

## OPTIMASI SELULOSA LIMBAH KULIT NANAS UNTUK PRODUKSI BIOGAS MELALUI METODE DELIGNIFIKASI MAE (MICROWAVE ASISSTED EXTRACTION) DENGAN PELARUT AQUADES

Safaah Nurfaizin\*, Indah Hartati

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Wahid Hasyim

Jl. Menoreh Tengah X/22, Sampangan, Semarang 50236

\*Email: nurfaizin@unwahas.ac.id

### Abstrak

Satu diantara biomass yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber energi adalah limbah kulit nanas yang kaya akan kandungan selulosa. Kandungan lignin yang cukup tinggi dalam kulit nanas menjadi masalah dalam proses hidrolisis. Penelitian yang telah dilakukan untuk mengurangi kandungan lignin dengan metode delignifikasi MAE (microwave asissted extraction). Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dengan memvariasikan suhu operasi pada 70°C, 80°C dan 90°C diperoleh hasil bahwa degradasi lignin meningkat seiring dengan kenaikan suhu operasi MAE. Pada sampel kontrol tanpa perlakuan MAE diperoleh kelarutan lignin dan selulosa sebesar 2,68% dan 17,39% dari berat sampel kering. Sedangkan setelah dilakukan proses delignifikasi MAE pada sampel, kelarutan lignin dan selulosa meningkat hingga 9,04% dan 29,42% dari berat sampel. Hasil tersebut diperoleh pada kondisi operasi suhu 90°C, waktu 20 menit dan rasio 1:20 (b/v). Kemudian hasil dilakukan analisa lanjutan dengan menggunakan FTIR untuk membandingkan komponen organik yang terdapat pada sampel. Ditemukan hasil yang serupa pada serapan didaerah lebar peak 3320 dan 3333  $\text{cm}^{-1}$  pada grafik result spectrum menunjukkan getaran gugus O-H bebas pada sekelompok gugus hidroksil dari molekul selulosa pada kulit nanas. Wavenumber 1625 dan 1630  $\text{cm}^{-1}$  pada grafik result spectrum pretreatment microwave dan menunjukkan getaran rantai aromatik pada lignin. Pada puncak peak 1032 dan 1034  $\text{cm}^{-1}$  merupakan regangan cincin glukosa, yang merupakan perubahan bentuk dari C-H pada selulosa dan hemiselulosa. Secara umum puncak grafik serapan semakin berkurang, hal tersebut menunjukkan bahwa perlakuan microwave pada kulit nanas dapat mengurangi kandungan lignin pada limbah kulit nanas.

**Kata kunci:** Selulosa, Nanas, Delignifikasi, Biogas, Microwave

### 1. PENDAHULUAN

Bayak upaya yang telah dilakukan untuk menciptakan sumber energi alternatif terbarukan dan *renewable* (Córdova et al., 2018). Tercatat terdapat 57 negara yang telah mengeluarkan kebijakan mengenai upaya pemanfaatan dan pengembangan sumber energi terbarukan mencapai 100%. Produksi *biofuel* dari biomassa menjadi pusat pengembangan energi terbarukan hingga saat ini. Potensi yang sangat besar, menjadikan titik fokus pengembangan energi terbarukan untuk mengurangi penggunaan energi minyak bumi.

Salah satu sumber energi alternatif yang dapat dikembangkan dengan teknologi tepat guna dan mudah aplikasinya sebagai pengganti bahan bakar *irenewable* adalah biogas (Yasmin & Grundmann, 2019). Biogas adalah campuran gas yang dihasilkan dari proses degradasi bahan-bahan organik dan aktivitas bakteri metanogenik pada kondisi *anaerobic* (Dragičević et al., 2015). Biogas merupakan salah satu sumber energi terbarukan yang

sedang gencarnya dipromosikan diseluruh dunia (Winqvist et al., 2019).

Melihat kondisi tersebut, telah mendorong banyak penelitian untuk mencari biomassa yang berpotensi sebagai bahan baku energi alternatif yang *renewable* dan ramah lingkungan. Salah satu biomass yang berpotensi sebagai bahan deversifikasi pembuatan biogas adalah limbah nanas. Beberapa produk komersial pengolahan nanas diantaranya adalah buah kaleng, konsentrat jus, selai, buah kristal, dan camilan kering. Namun, pengolahan dan produksi komersial nanas menghasilkan sekitar 20-40% (b / b) limbah dalam bentuk kulit dan inti (Sanguanchaipaiwong & Leksawasdi, 2018). Menurut Wijana et al. (1991) kulit nanas mengandung 81,72% air, 20,87% serat kasar, 17,53% karbohidrat, 4,41% protein, 0,02% lemak, 0,48% abu, 1,66% serat basah, dan 13,65% gula reduksi. Nanas (*Ananas comosus*) mengandung air dan serat yang tinggi seperti, hemiselulosa 67 %, selulosa 38-48 %, *alpa* selulosa 31 %, lignin 17 %, serta pentosa 26 %. Daun nanas (*Ananas comosus*) memiliki

kandungan kalsium oksalat, *pectic substances*, dan enzim bromelin (Roda A., Favari D.M., Dordoni R., 2014).

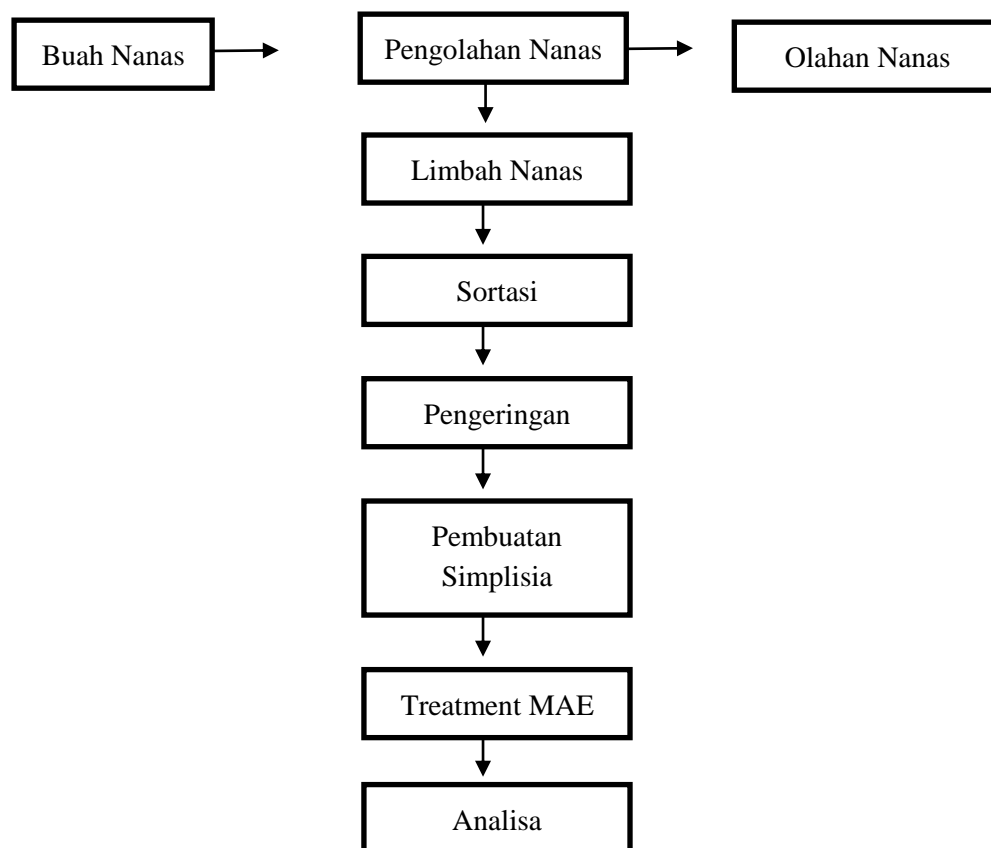
Menimbang potensi ketersediaan limbah nanas, potensi keunggulan proses delignifikasi menggunakan MAE maka dalam penelitian ini dilakukan proses pemanfaatan limbah nanas sebagai bahan baku produksi biogas melalui delignifikasi MAE. Adapun kajian spesifik dari penelitian ini terletak pada pengaruh variabel

suhu MAE terhadap penurunan kadar lignin dan peningkatan kadar selulosa limbah kulit nanas sebagai bahan untuk meningkatkan produksi biogas.

## 2. METODOLOGI

### 2.1. Alur Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Analisa Teknik Kimia Unwahas. Alur penelitian dapat dilihat pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Diagram alir penelitian limbah kulit nanas

Penelitian diawali dengan pengadaan limbah kulit nanas sebagai objek utama dalam penelitian. Kulit nanas yang digunakan berasal dari para pedagang nanas di wilayah kota Semarang berjenis nanas madu. Kulit nanas yang telah terkumpul disortasi untuk memisahkan dari bagian yang dianggap sebagai pengotor hingga didapatkan kulit nanas murni. Kemudian dilakukan pengeringan dengan sinar matahari langsung dilanjutkan dengan pengeringan menggunakan dryer hingga kadar air sekitar 10%. Setelah itu, bahan yang telah kering dilakukan pengilingan dengan ukuran 80 mesh yang dimaksudkan sebagai simplisia.

Proses selanjutnya, simplisia dicek kadar airnya sebelum dilakukan refluks untuk uji kandungan lignin dan selulosa dengan

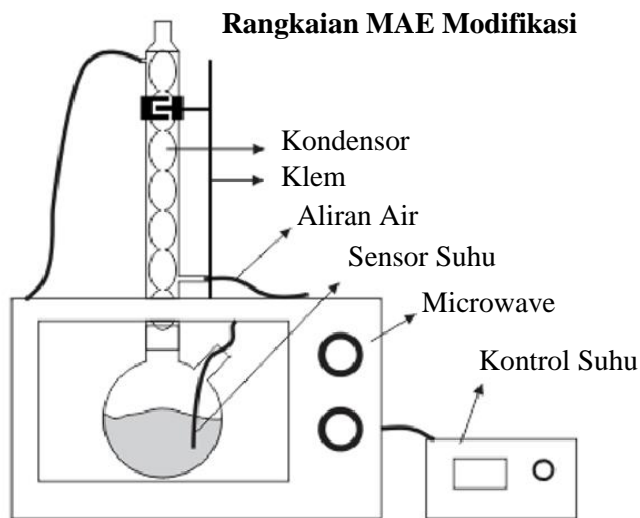
menggunakan metode Chesson-Data. Variabel proses yang dilakukan dengan metode MAE dalam penelitian ini menggunakan variabel suhu yang divariasikan pada suhu 70°C, 80°C dan 90°C sebagai variabel berubah dan variabel kontrol tanpa perlakuan MAE, waktu pemanasan selama 20 menit dan rasio antara kulit nanas dengan aquades 1:20 (b/v) sebagai variabel tetap serta konsentrasi lignin sebagai variabel respon.

### 2.2. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Microwave oven dengan daya maksimal 800 W, thermometer seperangkat alat refluks, penyumbat karet,

selang, penjepit, pH meter, erlenmeyer, gelas ukur, Furnace, FTIR.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah kulit nanas, NaOH, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Aquades.



**Gambar 2.** Rangkaian alat MAE (*microwave assisted extraction*) yang telah dilengkapi sensor panas dan *thermo control*

**2.3. Analisa Lignoselulosa menggunakan Metode Chesson-Data**

Timbang simplisia kulit nanas sebanyak 1 gram (berat a) lalu ditambahkan 150mL H<sub>2</sub>O kemudian direfluk pada suhu 100°C menggunakan mantel panas selama 1 jam. Setelah selesai hasil refluk disaring, kemudian residu dicuci dengan air panas hingga netral. Selanjutnya residu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105°C sampai berat konstan kemudian ditimbang hasilnya. Residu yang diperoleh (b) ditambahkan 150 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M, kemudian lanjut direfluk yang ke-2 selama 1 jam pada suhu 100°C, hasil refluk disaring dan dicuci hingga netral, dilanjutkan pengeringan dengan oven sampai berat konstan (c). Residu kering yang diperoleh ditambahkan 10 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 72% kemudian direndam pada suhu ruang selama 4 jam, selanjutnya ditambahkan 150 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M lalu direfluk yang ke-3 pada suhu 100°C dengan mantel panas selama 2 jam. Residu yang didapat disaring dan dicuci menggunakan H<sub>2</sub>O hingga netral. Residu kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105°C sampai konstant dan ditimbang (berat d). Proses terakhir residu yang tersisa diabukan dengan menggunakan *furnace* dan ditimbang (berat e)

dan dilakukan perhitungan sesuai Persamaan (1)-(5) berikut:

$$\text{Larut dalam air panas (\%)} = \frac{a-b}{a} \times 100\% \quad (1)$$

$$\text{Hemiselulosa (\%)} = \frac{b-c}{a} \times 100\% \quad (2)$$

$$\text{Selulosa (\%)} = \frac{c-d}{a} \times 100\% \quad (3)$$

$$\text{Lignin (\%)} = \frac{d-e}{a} \times 100\% \quad (4)$$

$$\text{Abu (\%)} = \frac{e}{a} \times 100\% \quad (5)$$

**2.4. Analisa FTIR (Fourier Transformed Infrared Spectroscopy)**

Metode analisis ini merupakan metode uji analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi bahan organik, polimerik dan dalam beberapa kasus anorganik.

**3. HASIL DAN PEMBAHASAN**

**3.1. Pengaruh *Treatment* MAE**

Limbah kulit nanas merupakan bahan yang mengandung lignoselulosa. Lignoselulosa merupakan bahan yang sulit

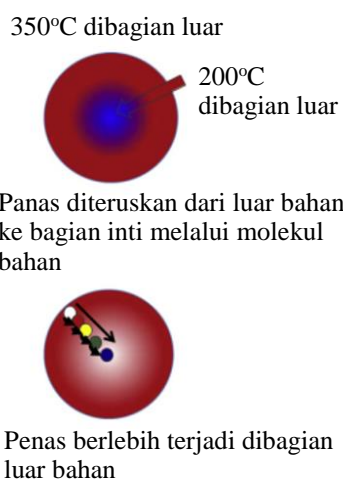
terdegradasi dan memiliki kestabilan tinggi, sehingga sulit dihidrolisis secara enzimatik ataupun dengan bantuan bakteri. Perkembangan teknologi microwave telah memberikan solusi terhadap permasalahan tersebut. Gambar 2 merupakan microwave yang telah dimodifikasi untuk dapat mengetahui pengaruh suhu terhadap degradasi lignin.

Jian (2000) menyampaikan bahwa sejumlah penelitian telah membuktikan bahwa *pretreatment microwave* dapat merubah struktur selulosa, mendegradasi lignin dan hemiselulosa dalam lignoselulosa. Golembang mikro yang dipancarkan menimbulkan tumbukan langsung dengan bahan polar atau pelarut yang mengakibatkan konduksi atau

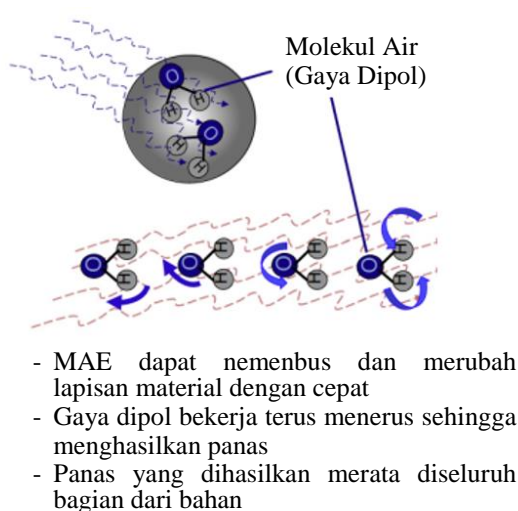
rotasi dipol. Pada saat yang berbeda dimedan elektromagnet yang beresilasi dengan frekuensi tertentu, molekul polar cenderung berusaha mengikuti medan tersebut dan bergabung didalamnya. Namun adanya gaya intermolekular menyebabkan molekul polar tidak dapat mengikuti medan. Hal ini yang menyebabkan terjadinya pergerakan partikel secara acak dan menghasilkan panas. Panas yang ditimbulkan dari peningkatan aktifitas antar molekul akan membantu memecah struktur bahan yang kompleks menjadi struktur senyawa penyusunnya yang lebih sederhana.

Perbedaan pemanasan *microwave* dan pemanasan konvensional dapat dilihat pada Gambar 3 berikut:

### Pemanasan Konvensional



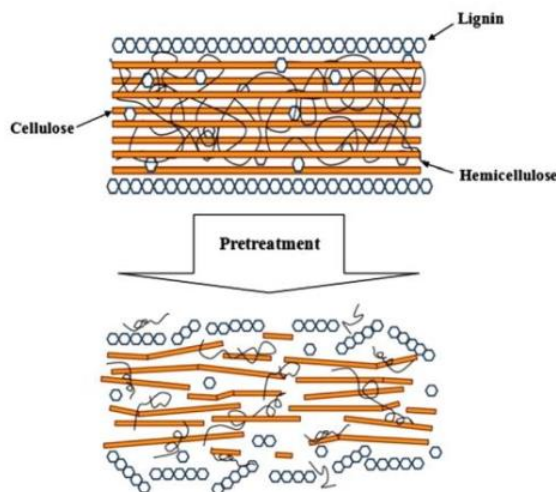
### Pemanasan dengan MAE



**Gambar 3.** Perbedaan Pemanasan Konvensional dan Pemanasan menggunakan Microwave (Tyagi & Lo, 2013)

Melihat konsep tersebut maka panas yang dipancarkan microwave akan membantu meningkatkan proses degradasi lignoselulosa yang terdapat pada kulit nanas, sehingga dapat mempercepat dan meningkatkan hidrolisis selulosa. Secara garis besar skema proses

degradasi sel lignoselulosa dapat dilihat pada Gambar 4 yang menggambarkan proses degradasi dinding sel lignin sehingga selulosa yang ada pada kulit nanas dapat dihidrolisa lebih banyak dan lebih cepat.



Gambar 4. Skema Pretreatment Degradasi Lignoselulosa (Haghighi Mood et al., 2013)

3.2. Hasil analisa Lignin dan Selulosa dengan metode Chesson-Data

Tabel 1. Hasil analisa metode Chesson-Data pada sampel MAE

Komposisi	Persentase (%)			
	Kontrol	Suhu 70°C	Suhu 80°C	Suhu 90°C
Hemiselulosa	35.1889	43.1391	48.4417	51.9881
Selulosa	17.3956	28.1955	28.1389	29.4235
Lignin	2.6839	7.4248	7.3909	9.0457

Dari Tabel 1 menunjukkan bahwa sampel limbah kulit nanas yang diberi *pretreatment microwave* mengalami kenaikan jumlah komposisi senyawa yang terlarut. Kandungan lignin yang terlarut pada sampel kontrol tanpa perlakuan *microwave* hanya sebesar 2,68%. Setelah dilakukan *pretreatment microwave* kelarutan lignin meningkat seiring dengan kenaikan variabel suhu. Persentase konsentrasi lignin tertinggi didapatkan pada suhu 90°C dengan total kelarutan sebesar 9,05% lignin dari limbah kulit nanas.

Kenaikan persentase kelarutan lignin juga menunjukkan efek positif pada kelarutan selulosa yang terdapat pada limbah kulit nanas. Tabel 1. menunjukkan kenaikan kelarutan selulosa sebesar 12,03% dari sampel limbah kulit nanas tanpa *pretreatment microwave* yang hanya sebesar 17,39% selulosa terlarut. Hal senada juga terjadi pada kelarutan selulosa yang menunjukkan seiring kenaikan suhu *microwave* juga meningkatkan hasil dari persentase kelarutan selulosa yang terdapat

pada limbah kulit nanas. Radiasi gelombang mikro dapat meningkatkan efisiensi pemanasan dan proses degradasi lignin (Binod et al., 2012). Panas yang dihasilkan dari gelombang elektromagnetik memaksa molekul air untuk bergerak dengan cepat dan saling bertumbukan. Semakin tinggi suhu yang dihasilkan menunjukkan pergerakan molekul air yang semakin cepat yang menyebabkan degradasi struktur lignin (Dehani et al., 2013).

Ferreira et al (2013) menyimpulkan bahwa metode *pretreatment* untuk meningkatkan kelarutan bahan organik dipengaruhi oleh variabel suhu. Penelitian dilakukan untuk melarutkan lignoselulosa pada jerami padi dengan *range* suhu 150-200°C. Lebih lanjut Version & Wildt (2011) menekankan bahwa pemanasan dengan *microwave*, uap air akan hilang karena suhu naik dari suhu ambien untuk 100°C. Kemudian untuk mencapai suhu tersebut dibutuhkan waktu sekitar 18 menit (Gallo et al., 2010).

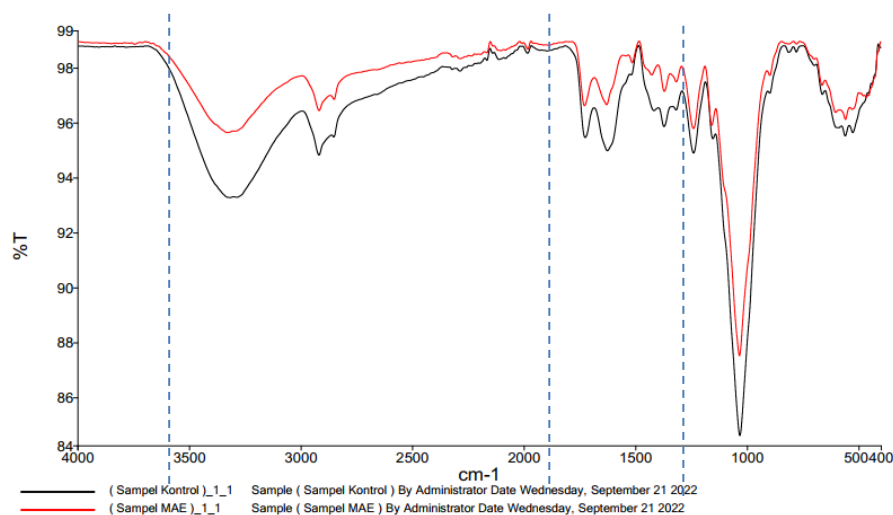
## 3.3. Analisa FTIR (Fourier Transformed Infrared Spectroscopy)

Tabel 2. Rangkuman hasil FTIR

Wavenumber (cm <sup>-1</sup> ) TKKS	Wavenumber (cm <sup>-1</sup> ) selulosa	Wavenumber (cm <sup>-1</sup> ) CNCs	Keterangan	bahan	sumber
1029,36	1024,19	1026,72	Peregangan rantai C-O	selulosa	Prasad, 2014
1318,18	1318,26	1313,96	CH <sub>2</sub> rocking vibration	selulosa	Facler, 2010
1540,40	1504,66	-	Getaran rantai aromatik	lignin	Isroi, 2012
1574,96	1593,13	-	Getaran rantai aromatik ditambah peregangan C=O	lignin	Isroi, 2012
-	3334,27	3330,36	O <sub>(3)</sub> H---O <sub>(5)</sub> intrmolecular di dalam selulosa	selulosa	Facler, 2010

Semua sampel kulit nanas menunjukkan dua daerah serapan yang menonjol. Daerah tersebut berada pada panjang gelombang cukup tinggi (2800 - 3500 cm<sup>-1</sup>) dan panjang gelombang relatif rendah (800 - 1700 cm<sup>-1</sup>). Daerah pada luasan antara 3500 - 3200 cm<sup>-1</sup>

menunjukkan getaran pada gugus OH. Pada lebar peak tersebut dapat menunjukkan adanya tiga tipe rantai hidrogen di dalam selulosa kulit nanas : O<sub>(2)</sub>H---O<sub>(6)</sub> intramolekuler, O<sub>(3)</sub>H---O<sub>(5)</sub> intramolekuler, O<sub>(6)</sub>H---O<sub>(3)</sub> intermolekuler (Isroi, 2012).



Gambar 5. Kombinasi result spectrum sampel kontrol dan pretreatment MAE

Daerah adsorpsi yang berada pada lebar peak 3320 dan 3333 cm<sup>-1</sup> pada grafik result spectrum pretreatment microwave dan result spectrum tanpa pretreatment menunjukkan adanya getaran gugus O-H bebas pada sekelompok gugus hidroksil dari selulosa dalam kulit nanas yang juga merupakan puncak peak

dengan perubahan tertinggi. Sedangkan pada wavenumber 1625 dan 1630 cm<sup>-1</sup> grafik result spectrum pretreatment microwave menunjukkan getaran rantai aromatik dari lignin pada kulit nanas. Secara umum puncak grafik serapan semakin berkurang, hal tersebut menunjukkan bahwa pelakuan microwave pada

kulit nanas dapat mengurangi kandungan lignin pada limbah kulit nanas. Pada gambar 6 dapat terdapat puncak 1032 dan 1034  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak tersebut merupakan regangan cincin glukosa, yang merupakan perubahan bentuk dari C-H pada selulosa dan hemiselulosa (Isroi et al., 2012).

Gambar 5 menunjukkan perubahan *result spectrum* sampel kontrol dan sampel *pretreatment MAE* dimana terjadi penurunan wavenumber yang menunjukkan besarnya pengaruh perlakuan MAE terhadap struktur lignin yang terdapat pada limbah kulit nanas.

#### 4. KESIMPULAN

*Pretreatment MAE* pada limbah kulit nanas menunjukkan hasil yang positif dimana hasil pelarutan selulosa dan lignin memiliki persentase lebih besar dibandingkan tanpa *pretreatment MAE*. Kondisi optimum dari variabel suhu didapat hasil terbaik pada suhu 90°C dengan kelarutan selulosa sebesar 29,42%, sedangkan kelarutan lignin yang diperoleh sebesar 9,05% yang dapat disimpulkan bahwa *pretreatment MAE* dapat meningkatkan kelarutan pada komposisi selulosa dan lignin.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Binod, P., Satyanagalakshmi, K., Sindhu, R., Janu, K. U., Sukumaran, R. K., & Pandey, A. (2012). Short duration microwave assisted pretreatment enhances the enzymatic saccharification and fermentable sugar yield from sugarcane bagasse. *Renewable Energy*, 37(1), 109–116. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2011.06.007>
- Córdova, O., Santis, J., Ruiz-Fillipi, G., Zuñiga, M. E., Feroso, F. G., & Chamy, R. (2018). Microalgae digestive pretreatment for increasing biogas production. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 82(December 2018), 2806–2813. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.10.005>
- Dehani, F. R., Argo, B. D., & Yulianingsih, R. (2013). Utilization of Microwave Irradiation to Maximize Pretreatment Process of Lignin Levels Reduction of Paddy Straw (on the production of bioethanol). *Jurnal Bioproses Komoditas Tropis*, 1(1), 13–20.
- Dragičević, V., Miletić, M., & Pavković, B. (2015). Investigation on possibilities for biogas production from organic waste on the Croatian island of KRK. *Tehnicki Vjesnik*, 22(3), 755–762. <https://doi.org/10.17559/TV-20150301094031>
- Ferreira, L. C., Donoso-Bravo, A., Nilsen, P. J., Fdz-Polanco, F., & Pérez-Elvira, S. I. (2013). Influence of thermal pretreatment on the biochemical methane potential of wheat straw. *Bioresource Technology*, 143, 251–257. <https://doi.org/10.1016/j.BIORTECH.2013.05.065>
- Gallo, M., Ferracane, R., Graziani, G., Ritieni, A., & Fogliano, V. (2010). Microwave assisted extraction of phenolic compounds from four different spices. *Molecules*, 15(9), 6365–6374. <https://doi.org/10.3390/molecules15096365>
- Haghighi Mood, S., Hossein Golfeshan, A., Tabatabaei, M., Salehi Jouzani, G., Najafi, G. H., Gholami, M., & Ardjmand, M. (2013). Lignocellulosic biomass to bioethanol, a comprehensive review with a focus on pretreatment. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 27, 77–93. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.06.033>
- Isroi, Ishola, M. M., Millati, R., Syamsiah, S., Cahyanto, M. N., Niklasson, C., & Taherzadeh, M. J. (2012). Structural changes of oil palm empty fruit bunch (OPEFB) after fungal and phosphoric acid pretreatment. *Molecules*, 17(12), 14995–15012. <https://doi.org/10.3390/molecules171214995>
- Jian, X. (2000). Influence of Microwave on the Ultrastructure of Cellulose I. *Journal of South China University of Technology*.
- Prasad Reddy, J., & Rhim, J. W. (2014). Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from garlic skin. *Materials Letters*, 129, 20–23. <https://doi.org/10.1016/J.MATLET.2014.05.019>
- Roda A., Faveri D.M., Dordoni R., L. M. (2014). Vinegar production from pineapple wastes -preliminary saccharification trials. *Chem. Engg. Transact*, 37, 607-612.
- Sanguanchaipaiwong, V., & Leksawasdi, N. (2018). Butanol production by *Clostridium beijerinckii* from pineapple waste juice. *Energy Procedia*, 153, 231–236.

- <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2018.10.006>
- Tyagi, V. K., & Lo, S. L. (2013). Microwave irradiation: A sustainable way for sludge treatment and resource recovery. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 18(71), 288–305. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2012.10.032>
- Version, D., & Wildt, D. (2011). *University of Groningen Biomass pyrolysis for chemicals de Wildt, Paulus*.
- Wijana, S., Kumalaningsih, A., Styowati, A., Efendi, U., & Hidayat, N. (1991). Optimalisasi Penambahan Tepung Kulit Nanas dan Proses Fermentasi pada Pakan Ternak terhadap Peningkatan Kualitas Nutrisi. *Universitas Brawijaya, Malang*.
- Winquist, E., Rikkonen, P., Pyysiäinen, J., & Varho, V. (2019). Is biogas an energy or a sustainability product? - Business opportunities in the Finnish biogas branch. In *Journal of Cleaner Production* (Vol. 233, pp. 1344–1354). <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.06.181>
- Yasmin, N., & Grundmann, P. (2019). Adoption and diffusion of renewable energy – The case of biogas as alternative fuel for cooking in Pakistan. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 101(October 2018), 255–264. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2018.10.011>