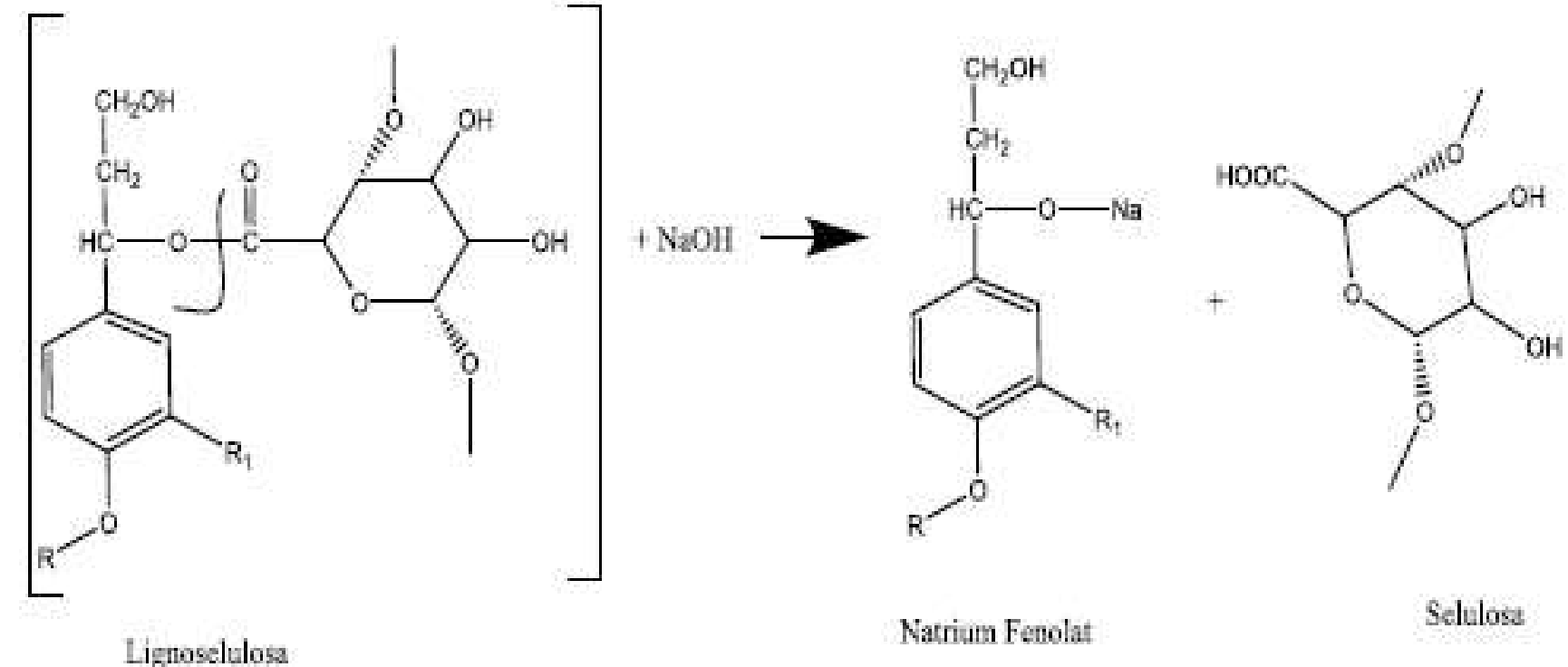
PENGUJIAN VISUAL



Terbentuknya lindi hitam menunjukkan bahwa lignin telah berhasil terlarut dari matriks lignoselulosa selama proses delignifikasi (Fibbri et al., 2023).

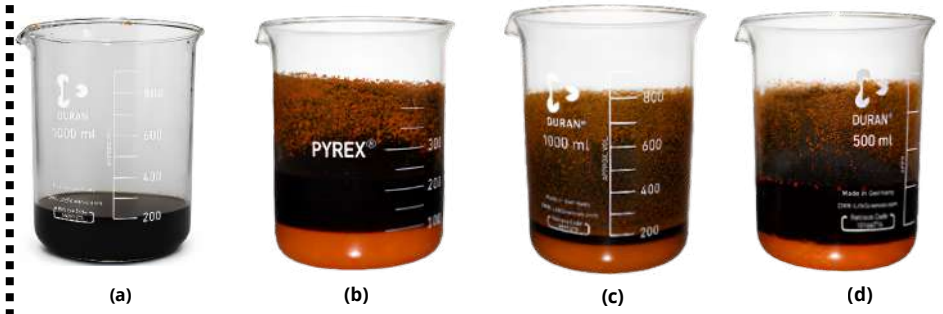
senyawa fenolat, seperti sodium phenolate, yang memiliki kemampuan lebih tinggi dalam menyerap cahaya tampak sehingga warnanya terlihat lebih gelap (Brännvall, Norberg and Karlström, 2024; Vu et al., 2026).

DELIGNIFIKASI

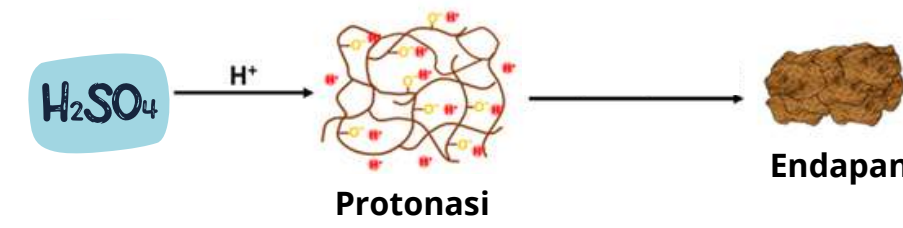


Pada delignifikasi menggunakan larutan NaOH-etanol, ion OH⁻ memutus ikatan hidrogen, menghidrolisis ikatan ester antara lignin dan hemiselulosa, serta memutus ikatan eter β-O-4 pada lignin. Akibatnya, lignin terdepolimerisasi menjadi fragmen yang lebih kecil dan larut bersama etanol dalam larutan.

PEMULIHAN LIGNIN

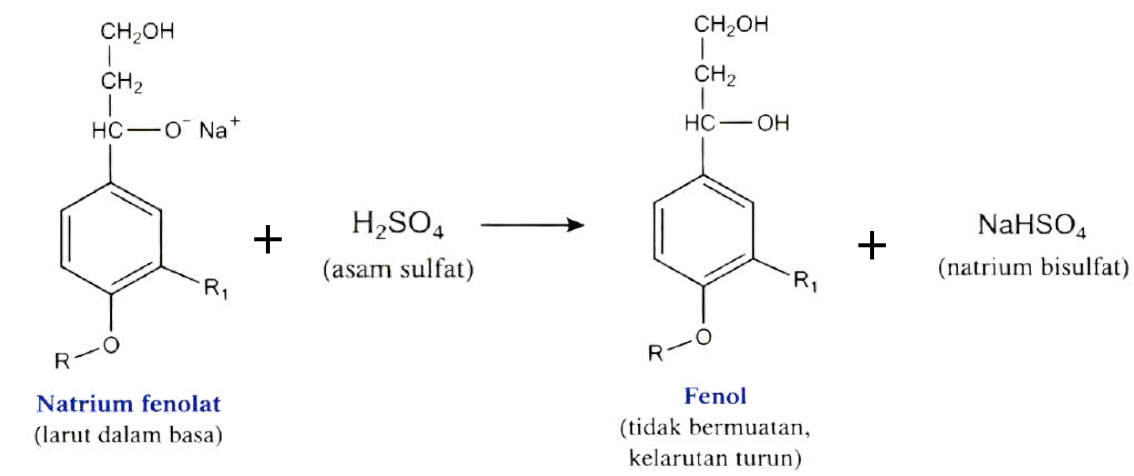


Gambar (a) Lindi Hitam, (b) Lindi Hitam + H2SO4 15%, (b) Lindi Hitam + H2SO4 20%, (c) Lindi Hitam + H2SO4 25%



Gambar Proses Protonasi Lignin dengan H2SO4

Proses recovery lignin dengan menggunakan larutan H₂SO₄, **ion H⁺** berperan dalam **mengubah gugus fenolat** lignin yang bermuatan negatif menjadi bentuk netral melalui **proses protonasi**. Akibatnya, **kelarutan lignin** dalam larutan **menurun** sehingga lignin lebih mudah **mengendap**.

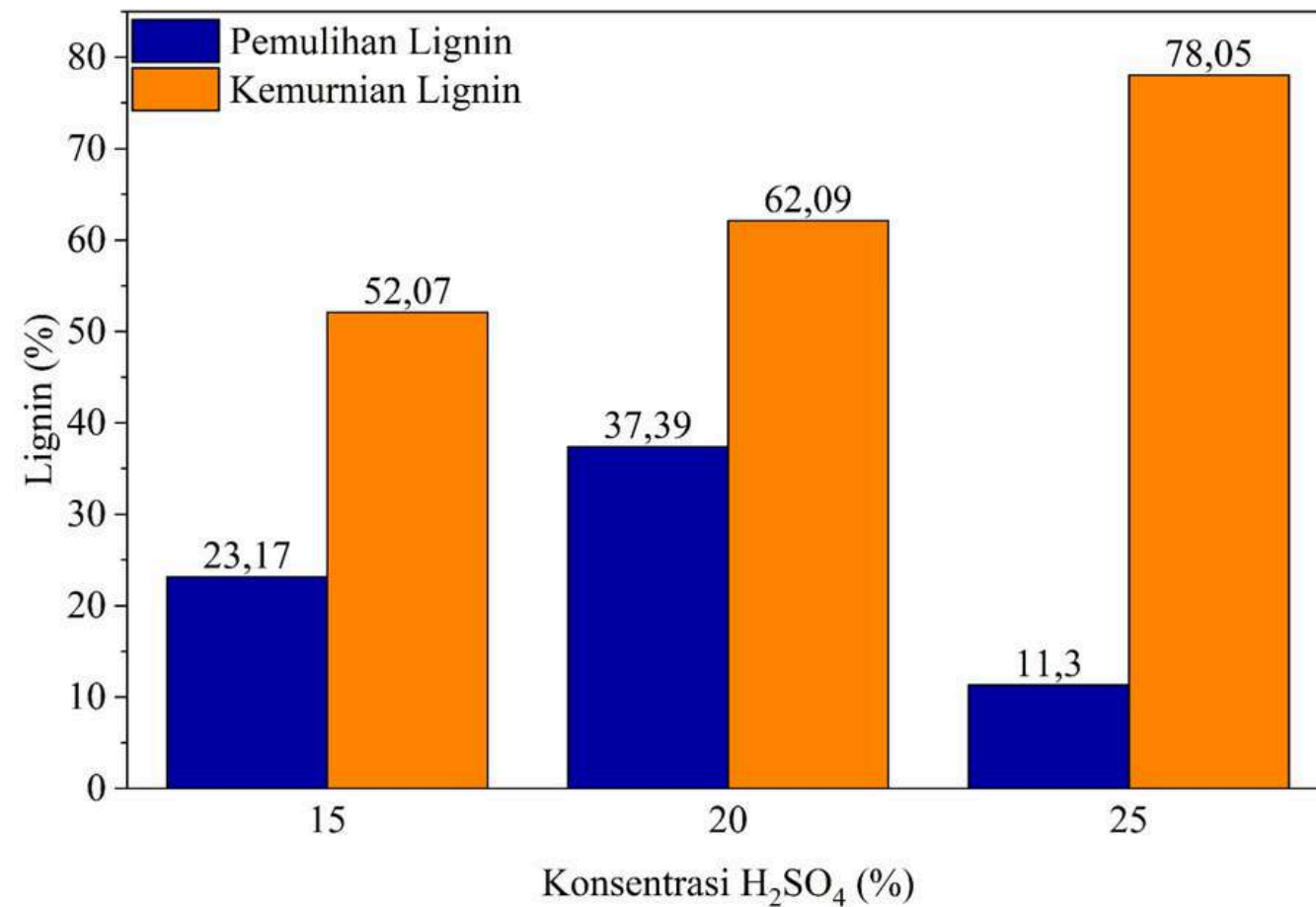


Gambar Mekanisme Ikatan ion H⁺

Tabel Bubuk Lignin Hasil Ekstraksi		
Variasi Konsentrasi H ₂ SO ₄ (%)	Biomassa Daun nipah (gr)	Bubuk Lignin Hasil Ekstraksi (gr)
15	50	7,30
20		11,81
25		3,56

Peningkatan konsentrasi H₂SO₄ dari 15% menjadi 20% meningkatkan jumlah ion H⁺ sehingga lebih banyak lignin terendapkan dari black liquor, yang ditunjukkan oleh meningkatnya massa lignin yang diperoleh. Pada H₂SO₄ 25%, massa lignin menurun akibat degradasi lignin dan pemutusan ikatan β-O-4 sehingga sebagian lignin tetap larut (Lourençon et al., 2015). Oleh karena itu, konsentrasi H₂SO₄ 5–20% lebih optimal untuk pengendapan lignin (Lubis, 2007).

PENGUJIAN KANDUNGAN



Gambar Grafik Perbandingan Kemurnian dan Pemulihan

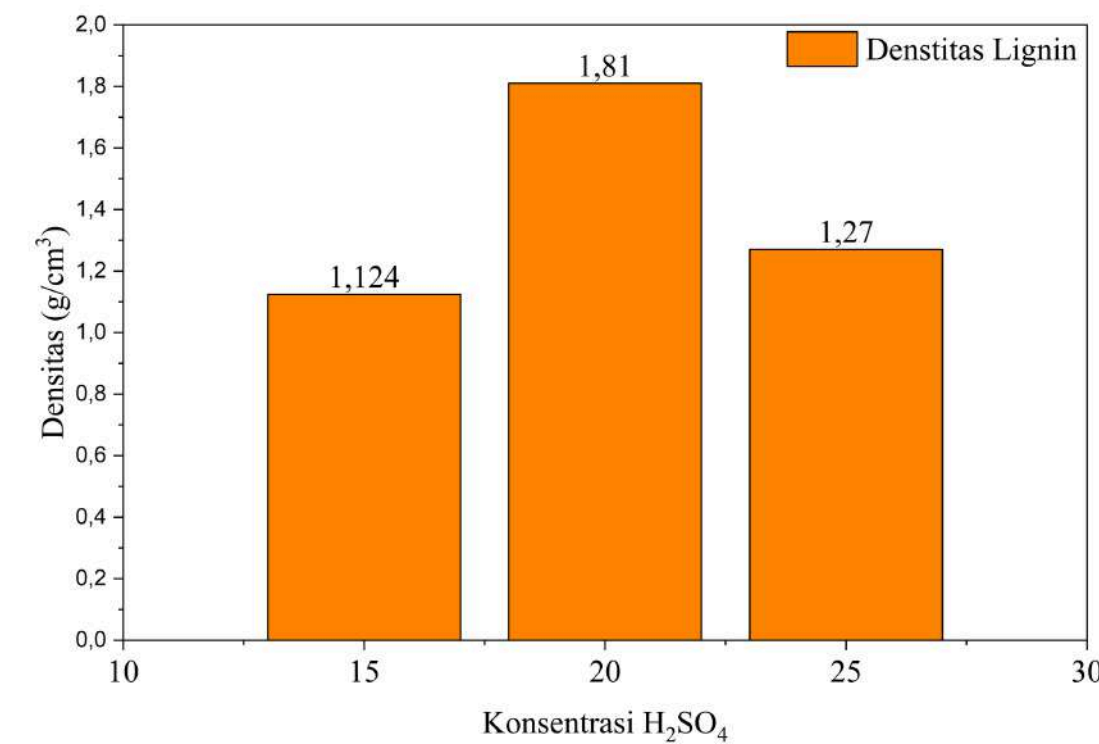
PEMULIHAN

- Peningkatan konsentrasi H₂SO₄ 15% hingga 20% menunjukkan bahwa penambahan konsentrasi asam mampu meningkatkan efektivitas proses pengendapan disebabkan oleh ion H⁺ yang berasal dari H₂SO₄ semakin banyak menetralkan gugus fenolat dan gugus bermuatan negatif pada lignin
- Penurunan ini menunjukkan bahwa kondisi asam yang sangat kuat dapat menyebabkan sebagian struktur lignin mengalami degradasi atau depolimerisasi menjadi fragmen yang lebih kecil dan terlarut.

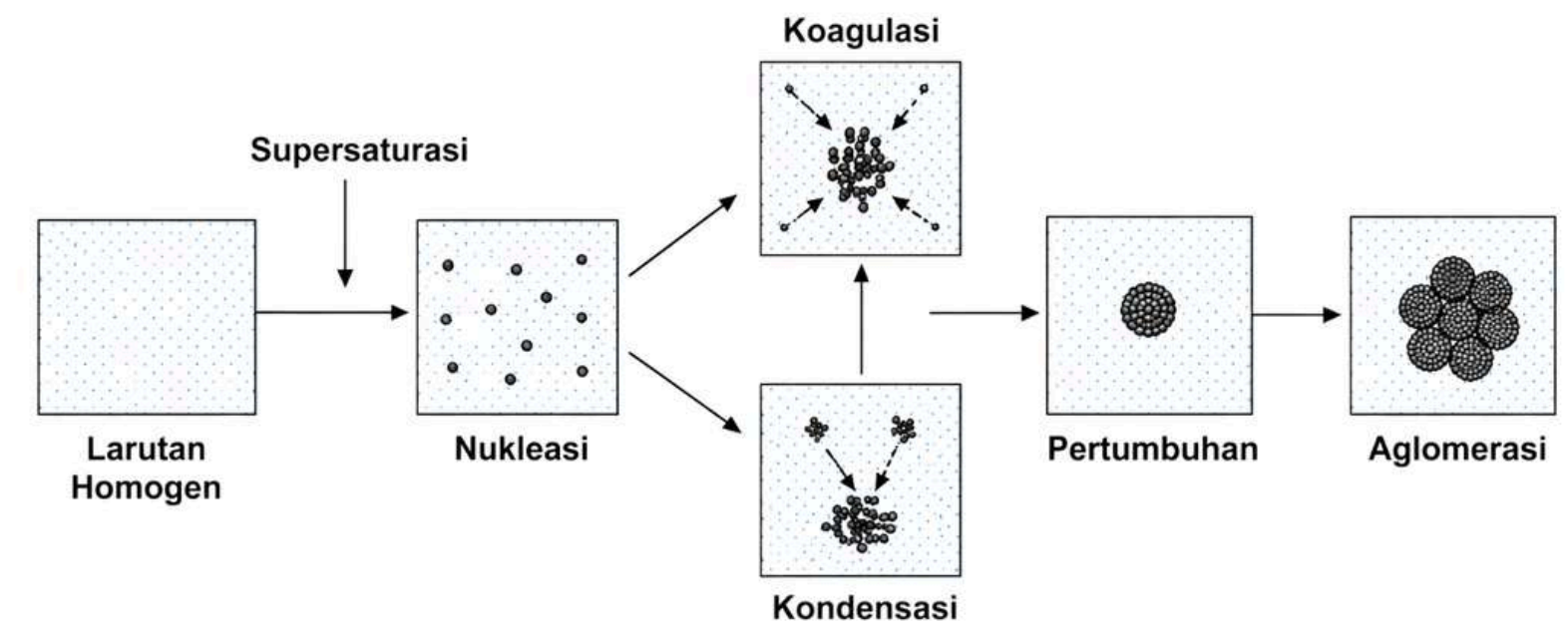
KEMURNIAN

Peningkatan kemurnian ini mengindikasikan bahwa konsentrasi asam yang lebih tinggi mampu menghilangkan lebih banyak senyawa pengotor non-lignin, seperti karbohidrat terlarut, hemiselulosa, serta senyawa organik lainnya yang masih terbawa selama proses ekstraksi.

PENGUJIAN DENSITAS



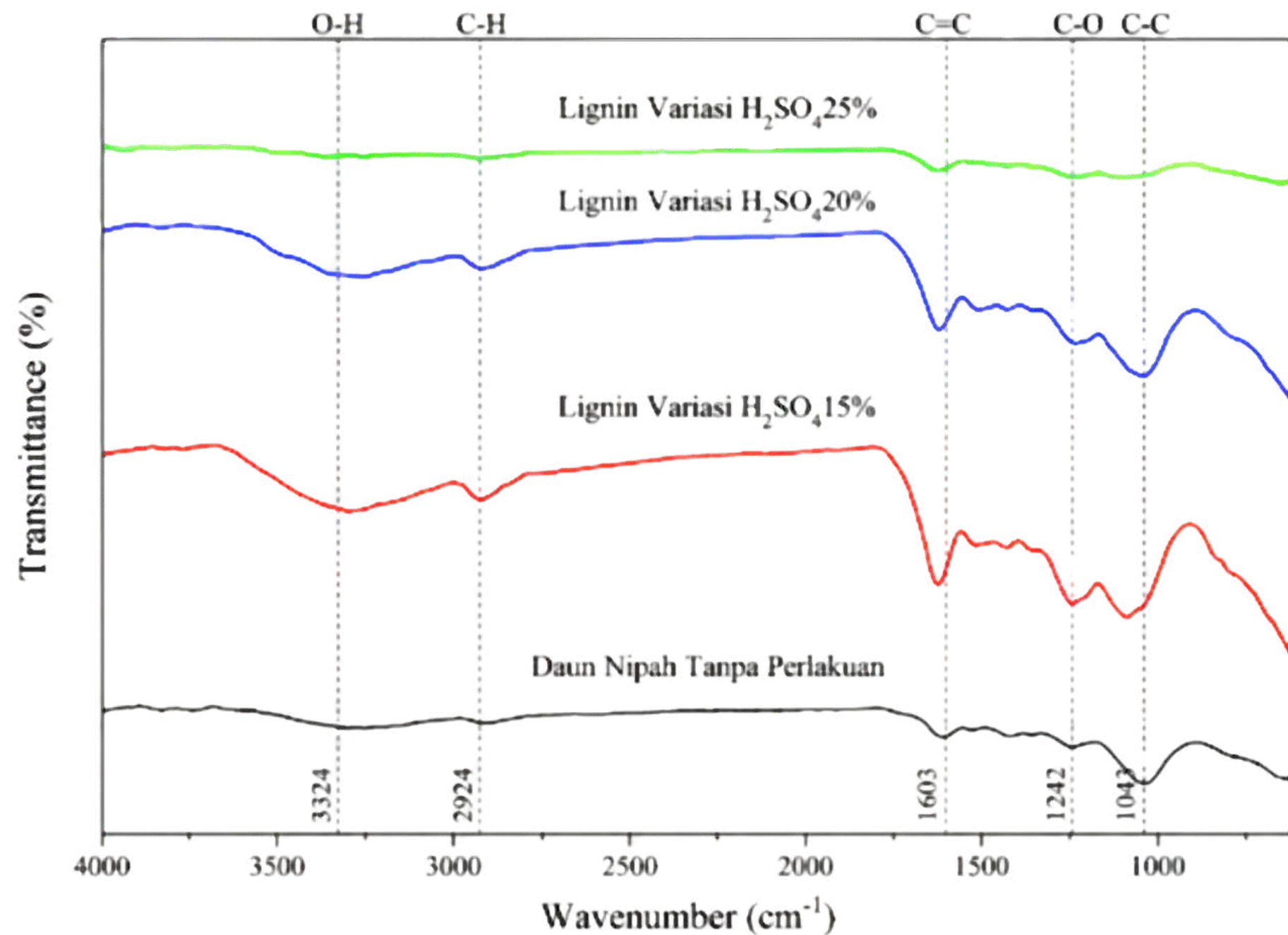
Gambar Hasil Pengujian Densitas



Gambar Mekanisme Pembentukan Aglomerasi

Penambahan H₂SO₄ ke dalam lindi hitam menurunkan pH sehingga kelarutan lignin berkurang dan terbentuk kondisi supersaturasi yang mendorong proses presipitasi melalui pembentukan inti partikel (nukleasi) yang diikuti pertumbuhan partikel (particle growth) (Myerson, 2002). Tingkat aglomerasi partikel yang terbentuk menentukan porositas material dan secara langsung memengaruhi nilai densitas lignin yang dihasilkan (Hubbe et al., 2019).

Penurunan pH dengan konsentrasi H₂SO₄ 20% menghasilkan tingkat supersaturasi cukup untuk membentuk inti partikel dalam jumlah yang seimbang dengan proses pertumbuhannya. Keseimbangan antara nukleasi dan pertumbuhan partikel memungkinkan molekul-molekul lignin terus berdifusi menuju inti yang telah terbentuk sehingga menghasilkan partikel dengan tingkat kerapatan partikel yang rapat



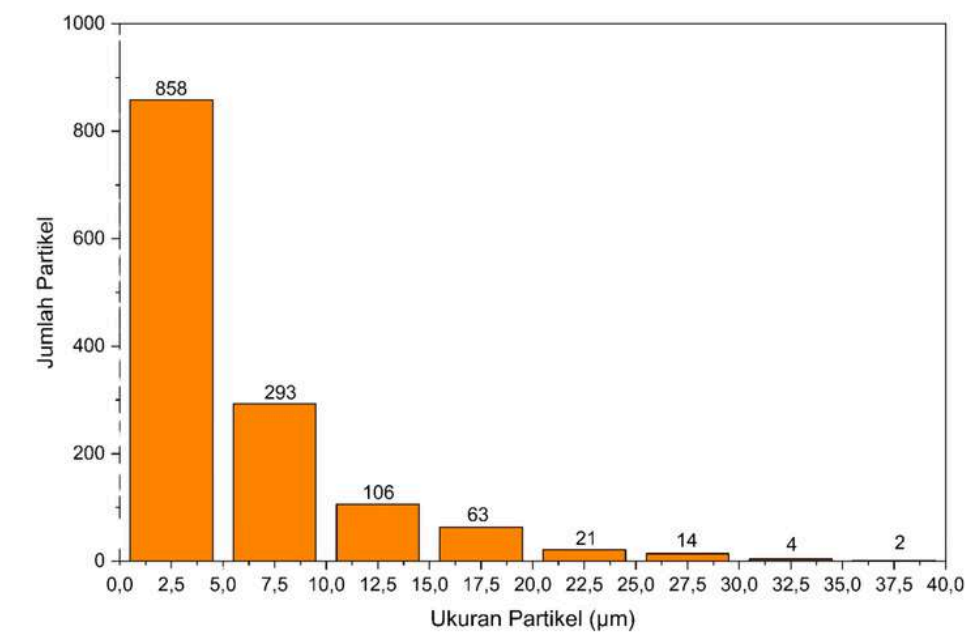
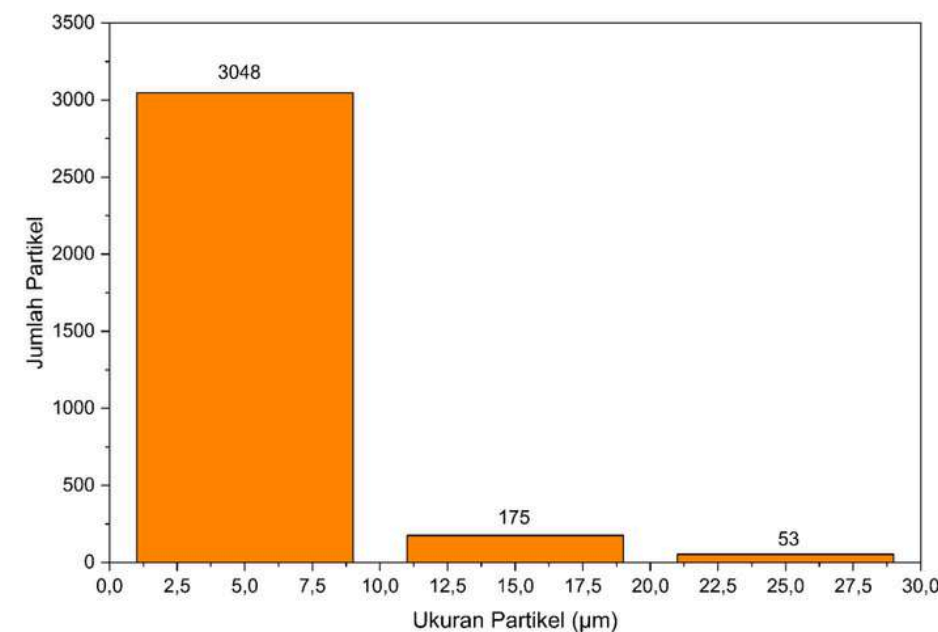
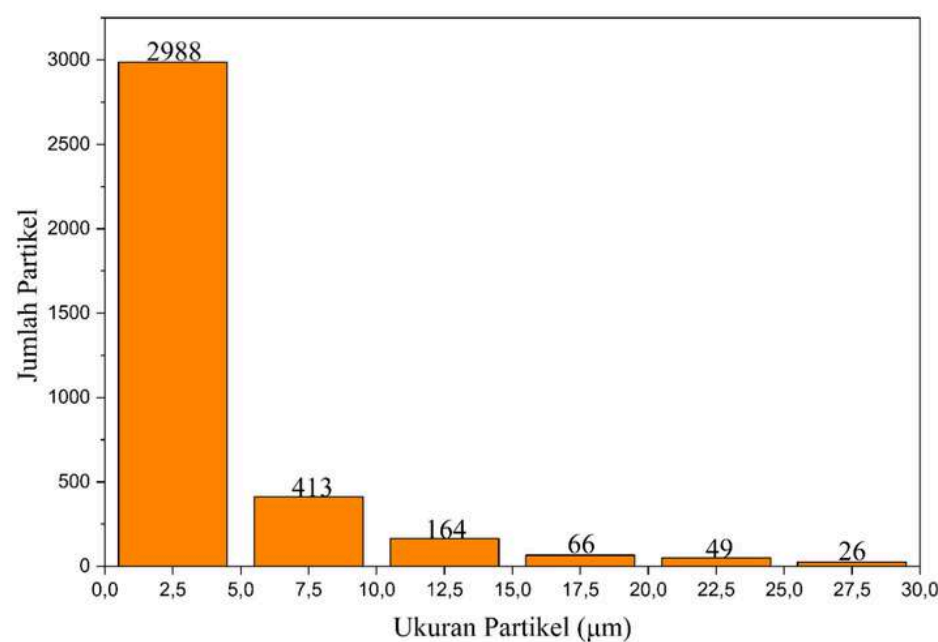
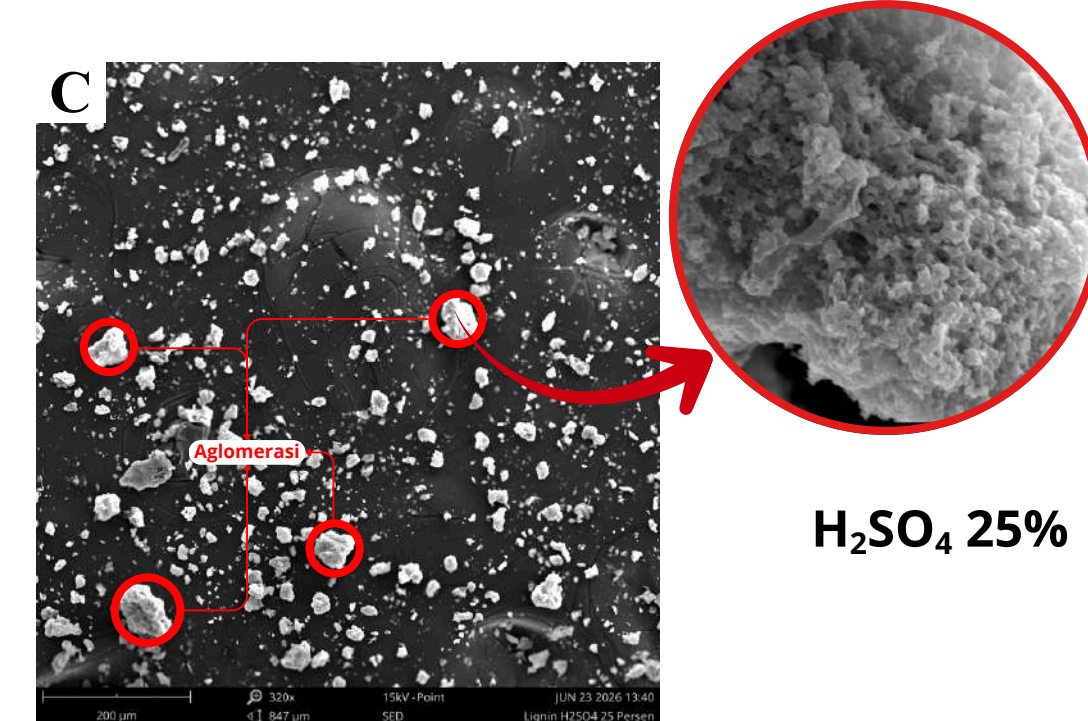
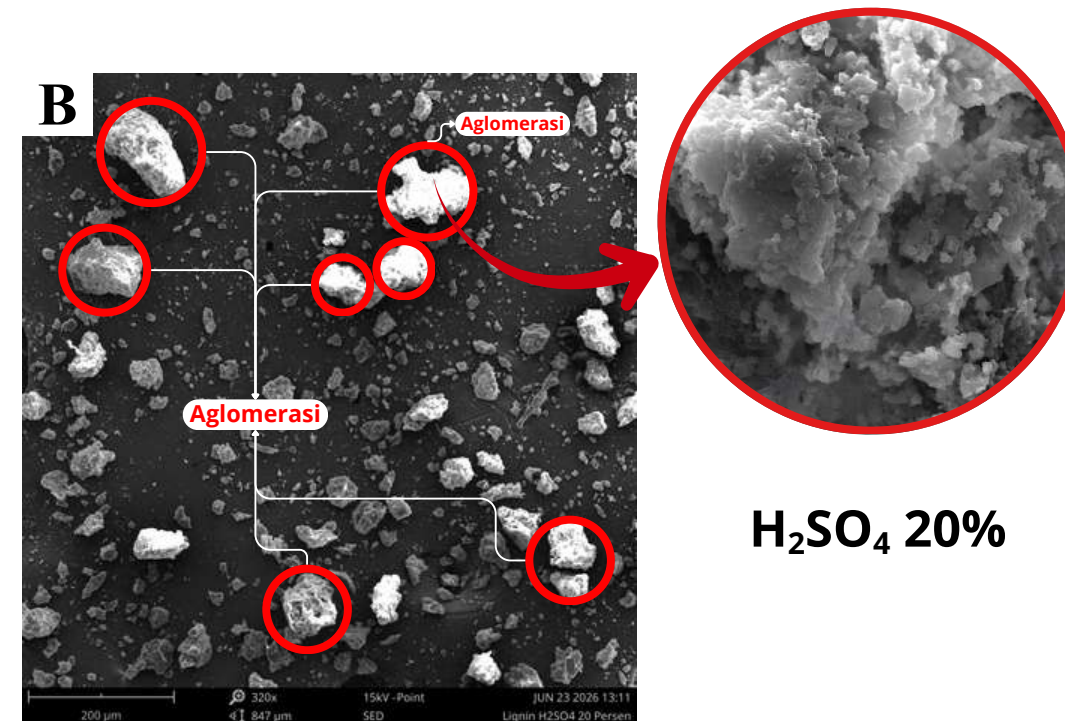
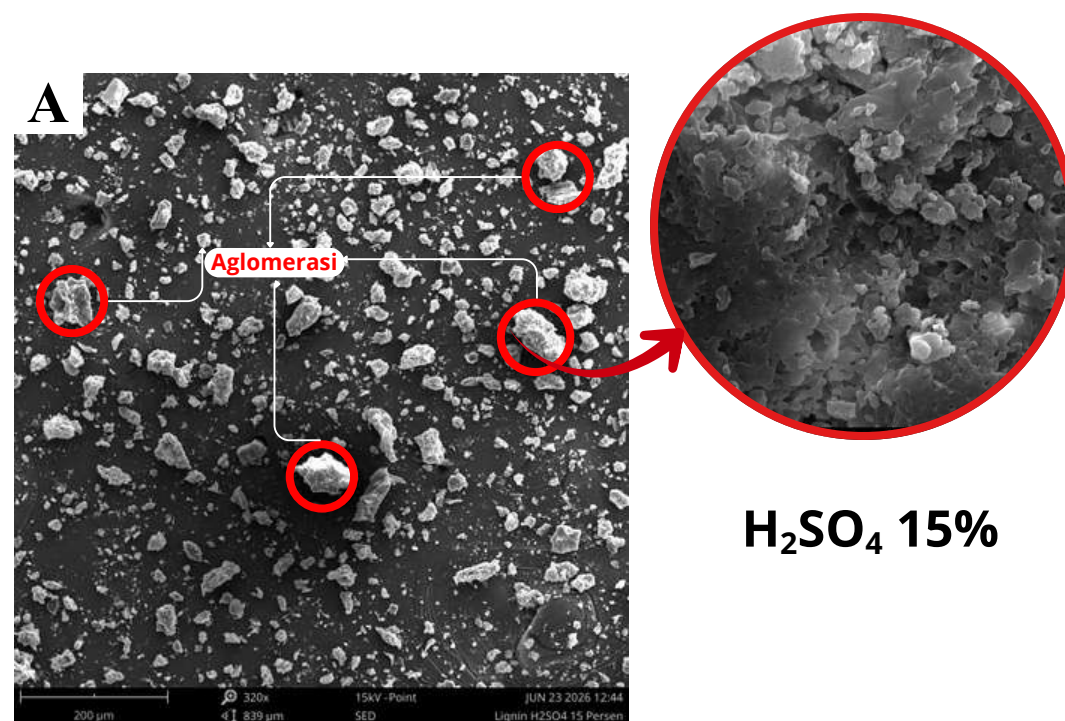
GAMBAR GRAFIK HASIL PENGUJIAN FTIR

TABEL GUGUS FUNGSI LIGNIN

Gugus Fungsi	<u>Wavenumber</u> cm ⁻¹	Daun Nipah	H ₂ SO ₄ 15%	H ₂ SO ₄ 20%	H ₂ SO ₄ 25%
O-H	3000-3400	3324	3297	3260	-
C-H	2900-3000	-	2924	2922	2932
C=C	1600-1700	1603	1623	1621	1623
C-O	1200-1300	-	1242	1283	1240
C-O	1000-1100	1043	1058	1043	1094

Hasil FTIR menunjukkan bahwa lignin hasil isolasi daun nipah memiliki gugus fungsi khas lignin berupa O-H, C-H alifatik, C=C aromatik, dan C-O. Pergeseran pita O-H setelah pengendapan menggunakan H₂SO₄ mengindikasikan terjadinya protonasi dan peningkatan ikatan hidrogen antarmolekul lignin. Keberadaan pita C-H alifatik, C=C aromatik, dan C-O menunjukkan bahwa struktur utama lignin tetap terjaga selama proses isolasi. Secara keseluruhan, sampel dengan konsentrasi H₂SO₄ 20% menunjukkan karakteristik spektrum yang paling baik karena mampu mengendapkan lignin secara efektif dengan perubahan struktur yang relatif kecil.

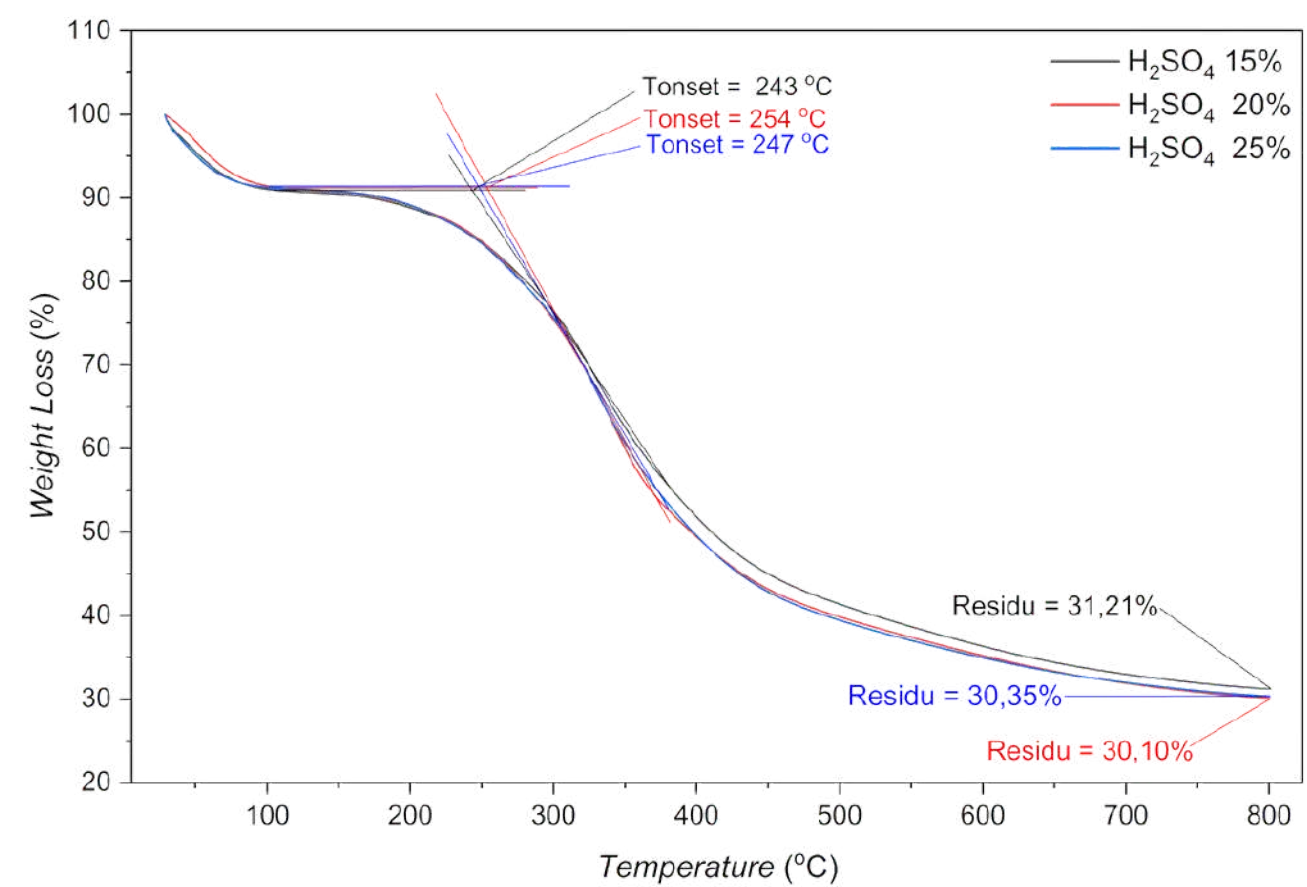
Variasi konsentrasi H_2SO_4 memengaruhi morfologi lignin melalui mekanisme supersaturasi, yang mengontrol proses nukleasi dan pertumbuhan partikel.



Pada H_2SO_4 15%, supersaturasi masih rendah sehingga terbentuk campuran partikel kecil dan aglomerat besar dengan distribusi ukuran yang lebar.

Peningkatan konsentrasi menjadi 20% menghasilkan supersaturasi yang optimum, sehingga nukleasi berlangsung lebih cepat dan menghasilkan partikel yang lebih kecil, homogen, serta terdistribusi merata.

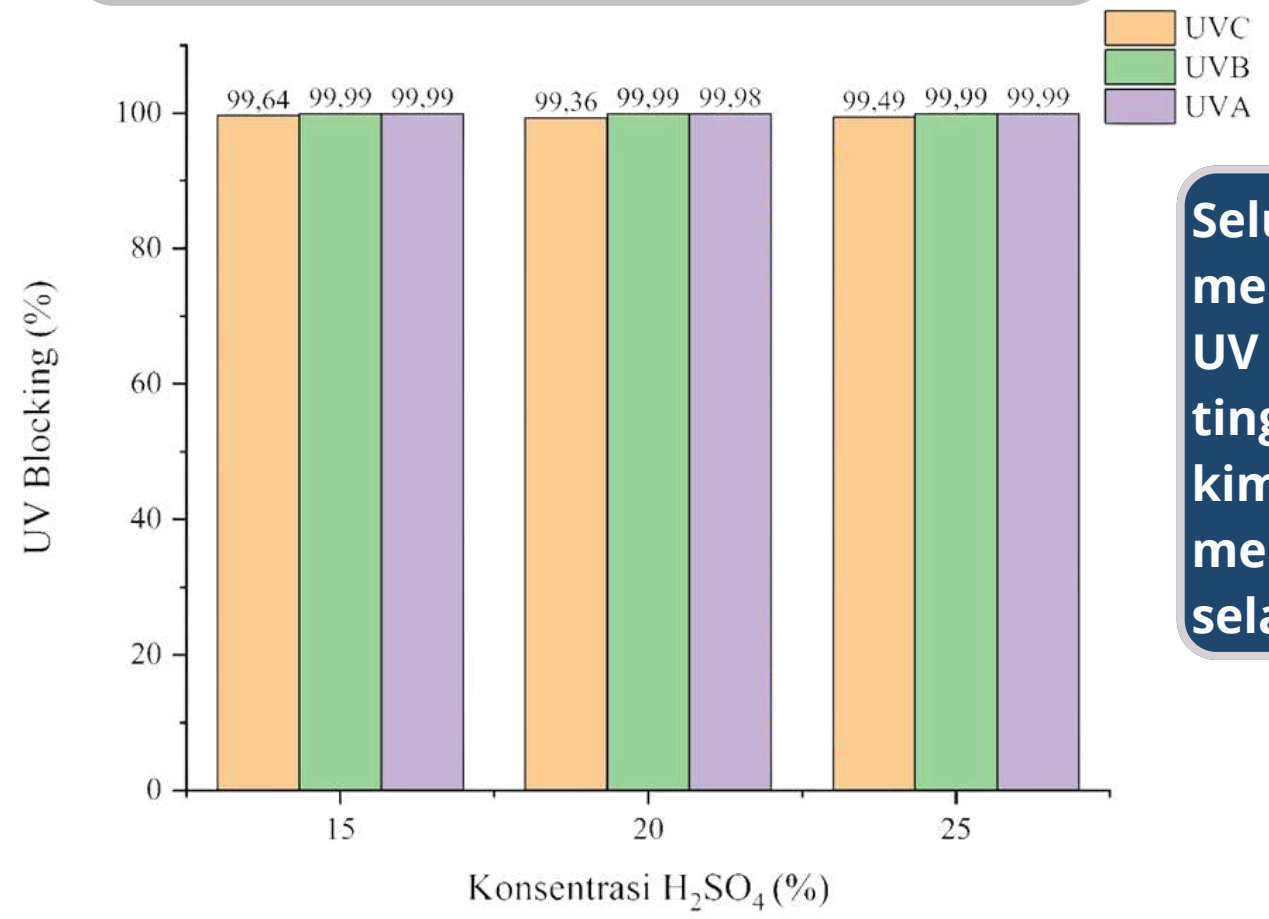
Pada H_2SO_4 25%, supersaturasi yang terlalu tinggi meningkatkan tumbukan antarpartikel sehingga terbentuk flok dan aglomerat yang lebih besar akibat bergabungnya partikel-partikel primer.



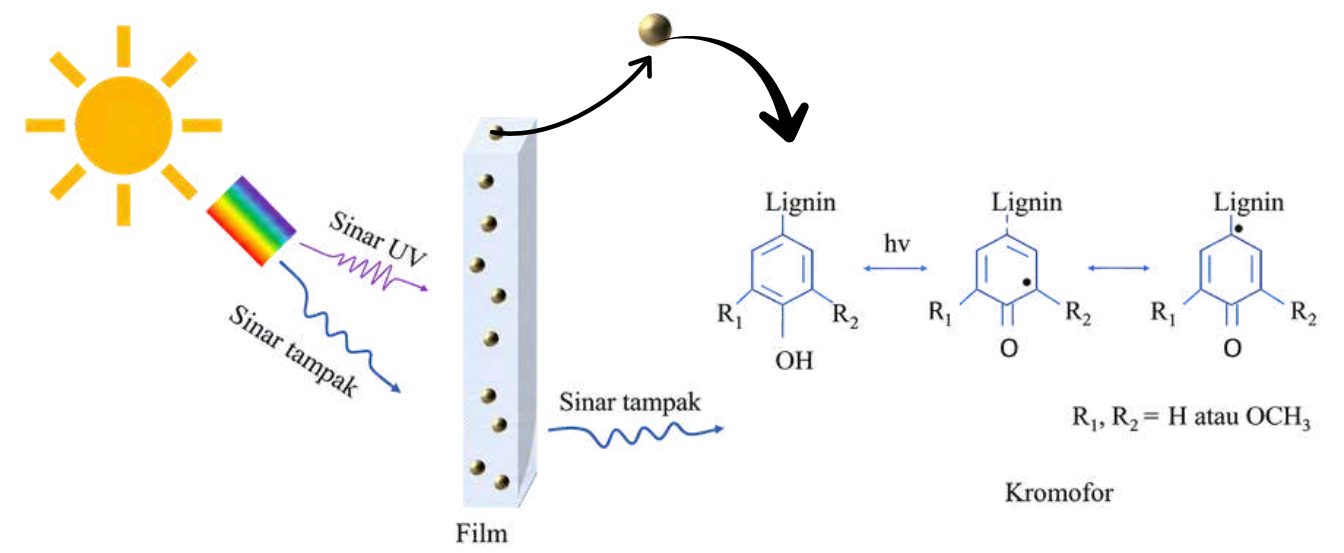
Tahapan degradasi lignin

- Suhu <100 °C, penurunan massa terutama disebabkan oleh penguapan air bebas dan air terikat
- Suhu 200-300°C, proses degradasi diawali oleh pemutusan ikatan aryl-ether, terutama ikatan β-O-4, yang merupakan ikatan paling dominan sekaligus paling lemah dalam struktur lignin.
- Suhu 300-350°C, Pada tahap ini terjadi pemutusan ikatan karbon-karbon (C-C) dan ikatan β-β antarunit fenilpropana disertai pelepasan senyawa volatil berupa fenol, guaiakol, siringol, hidroksifenol, karbon monoksida (CO), karbon dioksida (CO₂), metana (CH₄), serta uap air.
- Suhu 350-800 °C, Pembentukan massa residu lignin

Konsentrasi H₂SO₄ 20% memiliki Tonset tertinggi, sehingga memerlukan energi panas lebih besar untuk memulai degradasi sehingga memiliki ketahanan termal yg paling baik



Seluruh sampel tetap mempertahankan efisiensi UV blocking yang sangat tinggi karena struktur kimia utama lignin tidak mengalami perubahan selama proses presipitasi.



Kemampuan lignin dalam menyerap radiasi ultraviolet terutama berasal dari keberadaan gugus kromofor (chromophore) terdapat pada struktur aromatiknnya. Menurut Lin dan Dence (1992), lignin mengandung berbagai kromofor seperti cincin aromatik terkonjugasi, gugus karbonil (C=O), quinone, stilbene, coniferaldehyde, dan cinnamaldehyde, yang mampu menyerap energi foton pada daerah ultraviolet.

1. Variasi konsentrasi H_2SO_4 memengaruhi proses recovery lignin, meliputi nilai recovery, kemurnian, densitas, morfologi, komposisi unsur, dan stabilitas termal. Recovery tertinggi diperoleh pada H_2SO_4 20% (37,49%), sedangkan H_2SO_4 25% menghasilkan lignin dengan kemurnian tertinggi.
2. Karakterisasi menunjukkan seluruh sampel mempertahankan struktur khas lignin dengan gugus O-H, C=C aromatik, C=O, dan C-O. Hasil SEM-EDX menunjukkan partikel semakin rapat dengan dominasi unsur karbon dan oksigen, sedangkan TGA menunjukkan stabilitas termal yang baik dengan temperatur degradasi utama pada kisaran 327–344 °C.
3. Lignin hasil ekstraksi daun nipah memiliki kemampuan pemblokiran sinar UV yang sangat tinggi (>99%) pada daerah UVC, UVB, dan UVA, sehingga berpotensi dimanfaatkan sebagai aditif penyerap UV pada bioplastik, material pelapis, dan biomaterial lainnya.



TERIMA KASIH