LAPORAN TUGAS AKHIR

PENGARUH DELIGNIFIKASI TERHADAP ANALISIS GULA PEREDUKSI SECARA VOLUMETRI DALAM LIMBAH KULIT NANAS

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli Madya (A.Md.Si) Analisis Kimia di Program D III Analisis Kimia

Disusun oleh:

Hani Triyani

NIM: 19231007

PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA

2022

LAPORAN TUGAS AKHIR

PENGARUH DELIGNIFIKASI TERHADAP ANALISIS GULA PEREDUKSI SECARA VOLUMETRI DALAM LIMBAH KULIT NANAS

THE EFFECT OF DELIGNIFICATION ON VOLUMETRIC ANALYSIS OF REDUCING SUGAR IN PINEAPPLE PEEL WASTE

Disusun oleh:

Hani Triyani

NIM: 19231007

PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA

2022

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

PENGARUH DELIGNIFIKASI TERHADAP ANALISIS GULA PEREDUKSI SECARA VOLUMETRI DALAM LIMBAH KULIT NANAS

Dipersiapkan dan disusun oleh :

Hani Triyani
NIM: 19231007

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi D III Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
Pada 21 April 2022

Menyetujui,

Ketua Program Studi	Pembimbing
Tri Esti Purbaningtias, M.Si.	**Bayu Wiyantoko, M.Sc**
NIK. 132311102	**NIK. 132311101**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

PENGARUH DELIGNIFIKASI TERHADAP ANALISIS GULA PEREDUKSI SECARA VOLUMETRI DALAM LIMBAH KULIT NANAS

Dipersiapkan dan disusun oleh :

Hani Triyani

NIM: 19231007

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 26 April 2022

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji

Bayu Wiyantoko, M.Sc.

NIK. 132311101

Penguji I

Kuntari, M.Sc

NIK. 162310401

Penguji II

Puji Kurniawati, M.Sc

NIK. 132311103

Mengetahui,

Dekan Fakultas MIPA UII

Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

NIK. 006120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir yang berjudul "Pengaruh Delignifikasi Terhadap Analisis Gula Pereduksi Secara Volumetri Dalam Limbah Kulit Nanas" ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 20 Maret 2022
Penyusun,



(Hani Triyani)

MOTTO

"*Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan, sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan."*

(Q.S. Al Insyirah: 5-6)

"Allah tidak membebani seseorang itu melainkan sesuai dengan kesanggupannya."

(Q.S. Al Baqarah: 286)

"*Apapun yang menjadi takdirmu, akan mencari jalannya menemukanmu."*
– Ali bin Abi Thalib –

"Jatuh lagi, bangkit lagi, belajar lagi."

(*Penulis)*

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulilahirabbil'alamin, atas terselesaikannya tugas akhir ini, saya persembahkan rasa terima kasih saya kepada :

1. Mama dan Mimi, dua sosok yang menjadi tujuan utama dalam hidupku, yang selalu membuka lengannya saat dunia menutup pintunya, yang selalu membuka hatinya saat orang lain menutup telinga untuk teteh. Terima kasih banyak atas do'a, pengorbanan, pengertian, kesabaran, dukungan dan limpahan kasih sayang yang akan selalu menjadi bagian jiwa teteh.
2. Segenap Civitas Akademik Analisis Kimia UII dan Almamater tercinta. Terima kasih untuk seluruh Dosen beserta Staff Analisis Kimia UII yang sudah mengajarkan banyak ilmu dan membimbing saya dengan sabar dan ikhlas. Terutama Mas Yorfan dan Mba Lia terima kasih sudah sangat membantu saya di masa-masa penelitian selama tiga bulan ini.
3. Teman-teman seperjuangan Analisis Kimia UII Angkatan 2019. Terima kasih untuk kebersamaannya selama tiga tahun ini. Tak terasa waktu cepat berlalu, semoga kalian semua sukses dan kita dapat kembali bertemu.
4. Partner sambat terbaik sepanjang penelitian di Laboratorium Kimia Terapan, Cici, Iqbal, Hindun, dan Rola. Terima kasih sudah selalu membersamai sampai petang bahkan diusir laboran. Terima kasih sudah menjadi tempat berbagi informasi, keluhan, gosipp terbaru, dan segala hal yang sebenarnya tidak terlalu penting dan berpengaruh untuk kemajuan kita apalagi kemajuan dunia sains. Walaupun awalnya hanya hahahihi di lab dan banyak hasil penelitian yang gagal, tapi *alhamdulilah* akhirnya kita selesai ya.
5. Teman-teman seperjuangan yaitu Irma, Yozevin, dan Anisa yang selalu mendengarkan, menguatkan, dan mengingatkan bahwa ada akhir yang harus diselesaikan. Terima kasih untuk tiga tahun yang sangat menyenangkan dan berkesan ini. *Alhamdulilah* Allah mempertemukan saya dengan kalian.
6. Diriku sendiri, tetap semangat dan jangan cepat merasa puas ya!

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum warrahmatullahi wabarakatuh

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya yang sangat besar, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul "Pengaruh Delignifikasi Terhadap Analisis Gula Pereduksi Secara Volumetri Dalam Limbah Kulit Nanas". Shalawat serta salam semoga selalu tercurah limpahkan kepada Nabi Muhammad SAW, beserta keluarganya, para sahabatnya, dan InsyaAllah kepada kita selaku umatnya hingga di Yaumil Akhir nanti.

Adapun Laporan Tugas Akhir ini disusun untuk memenuhi syarat menyelesaikan program Pendidikan DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Dalam penyelesaian laporan ini, penulis menyadari bahwa penyusunan Laporan Tugas Akhir ini sangat sulit untuk dapat diselesaikan tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, dalam kesempatan yang baik ini penulis ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si., selaku Ketua Program Studi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik.
4. Bapak Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir yang sudah banyak memberikan bimbingan, saran, dan nasehat.
5. Seluruh Dosen dan Staff Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia yang telah memberikan banyak ilmu, baik ilmu dunia maupun akhirat.
6. Seluruh Laboran Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia yang sudah turut andil dalam kelancaran studi saya, khususnya saat praktikum dan penelitian.

7. Pihak-pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu yang telah turut membantu sehingga Laporan Tugas Akhir ini dapat terselesaikan dengan baik dan tepat pada waktunya.

Akhir kata penulis menyadari bahwa penulisan laporan ini masih belum sempurna dikarenakan terbatasnya ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis memohon maaf atas segala kekurangannya, serta mengharapkan bimbingan berupa kritik dan saran yang bersifat membangun sehingga laporan ini dapat bermanfaat di masa mendatang untuk seluruh pihak terkait.

Wassalamu'alaikum warrahmatullahi wabarakatuh.

Yogyakarta, 20 Maret 2022

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL i
HALAMAN PENGESAHAN ii
PERNYATAAN iv
MOTTO v
HALAMAN PERSEMBAHAN vi
KATA PENGANTAR vii
DAFTAR ISI ix
DAFTAR GAMBAR xi
DAFTAR TABEL xii
DAFTAR LAMPIRAN xiii
INTISARI xiv
BAB I PENDAHULUAN 1
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 3
1.3 Tujuan Penelitian 3
1.4 Manfaat Penelitian 3
BAB II DASAR TEORI 4
2.1 Nanas 4
2.2 Glukosa 5
2.3 Selulosa 6
2.4 Hemiselulosa 7
2.5 Lignin 7
2.6 Delignifikasi 8
2.7 Hidrolisis 9
2.8 Metode Luff Schoorl 10
2.9 Batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ) 10
2.10 Presisi 11
BAB III METODOLOGI PENELITIAN 13
3.1 Alat 13
3.2 Bahan 13
3.3 Prosedur Kerja 13
3.3.1 Pembuatan larutan luff schoorl 13
3.3.2 Pembuatan larutan H_2SO_4 25% 13

3.3.3 Pembuatan larutan H_2SO_4 1 N 14
3.3.4 Pembuatan indikator kanji 1% 14
3.3.5 Pembuatan larutan KI 20% 14
3.3.6 Pembuatan larutan $Na_2S_2O_3$ 0.1 N 14
3.3.7 Standarisasi larutan $Na_2S_2O_3$ 0.1 N..... 14
3.3.8 Preparasi sampel..... 15
3.3.9 Delignifikasi sampel..... 15
3.3.10 Hidrolisis sampel..... 15
3.3.11 Metode chesson 15
3.3.12 Penentuan blanko 16
3.3.13 Penentuan gula pereduksi standar glukosa..... 16
3.3.14 Penentuan gula pereduksi sampel 16
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 17
4.1 Preparasi 17
4.2 Delignifikasi 17
4.3 Hidrolisis 19
4.4 Metode chesson 21
4.5 Penentuan gula pereduksi 22
4.5.1 Penentuan gula pereduksi standar glukosa..... 23
4.5.2 Penentuan gula pereduksi sampel 25
4.5.3 Batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ)..... 27
4.5.4 Presisi 28
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....30
DAFTAR PUSTAKA 31
Lampiran 35

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kedudukan Taksonomi Buah Nanas 4
Tabel 4.1 Hasil Bobot Konstan Sampel Nanas 15
Tabel 4.2 Hasil Analisa menggunakan Metode Chesson 21
Tabel 4.3 Hasil Standarisasi Larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N 22
Tabel 4.4 Hasil Penentuan Standar Glukosa 23
Tabel 4.5 Hasil Kadar Gula Pereduksi Sampel 26
Tabel 4.6 Konsentrasi Terukur Standar Glukosa 27
Tabel 4.7 Data Konsentrasi Teoritis dan Konsentrasi Terukur 27
Tabel 4.8 Hasil Uji Presisi 29

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Nanas (*Ananas comosus L Merr*) 4
Gambar 2.2 Struktur Molekul Glukosa 5
Gambar 2.3 Struktur Lignoselulosa 6
Gambar 2.4 Struktur Kimia Hemiselulosa 7
Gambar 2.5 Struktur Kimia Lignin 7
Gambar 2.6 Mekanisme Pemutusan Ikatan antara Lignin dan Selulosa 8
Gambar 2.7 Reaksi Proses Hidrolisis Asam 9
Gambar 2.8 Rangkaian Alat Hidrolisis 9
Gambar 4.1 Sampel Sebelum dan Setelah Delignifikasi 18
Gambar 4.2 Proses Degradasi Lignoselulosa oleh NaOH 18
Gambar 4.3 Mekanisme Selulosa Dengan Hidrolisis Asam 20
Gambar 4.4 Hasil Grafik Standar Glukosa 24
Gambar 4.5 Hubungan Konsentrasi dengan Kadar Gula Pereduksi 26

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Pembuatan Reagen 35
Lampiran 2 Penentuan Metode Chesson.....39
Lampiran 3 Penentuan Konsentrasi Standar 42
Lampiran 4 Penentuan Konsentrasi Sampel 44
Lampiran 5 Parameter Pengujian.....46
Lampiran 6 Dokumentasi Penelitian.....48

PENGARUH DELIGNIFIKASI TERHADAP ANALISA GULA PEREDUKSI SECARA VOLUMETRI DALAM LIMBAH KULIT NANAS

Hani Triyani

Program Diploma III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta
Email : hanitriyani21@gmail.com

INTISARI

Telah dilakukan pengukuran terhadap kadar gula pereduksi pada sampel kulit nanas dengan parameter pengujian linearitas, LOD, LOQ, dan presisi. Penelitian ini menggunakan dua macam perlakuan sampel, yaitu sampel tanpa delignifikasi dan dengan delignifikasi untuk melihat ada atau tidaknya perbedaan hasil kandungan lignoselulosa yang signifikan. Delignifikasi dilakukan menggunakan metode chesson dengan variasi konsentrasi NaOH 1%, 3%, 5%, dan 10% yang bertujuan untuk mengetahui konsentrasi optimum senyawa lignin yang dapat dipisahkan. Tujuan dilakukannya hidrolisis adalah untuk mengubah polisakarida menjadi monomer gula yang lebih sederhana. Hidrolisis yang digunakan adalah hidrolisis dengan asam sulfat 1 N yang kemudian dianalisis menggunakan metode luff schoorl untuk mengetahui kadar gula pereduksi pada sampel. Hasil penelitian yang diperoleh pada sampel tanpa delignifikasi dan dengan delignifikasi menggunakan variasi konsentrasi NaOH 1%, 3%, 5%, dan 10% secara berturut-turut adalah sebesar 21,44; 23,72; 24,94; 27,22; dan 34,22 mg dengan nilai linearitas sebesar 0,999; nilai LOD 7,1051 mg dan nilai LOQ 23,6835 mg, serta %RSD berturut-turut sebesar 2,46%; 1,11%; 1,06%; 1,94%; dan 1,54%.

Kata kunci: kulit nanas, delignifikasi, gula pereduksi.

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia dikenal sebagai negara tropis yang mempunyai keragaman hayati yang tinggi dimana banyak jenis tanaman yang dapat tumbuh subur dan dapat dengan mudah ditanam di Indonesia. Di bidang pertanian, Indonesia mempunyai luas lahan pertanian yang cukup luas dibandingkan dengan negara-negara di Asia lainnya. Menurut Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral (ESDM) (2018), Indonesia mempunyai potensi limbah berupa biomassa sebesar 885,2 juta Gigajoule (GJ) pertahun. Limbah biomassa tersebut dapat dihasilkan dari berbagai macam tanaman seperti batang pisang, batang jagung, batang padi, kulit nanas, rumput liar dan sebagainya.

Biomassa yang diperoleh dari tanaman merupakan sumber daya yang dapat terbarukan (Rahman, 2013). Salah satu biomassa yang banyak ketersediaannya adalah limbah dari tanaman nanas yaitu tanaman pangan yang banyak ditanam di Indonesia. Pemanfaatan tanaman nanas hingga saat ini hanya sebatas pemanfaatan buahnya saja. Untuk pemanfaatan lignoselulosa kulit nanas (*pineapple peel*) belum banyak dipergunakan.

Lignoselulosa biomassa biasanya terdiri dari selulosa, hemiselulosa dan lignin (Rahman, 2013). Pada umumnya, kulit nanas mengandung abu 0,71-0,87%, lignin 4,4-4,7%, dan selulosa 69,5-71,5% sehingga dengan kandungan selulosa yang cukup tinggi pada kulit nanas memungkinkan untuk dilakukan penelitian pemanfaatan selulosa kulit nanas untuk dapat diubah menjadi bahan yang lebih berharga. Pemanfaatan lignoselulosa sebagai sumber glukosa sedang diteliti untuk mendapatkan nilai ekonomis yang lebih tinggi (Rahman, 2013). Tetapi tidak semua komponen yang terdapat dalam lignoselulosa dapat dimanfaatkan untuk menghasilkan glukosa, hanya selulosa dan hemiselulosa yang dapat diubah menjadi gula (glukosa). Akan tetapi pada hemiselulosa terdapat gugus lain selain glukosa, seperti: xylose, arabinose, galaktosa, dan manosa. Dengan demikian, diperlukan beberapa macam *pretreatment* untuk menghilangkan lignin dan hemiselulosa.

Pada umumnya hidrolisis bahan lignoselulosa dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu hidrolisis asam dan hidrolisis enzimatis. Hambatan proses hidrolisis selulosa baik secara asam maupun enzimatis adalah adanya struktur kristalin dan lignin yang berfungsi sebagai pelindung selulosa (Judoamidjojo, dkk. 1989). Lignoselulosa merupakan senyawa kompleks dan tahan terhadap hidrolisa enzimatik, maka perlu dilakukan *pretreatment* penghilangan lignin dan hemiselulosa untuk meningkatkan laju hidrolisa (Preeti, 2013). *Pretreatment* yang dapat dilakukan adalah delignifikasi yaitu proses kimia untuk memisahkan lignin dan hemiselulosa dari selulosa yang berada pada lignoselulosa. Proses delignifikasi menghancurkan lignin yang berada di sekitar molekul selulosa. Begitu pula dengan hemiselulosa yang mengikat molekul selulosa juga dihancurkan dalam *pretreatment* (Rahman, 2013).

Proses hidrolisis berbahan lignoselulosa telah dilakukan antara lain hidrolisis biji nangka menggunakan larutan HCl 0,1 N mendapatkan gula 9,84 mg/mL (Maryudi, 1999). Hidrolisis sampah buah dan sayur menggunakan larutan H_2SO_4 0,25% menghasilkan gula 17,92 mg/mL (Wicakso, 2008). Hidrolisis daun nanas dengan katalis HCl 0,3 N menghasilkan kadar glukosa terbesar yaitu 8,958-9,594% (Diana, dkk. 2011). Selain itu, proses delignifikasi berbahan lignoselulosa juga telah dilakukan diantaranya delignifikasi batang pisang dengan HNO_3 dan $NaNO_2$ menggunakan metode luff schoorl dengan konversi tabel luff schoorl menghasilkan gula pereduksi sebesar 10,18% (Dzaki, 2018). Delignifikasi ultrasonik batang jagung dengan alkali dan hidrotermal menggunakan metode DNS menghasilkan gula pereduksi sebesar 0,124 mg/mL (Prasutiyo dan Dora, 2015).

Kebaharuan penelitian ini adalah uji gula pereduksi terhadap kulit nanas sebagai sumber selulosa dengan delignifikasi secara kimia menggunakan metode luff schoorl dengan pendekatan kurva kalibrasi. Hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai dasar pengembangan proses sumber alam yang banyak mengandung selulosa menjadi glukosa dan untuk mencari alternatif lain penggunaan enzim. Harapannya metode ini mampu menjadi pengembangan teknologi baru yang akhirnya dapat dimanfaatkan sebagai bahan produksi bioetanol.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang ada, maka diperoleh rumusan masalah sebagai berikut :

1. Berapa kadar gula pereduksi kulit nanas menggunakan metode luff schoorl dengan pendekatan kurva kalibrasi?
2. Berapa konsentrasi kadar gula pereduksi optimum yang dapat dihasilkan dari proses hidrolisis kulit nanas menggunakan delignifikasi dengan variasi konsentrasi NaOH?
3. Bagaimana hasil parameter pengujian linearitas, LOD dan LOQ serta presisi kadar gula pereduksi pada kulit nanas menggunakan metode luff schoorl?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui kadar gula pereduksi pada kulit nanas menggunakan metode luff schoorl dengan pendekatan kurva kalibrasi.
2. Mengetahui konsentrasi optimum kadar gula pereduksi pada kulit nanas menggunakan delignifikasi dengan variasi konsentrasi NaOH.
3. Mengetahui hasil parameter pengujian linearitas, LOD dan LOQ serta presisi kadar gula pereduksi pada kulit nanas menggunakan metode luff schoorl.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang didapatkan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Penelitian ini diharapkan dapat memenuhi wawasan dan informasi terkait metode yang lebih baik dalam mengidentifikasi kandungan kadar gula pereduksi pada kulit nanas.
2. Hasil penelitian ini diharapkan dapat dijadikan rujukan untuk penelitian mengenai identifikasi kadar gula pereduksi pada kulit nanas dan dapat menjadi salah satu bahan bacaan yang dapat memperkaya ilmu pengetahuan khususnya ilmu pengetahuan di bidang analisis kimia.
3. Hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai dasar pengembangan proses sumber alam yang banyak mengandung selulosa untuk dikonversi menjadi gula pereduksi dan produk lainnya.

BAB II
DASAR TEORI

2.1 Nanas

Nanas berasal dari daerah Brazil. Di Indonesia, nanas di tanam di kebun-kebun, pekarangan, atau tempat lain yang cukup mendapat sinar matahari pada ketinggian 1-1300 mdpl. Nanas merupakan tanaman buah yang selalu tersedia sepanjang tahun, tingginya mencapai 50-150 cm, terdapat tunas menyarap pada bagian pangkalnya berkumpul dalam roset akar dan pangkalnya melebar. Daun nanas merupakan daun majemuk yang berbentuk pedang, tebal, panjang 80-120 cm, lebar 2-6 cm, ujung lancip menyerupai duri, tepi berduri tempel yang bengkok ke atas, sisi bawah bersisik putih, berwarna hijau atau hijau kemerahan (Sugeng, dkk., 2010). Bentuk tanaman nanas dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Nanas (*Ananas comosus L Merr*)

Kedudukan taksonomi tanaman nanas (*Ananas comosus L Merr*) dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Kedudukan Taksonomi Buah Nanas

Kingdom	Plantae
Divisi	Spermatophyta
Kelas	Angiospermae
Ordo	Farinosae
Famili	Bromiliaccae
Genus	Ananas
Species	*Ananas comosus L. Merr*

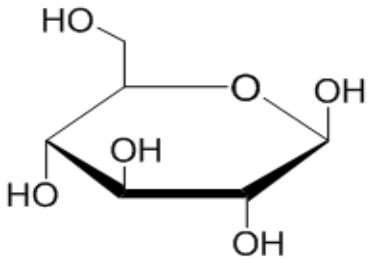
Sumber: Bartholomew, dkk. (2002)

Buah nanas (*Ananas comosus L. Merr*) merupakan salah satu jenis buah yang terdapat di Indonesia, mempunyai penyebaran yang merata. Selain dikonsumsi sebagai buah segar, nanas juga banyak digunakan sebagai bahan baku industri

pertanian. Industri pengolahan nanas ini tiap jam dapat mengolah buah nanas segar sebanyak 30 ton dan menghasilkan limbah sebanyak 50-65% atau sebesar 15-19,5 ton limbah (Biro Pusat Statistik, 2013). Komposisi kandungan kimia nanas adalah bahan lignoselulosa, diantaranya selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Menurut penelitian Hidayat (2008) serat nanas mengandung abu 0,71-0,87%, lignin 4,4-4,7%, dan selulosa 69,5-71,5%. Kandungan selulosa yang terdapat pada tanaman nanas cukup menarik dan memiliki potensi yang cukup besar untuk dikembangkan menjadi sumber energi terbarukan sehingga dapat dimanfaatkan secara maksimal.

2.2 Glukosa

Glukosa merupakan salah satu monosakarida sederhana dengan rumus molekul $C_6H_{12}O_6$. Glukosa adalah karbohidrat terpenting bagi tubuh karena glukosa bertindak sebagai bahan bakar metabolik utama dan berfungsi untuk proses sintesis karbohidrat lain seperti glikogen, galaktosa, ribosa, dan deoksi ribosa (Murray, dkk., 2009). Semua jenis karbohidrat pada makanan akan terhidrolisis menjadi monosakarida yaitu glukosa, galaktosa, dan fruktosa di dalam saluran pencernaan. Struktur molekul glukosa dapat ditunjukkan pada Gambar 2.2.

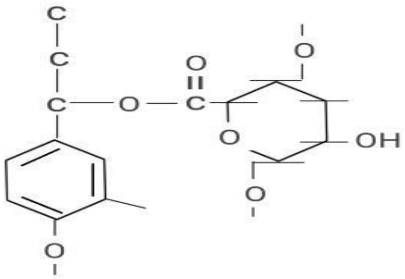


Gambar 2.2 Struktur Molekul Glukosa (Murray, dkk., 2009)

2.3 Selulosa

Selulosa $(C_6H_{10}O_5)n$ merupakan polimer berantai panjang polisakarida karbohidrat yang berasal dari β-glukosa. Selulosa merupakan senyawa organik penyusun utama dinding sel tumbuhan. Selulosa memiliki sifat berbentuk senyawa berserat, mempunyai tegangan tarik yang tinggi, tidak larut dalam air dan pelarut organik (Wibisono, dkk., 2011).

Selulosa merupakan polimer yang bersifat biokompatibel, keberadaannya sangat melimpah di alam, dan ramah lingkungan karena selulosa mudah terdegradasi, tidak beracun, dan dapat diperbarui. Akhir-akhir ini selulosa banyak dimanfaatkan sebagai bahan baku alternatif di industri sehingga permintaan selulosa semakin meningkat. Namun, pemanfaatan selulosa belum dapat meluas untuk diterapkan diberbagai bidang karena adanya ikatan hidrogen intra- dan antarmolekul pada struktur selulosa yang kuat sehingga proses pemisahan sangat sulit dilakukan (Song, dkk., 2008). Keberadaan selulosa di alam banyak ditemukan dalam keadaan tidak dalam bentuk murni, yaitu masih dalam bentuk lignoselulosa (Rowell, 2005). Struktur lignoselulosa dapat dilihat pada Gambar 2.3.



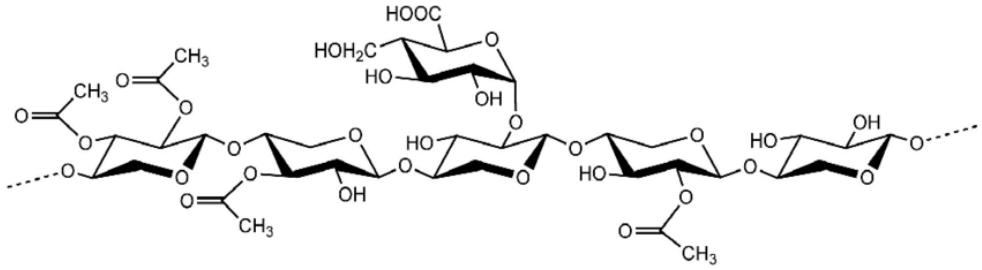
Gambar 2.3 Struktur Lignoselulosa (Rahmidar, dkk., 2018)

Selulosa memiliki ikatan hidrogen sehingga polimernya relatif stabil. Selama proses produksi serat selulosa dapat mempertahankan *aspect ratio* perbandingan panjang terhadap diameter (L/d) yang tinggi karena memiliki elastisitas dan fleksibilitas yang baik (Yudhanto, 2016). Sumber selulosa di alam sangat melimpah namun belum dapat ditemukan dalam bentuk murni. Berbagai metode alternatif dilakukan untuk mendapatkan selulosa murni. Namun, tidak seluruh bagian selulosa dapat terpisah dari lignoselulosa (Fitria, dkk., 2017). Beberapa metode pemisahan dibutuhkan untuk memisahkan antara selulosa dan lignin yang saling terikat satu sama lain (Mulyadi, 2019).

2.4 Hemiselulosa

Hemiselulosa merupakan polimer alami seperti selulosa. Menurut Brunner (2014), perbedaan selulosa dengan hemiselulosa yaitu hemiselulosa memiliki monomer karbohidrat, diantaranya galaktosa, glukosa, xilosa, arabinosa, dan manosa. Hemiselulosa juga pada umumnya memiliki sifat yang lebih higroskopis

dibanding selulosa karena strukturnya yang lebih terbuka sehingga dapat menyerap lebih banyak air. Struktur kimia hemiselulosa dapat dilihat pada Gambar 2.4.

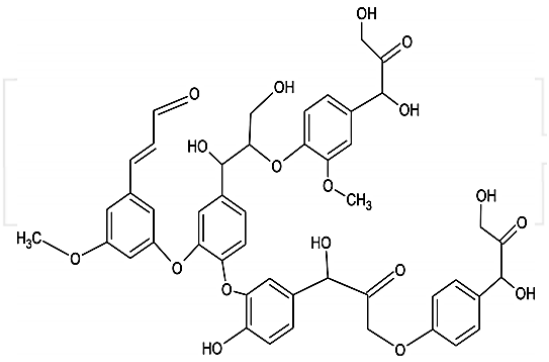


Gambar 2.4 Struktur Kimia Hemiselulosa (Benaimeche, dkk., 2020)

Hemiselulosa dapat ditemukan dalam dinding sel tanaman (Mišurcová, dkk., 2012). Umumnya, hemiselulosa tidak larut dalam air, namun larut dalam alkali sehingga dapat lebih mudah dihidrolisis dengan larutan basa sehingga hemiselulosa biasa disebut juga dengan gamma-selulosa (Y-selulosa) (Venkateshwan dan Elayaperumal, 2010).

2.5 Lignin

Lignin merupakan zat organik polimer yang terdapat di semua tumbuhan vascular yang letaknya mengisi dinding sel, yang letaknya terdapat di dinding primer, dinding sekunder, dan rongga tengah atau biasa disebut *middle lamella* (Kögel-Knabner, dkk., 2013). Makromolekul ini memiliki peran penting, yaitu mengikat serat tanaman dan membuat batang tanaman menjadi kokoh dan berdiri tegak karena adanya gugus aromatik yang saling terhubung dengan 2,3 gugus karbon rantai alifatik (Setiati, dkk., 2016). Rumus molekul lignin adalah ($C_{10}H_{12}O_3$) dan struktur kimianya dapat dilihat pada Gambar 2.5.

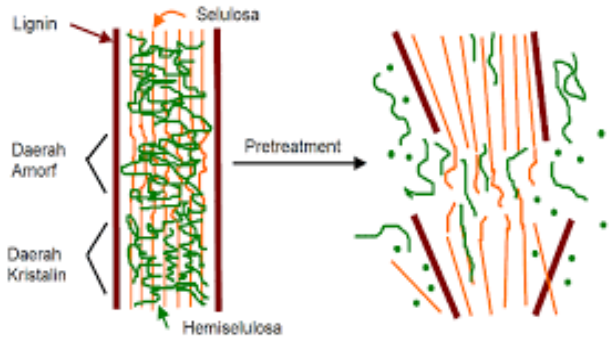


Gambar 2.5 Struktur Kimia Lignin (Mahmood, dkk., 2018)

Fungsi lignin dalam tumbuhan selain mengikat antar serat, lignin dapat membantu melindungi jaringan kayu dari jamur dan mikroba yang menutupi karbohidrat karena kelarutannya yang parsial serta kompleksitasnya sehingga sukar untuk didegradasi mikroorganisme (Mahmood, dkk., 2018). Kadar lignin dalam tumbuhan sangatlah bervariasi. Menurut Saleh (2009), terdapat 20-40% kadar lignin untuk tanaman berkayu dan kadar yang lebih kecil lagi untuk tanaman non kayu. Pada saat proses pembuatan *pulp*, lignin yang terkandung harus dalam jumlah yang kecil karena sifat lignin yang hidrofobik akan membuat produk *pulp* kaku jika kadar ligninnya tinggi. Selain itu, kadar lignin yang tinggi akan mempersulit saat penggilingan proses *pulp*.

2.6 Delignifikasi

Delignifikasi adalah proses untuk mengurangi kadar lignin. Adanya lignin dalam bahan berselulosa ini akan menghambat aktifitas enzim yang terdapat di dalam ragi dalam proses pengkonversian gula sederhana menjadi etanol sehingga untuk meningkatkan proses hidrolisis, maka perlu dilakukan proses delignifikasi untuk mendegradasi lignin dari struktur selulosa dengan menggunakan bantuan senyawa katalis, salah satu caranya adalah dengan menggunakan katalis kimia berupa senyawa NaOH (Wiratmaja, 2011). Proses delignifikasi dapat dilihat pada Gambar 2.6.



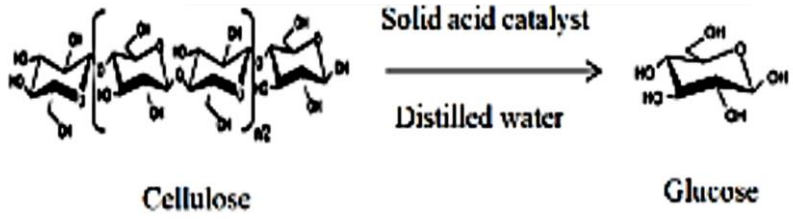
Gambar 2.6 Mekanisme Pemutusan Ikatan Lignin (Kumar, dkk., 2009)

Proses delignifikasi dilakukan setelah proses *pretreatment*, untuk memecah struktur kristalin selulosa dan memisahkan lignin sehingga selulosa dapat terpisah. *Pretreatment* dapat dilakukan secara kimia maupun fisik. Metode fisik yang dilakukan adalah dengan menggunakan temperatur dan tekanan tinggi,

penggilingan, radiasi, atau pendinginan, semuanya membutuhkan energi yang tinggi. Sedangkan metode *pretreatment* secara kimia menggunakan solven untuk memecah dan melarutkan lignin (metode delignifikasi) (Badger, 2002).

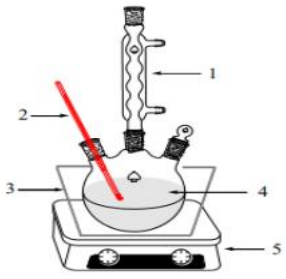
2.7 Hidrolisis

Hidrolisis merupakan suatu proses memecah molekul untuk membentuk dua atau lebih zat baru yang terjadi karena adanya pemutusan ikatan kimia dengan penambahan air (Speight, 2017). Tujuan hidrolisis adalah mengubah polisakarida menjadi monomer gula yang lebih sederhana. Proses hidrolisis dapat dilakukan penambahan katalis seperti asam, basa, dan enzim untuk mempercepat reaksinya. Reaksi yang umum terjadi saat proses hidrolisis asam ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Reaksi Proses Hidrolisis Asam (Onda, dkk., 2008)

Hidrolisis asam merupakan keadaan dimana air bertindak sebagai asam atau basa, dan molekul air tersebut akan melepaskan proton (Speight, 2018). Hidrolisis asam biasanya menggunakan larutan asam sulfat (H_2SO_4) atau asam klorida (HCl). Proses hidrolisis asam terus dieksplorasi hingga kini untuk menghasilkan berbagai bahan kimia seperti selulosa, hemiselulosa, glukosa, fruktosa, dan xilosa (Ahmad dan Pent, 2018). Rangkaian alat pada proses hidrolisis dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Keterangan :

1. Kondensor
2. Termometer
3. Waterbath
4. Labu alas bulat leher tiga
5. *Hotplate*

Gambar 2.8 Rangkaian Alat Hidrolisis (Wiyantoko, dkk., 2017)

2.8 Metode Luff Schoorl

Metode luff schoorl merupakan metode yang dapat digunakan dalam penentuan kadar karbohidrat dalam suatu bahan makanan dan minuman. Metode luff schoorl ini resmi ditetapkan oleh BSN 01-2891-1999. Pada tahun 1936. *International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis* mempertimbangkan metode luff schoorl sebagai salah satu metode yang resmi dipakai untuk analisis gula pereduksi..

Seluruh senyawa karbohidrat yang ada dipecah menjadi gula-gula sederhana (monosakarida) dengan bantuan asam, yaitu HCl. Monosakarida yang terbentuk kemudian dianalisis dengan metode luff schoorl yaitu reduksi Cu^{2+} menjadi Cu^{+} oleh monosakarida. Monosakarida bebas akan mereduksi larutan basa dari garam logam menjadi bentuk oksida. Kelebihan Cu^{2+} yang tidak tereduksi kemudian dikuantifikasi dengan titrasi indometri (BSN, 1992).

2.9 Batas deteksi (*Limit of Detection*) dan Batas kuantisasi (*Limit of Quantitation*)

Limit deteksi merupakan konsentrasi analit terendah yang masih dapat dideteksi meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi, sedangkan limit kuantisasi merupakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi pada kondisi analisis yang digunakan (Yuwono dan Indrayanto, 2005). Limit deteksi dan limit kuantisasi dapat dilakukan dengan 3 cara, yaitu :

1. *Signal to Noise*

   Metode ini biasanya diterapkan untuk metode analisis yang menunjukkan suara dasar. Puncak ke puncak kebisingan disekitar waktu retensi analit diukur dan kemudian konsentrasi analit akan menghasilkan sinyal sama dengan nilai tertentu dari kebisingan untuk sinyal rasio yang diperkirakan. Kebisingan besarnya dapat diukur secara manual pada *printout* kromatogram dari instrumen. Sebuah *signal to noise* ratio (S/N) dari tiga umumnya diterima untuk memperkirakan LOD (*Limit of Detection*) dan rasio *signal to noise* dari sepuluh digunakan untuk LOQ (*Limit of Quantitation*).

2. Penentuan Blanko

Metode ini diterapkan ketika analisis blanko memberikan hasil standar deviasi tidak nol. LOD dinyatakan sebagai konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko sampel ditambah 3 SD dan LOQ merupakan konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko sampel ditambah 10 SD seperti persamaan berikut:

LOD = x + 3SD ..... (1)

LOD = x + 10SD ..... (2)

Dimana:

x : konsentrasi rata-rata blanko

SD : standar deviasi dari blanko.

3. Kurva Kalibrasi

Menurut Riyanto (2014) kurva kalibrasi linier diasumsikan respon instrumen y berhubungan linier dengan konsentrasi x standar untuk rentang yang terbatas konsentrasi, yang biasa dinyatakan dalam model matematik seperti y = ax + b. Model ini digunakan untuk menghitung sensitivitas b, LOD dan LOQ. LOD dan LOQ dapat dinyatakan dengan persamaan:

$$= \frac{3\ x\ Sy/x}{Slope} \text{ ..... (3)}$$

$$= \frac{10\ x\ Sy/x}{Slope} \text{ .....(4)}$$

2.10 Presisi

Menurut Riyanto (2014), presisi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang diukur memalalui penyebaran hasil individual rata-rata jika prosedur yang diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen.

Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Penentuan presisi dapat dibagi menjadi 3 kategori, yaitu :

1. *Repeatability* (Keterulangan) merupakan keseksamaan metode yang dilakukan oleh satu analis serta menggunakan peralatan, laboratorium dan pereaksi yang sama.

2. *Intermediate Precision* (Presisi Antara) merupakan keseksamaan metode pada kondisi percobaan yang dilakukan oleh analis yang berbeda serta menggunakan peralatan, laboratorium dan pereaksi yang digunakan berbeda.
3. *Reproducibility* (Ketertiruan) merupakan keseksamaan metode yang dilakukan oleh analis yang berbeda serta menggunakan peralatan, laboratorium dan pereaksi yang digunakan sama.

Presisi dari metode uji dapat dihitung dengan rumus:

$$\%RSD = \frac{SD}{X} x\ 100\% \text{ ..... (5)}$$

Keterangan:

SD : standar deviasi

$\bar{x}$: nilai rata-rata konsentrasi sampel.

Kriteria seksama diberikan memberikan nilai %RSD ≤ 2%. Jika %RSD yang diperoleh ≥ 2%, maka presisi dapat dihitung dengan menggunakan perhitungan *CV Horwitz* (*Coefficient Variance Horwitz*) dengan rumus:

$$\%CV\ Horwitz = 2^{1-0,5\log C} \text{ ..... (6)}$$

Dimana C merupakan rata-rata konsentrasi larutan standar dikali 10-6 (konversi dari ppm ke persen). *Repeatability* dapat dikatakan baik apabila nilai %RSD yang diperoleh ≤ 2/3 *CV Horwitz* (Puspita, 2018).

BAB III
METODOLOGI

3.1 Alat

Peralatan yang digunakan adalah neraca analitik *Ohaus*. oven *Memmert*, waterbath *Memmert*, muffle furnace *Thermo*, desikator, pH meter, termometer alkohol 100°C, gelas beaker 50; 100; 250 dan 500 mL *Pyrex Iwaki*, labu ukur 50; 100; 250; 500 dan 1000 mL *Pyrex Iwaki*, erlenmeyer 250 mL *Pyrex Iwaki*, batang pengaduk, spatula, cawan porselin 125 mL, kaca arloji, batu didih, corong kaca, pipet tetes, pipet ukur 1; 10; dan 25 mL *Pyrex Iwaki*, pro pipet, *hotplate*, seperangkat alat refluks, penangas air, statif klem, dan buret 50 mL *Pyrex Iwaki*.

3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel kulit nanas, natrium hidroksida (NaOH) *Merck*, larutan asam sulfat (H_2SO_4) pekat Merck, standar glukosa ($C_6H_{12}O_6$) *Merck*, larutan luff schoorl, asam sitrat ($C_6H_8O_7$) *Merck*, tembaga sulfat-pentahidrat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) *Merck*, natrium karbonat (Na_2CO_3) *Merck*, kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$) *Merck*, natrium tiosulfat-pentahidrat ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) *Merck*, indikator kanji (amylum) *Merck*, kalium iodida (KI) *Merck*, akuades, kertas seka, kertas aluminium foil, plastik *wrap*, dan tisu.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan larutan luff schoorl

Sebanyak 50 g asam sitrat, 44 g Na_2CO_3 dan 25 g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ dilarutkan dengan akuades. Campuran larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Akuades ditambahkan hingga tanda miniskus, diseka, dan larutan didiamkan semalaman. Larutan digojog hingga homogen, dimasukkan ke dalam botol gelap dan diberi label bahan kimia.

3.3.2 Pembuatan larutan H_2SO_4 25%

Sebanyak 26,04 mL H_2SO_4 pekat pro analisis dipipet, kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Akuades ditambahkan hingga tanda miniskus, diseka dinding leher labu dengan kertas saring, digojog sampai homogen. Larutan disimpan dalam botol gelap kemudian diberi label bahan kimia.

3.3.3 Pembuatan larutan H_2SO_4 1 N

Sebanyak 2,8 mL larutan H_2SO_4 pekat pro analisis dipipet, kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Akuades ditambahkan hingga tanda miniskus, diseka dinding leher labu dengan kertas saring, digojog sampai homogen. Larutan disimpan dalam botol gelap kemudian diberi label bahan kimia.

3.3.4 Pembuatan larutan kanji 1%

Sebanyak 1 g padatan amilum dilarutkan dalam 100 mL akuades mendidih dan kembali dipanaskan hingga padatan larut. Larutan didiamkan hingga dingin, kemudian dimasukkan ke dalam botol gelap dan diberi label bahan kimia.

3.3.5 Pembuatan larutan KI 20%

Sebanyak 20 g padatan KI (kalium iodide) dilarutkan, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Akuades ditambahkan hingga tanda miniskus, diseka dinding leher labu dengan kertas saring, digojog sampai homogen. Larutan disimpan dalam botol gelap kemudian diberi label bahan kimia.

3.3.6 Pembuatan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N

Sebanyak 12,4 g padatan $Na_2S_2O_3 \cdot 10H_2O$ dilarutkan dengan sedikit akuades, kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL. Akuades ditambahkan hingga tanda miniskus, diseka dinding leher labu dengan kertas saring, digojog sampai homogen. diberi label bahan kimia.

3.3.7 Standarisasi larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N

Buret dibilas dengan akuades dan sedikit larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N, kemudian buret dipasang pada statif. Buret diisi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N menggunakan corong kaca. Volume buret ditepatkan pada skala 0,0 mL dan dipastikan tidak ada gelembung udara di bagian bawah buret. Dinding bagian dalam buret diseka dengan kertas saring. Sebanyak 20 mL larutan $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambahkan 10 mL H_2SO_4 25% dan 5 mL KI 20% kemudian dititrasi menggunakan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N. Ketika mendekati titik akhir titrasi ditambahkan 3 tetes indikator kanji, kemudian dilakukan titrasi kembali. Perubahan warna yang terjadi diamati dan dicatat volume $Na_2S_2O_3$ 0,1 N yang dibutuhkan. Titrasi diulangi sebanyak 3 kali kemudian ditentukan konsentrasi larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N dengan tepat.

3.3.8 Preparasi sampel

Kulit nanas dipotong-potong menjadi kecil, kemudian dikeringkan selama beberapa hari. Sampel yang sudah kering kemudian dioven pada suhu 105°C selama 1 jam berturut-turut hingga mencapai bobot konstan.

3.3.9 Delignifikasi smpel

Sampel kulit nanas ditimbang sebanyak 2,5 g dalam *beaker glass*, lalu ditambahkan larutan NaOH 1% sebanyak 12,5 mL (1:5) dan diaduk. Sampel dilakukan pemanasan dengan *waterbath* pada suhu 100°C selama 1 jam, kemudian sampel dikeringkan dengan oven hingga mencapai bobot konstan. Sampel dengan variasi konsentrasi NaOH 3%, 5% dan 10% dilakukan delignifikasi dengan perlakuan yang sama.

3.3.10 Hidrolisis sampel

Sampel kulit nanas ditimbang sebanyak 2,5 g, lalu dimasukkan ke dalam labu alas bulat, kemudian ditambahkan 50 mL larutan asam sulfat 1 N dan ditambahkan 5 butir batu didih. Sampel direfluks pada suhu 100°C selama 1 jam. Sampel hasil delignifikasi variasi konsentrasi NaOH 1%, 3%, 5%, dan 10% dihidrolisis dengan prosedur yang sama.

3.3.11 Metode Chesson (Datta, 1981)

Cawan dikeringkan dalam oven pada suhu 105ºC selama 1 jam. Residu sampel yang diperoleh dari proses delignifikasi ditimbang sebanyak 1 g dan dilakukan refluks dengan 150 ml akuades pada suhu 100°C selama 1 jam. Residu disaring dan dicuci dengan air panas 300 mL kemudian residu dikeringkan dengan oven lalu ditimbang sampai bobot konstan. Selanjutnya, residu ditambahkan dengan 150 mL H_2SO_4 1 N kemudian direfluks pada suhu 100ºC selama 1 jam lalu residu disaring dan dicuci dengan air panas 300 mL kemudian residu dikeringkan dengan oven lalu ditimbang sampai bobot konstan. Residu kering ditambahkan dengan 10 mL H_2SO_4 72% dan didiamkan pada suhu kamar selama 4 jam, kemudian residu diencerkan dengan akuades sebanyak 280 mL hingga konsentrasi H_2SO_4 72% menjadi 0,5 M lalu dilakukan hidrolisis kembali pada suhu 100ºC selama 1 jam. Residu dicuci dengan akuades hingga filtrat berada pada pH netral, kemudian residu dikeringkan dengan oven lalu ditimbang sampai bobot konstan. Residu

diabukan dengan furnace pada suhu 550°C selama 3 jam, abu yang dihasilkan dikeringkan dengan oven dan ditimbang sampai mencapai bobot konstan.

3.3.12 Penentuan Blanko

Sebanyak 25 mL larutan luff shoorl dan 25 mL akuades dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL. Campuran larutan dipanaskan selama 5 menit pada saat setelah mendidih kemudian diamkan hingga dingin. Sebanyak 10 mL H_2SO_4 25% dan 10 mL KI 20% ditambahkan ke dalam larutan, kemudian dititrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N. Saat mendekati titik akhir titrasi, ditambahkan 2 tetes indikator kanji. Perubahan warna yang terjadi diamati dan dicatat volume $Na_2S_2O_3$ 0,1 N yang dibutuhkan. Titrasi diulangi sebanyak 3 kali.

3.3.13 Penentuan Gula Pereduksi Standar

Sebanyak 0,1018 g padatan glukosa ditimbang, lalu dilarutkan dengan akuades, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 25 mL. Akuades ditambahkan hingga tanda miniskus, diseka, dan dihomogenkan. Sebanyak 1, 2, 3, 4, dan 5 mL larutan dipipet ke dalam erlenmeyer 250 mL. Masing-masing larutan ditambahkan 25 mL larutan luff shoorl, lalu dipanaskan selama 5 menit pada saat setelah mendidih kemudian didiamkan hingga dingin. Sebanyak 10 mL H_2SO_4 25% dan 10 mL KI 20% ditambahkan ke dalam masing-masing larutan, kemudian dititrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N. Saat mendekati titik akhir titrasi, ditambahkan 2 tetes indikator kanji kemudian titrasi dilanjutkan kembali hingga terjadi perubahan warna. Titrasi diulangi sebanyak 3 kali.

3.3.14 Penentuan Gula Pereduksi Sampel

Sebanyak 25 mL larutan luff shoorl dan 3 mL larutan sampel hasil hidrolisis dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL. Campuran larutan dipanaskan selama 5 menit pada saat setelah mendidih kemudian diamkan hingga dingin. Sebanyak 10 mL H_2SO_4 25% dan 10 mL KI 20% ditambahkan ke dalam larutan, kemudian dititrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N. Saat mendekati titik akhir titrasi, ditambahkan 2 tetes indikator kanji hingga terjadi perubahan warna. Titrasi diulangi sebanyak 3 kali, kemudian ditentukan konsentrasi gula pereduksi dengan tepat. Titrasi diulangi pada sampel hidrolisis hasil delignifikasi variasi konsentrasi NaOH 1%, 3%, 5%, dan 10%.

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

Glukosa dapat diproduksi dari beberapa bahan baku biomassa yang berbeda, bahan baku kaya sukrosa seperti tebu, bahan tepung seperti biji jagung, dan biomassa lignoselulosa seperti kulit nanas. Lignoselulosa biomassa biasanya terdiri dari selulosa, hemiselulosa dan lignin (Rahman, 2013). Hanya selulosa dan hemiselulosa yang dapat diubah menjadi glukosa. Untuk mendapatkan komponen selulosa dan hemiselulosa dari tanaman membutuhkan beberapa *pretreatment*.

4.1 Preparasi

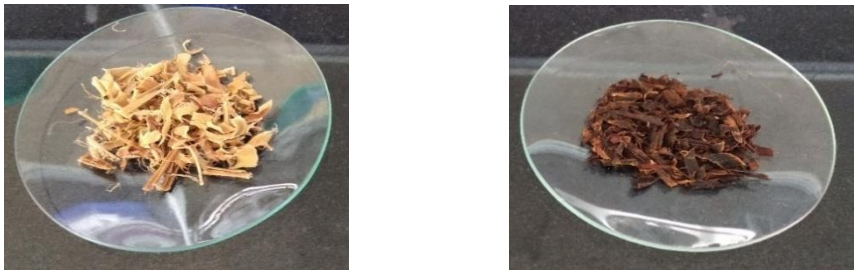
Preparasi sampel merupakan langkah awal untuk analisa sebuah sampel. Persiapan contoh uji dilakukan dengan penghalusan sampel. Penghalusan sampel dilakukan dengan membuat kulit nanas dipotong menjadi kecil-kecil kemudian dikeringkan selama beberapa hari sampai benar-benar kering. Pengeringan ini dilakukan agar bahan dasar lebih tahan lama dan tidak cepat rusak akibat reaksi-reaksi kimia dan aktivitas mikroba. Setelah kering terlebih dahulu dilakukan tahapan pengecilan ukuran dengan cara diblender dan dilakukan pengeringan kembali menggunakan oven sampai mencapai bobot konstan. Data pengeringan sampel kulit nanas dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Data Bobot Konstan Sampel Kulit Nanas

Keterangan	1	2	3	4
Massa (g)	63,3438	62,7352	63,4346	63,4342

4.2 Delignifikasi

Sampel kulit nanas sebanyak 2,5 g direndam dengan pelarut NaOH pada *waterbath* pada suhu 100°C selama 60 menit yang bertujuan untuk memisahkan selulosa dari komponen selain selulosa seperti lignin dan bakteri sisa. Delignifikasi menggunakan variasi konsentrasi sebesar 1; 3; 5; dan 10% bertujuan untuk mengetahui konsentrasi optimum senyawa lignin yang dapat dipisahkan. Setelah proses delignifikasi dilakukan dapat diketahui adanya perbedaan berat sampel sebelum dan setelah delignifikasi. Selain itu hasil pengamatan secara visual pada proses delignifikasi sampel terjadi perubahan warna dan struktur lebih lunak. Sampel hasil delignifikasi dengan *waterbath* dapat dilihat pada Gambar 4.1.

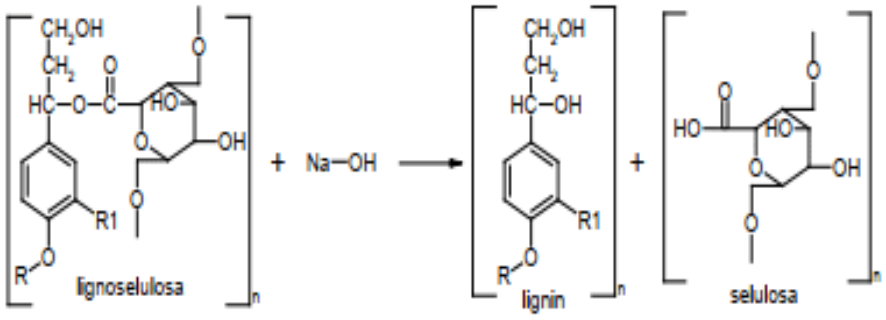


(a) (b)

Gambar 4.1 Sampel (a) sebelum delignifikasi (b) setelah delignifikasi.

Dalam penelitian ini, delignifikasi dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH karena larutan ini dapat merusak struktur lignin pada bagian kristalin dan amorf serta memisahkan sebagian hemiselulosa. Hargono, dkk (2021) mengatakan senyawa yang paling efektif dalam proses delignifikasi adalah NaOH dan KOH yang diikuti oleh $Ca(OH)_2$. Hal ini disebabkan karena sifat basa NaOH dan KOH yang lebih kuat dibandingkan $Ca(OH)_2$. Pada proses delignifikasi dengan suhu 100°C, NaOH dan KOH mempunyai kelarutan dalam air yang lebih besar dibandingkan dengan $Ca(OH)_2$ sehingga reduksi lignin yang dihasilkan pada $Ca(OH)_2$ tentunya akan lebih rendah dibandingkan NaOH dan KOH (Green dan Perry, 2008).

Hemiselulosa memiliki struktur amorf sehingga penggunaan NaOH dapat menghilangkan lignin sekaligus mengekstraksi hemiselulosa. Dalam penelitian Safaria (2013) larutan NaOH dapat menyerang dan merusak struktur lignin pada bagian kristalin dan amorf serta memisahkan sebagian hemiselulosa. Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa menggunakan NaOH dapat dilihat pada Gambar 4.2.



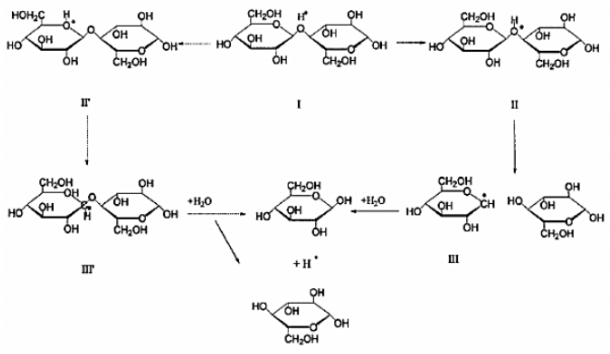
Gambar 4.2 Proses Degradasi Lignoselulosa (Rahmidar, dkk., 2018)

Ion OH^- dari NaOH akan memutuskan ikatan-ikatan dari struktur dasar lignin sedangkan ion Na^+ akan berikatan dengan lignin membentuk natrium fenolat. Garam fenolat ini bersifat mudah larut. Lignin yang terlarut ditandai dengan warna hitam pada larutan yang disebut lindi hitam (*black liquor*). Sampel dikeringkan untuk mengurangi kadar air yang terdapat dalam sampel. Hasil yang diperoleh yaitu berkurangnya berat sampel dan terjadinya perubahan fisik serta berubahnya warna kulit nanas. Hal ini dapat diduga bahwa kandungan lignin yang terdapat pada kulit nanas telah lepas sehingga didapatkan sampel selulosa yang akan digunakan untuk metode chesson dan titrimetri.

4.3 Hidrolisis Selulosa Kulit Nanas

Selulosa adalah polisakarida yang dapat diubah menjadi glukosa melalui suatu proses hidrolisis dengan bantuan asam (Sari, 2009). Salah satu komposisi kimia yang ada dalam kulit nanas yang memiliki kandungan yang tinggi adalah selulosa. Hidrolisis merupakan proses pemecahan kimiawi suatu molekul karena pengikatan oleh air, menghasilkan molekul-molekul yang lebih kecil berupa glukosa. Selulosa dalam sampel kulit nanas dihidrolisis dengan bantuan asam guna memecah struktur kristal yang terdapat pada sampel dan mempermudah proses penguraiannya menjadi glukosa.

Larutan yang dapat digunakan saat proses hidrolisis dengan asam kuat diantaranya, asam klorida, asam sulfat, asam format, dan asam nitrat. Hidrolisis kulit nanas dilakukan dengan menggunakan pelarut asam sulfat (H_2SO_4) 1 N. Pada proses hidrolisis ini, asam sulfat akan memecah molekul air pada kulit nanas secara acak dan menghasilkan gula pereduksi. Pemilihan asam sulfat dipilih karena asam sulfat adalah asam kuat yang dapat menghasilkan gula yang lebih tinggi dengan reproduktifitas yang baik dibandingkan dengan asam lainnya karena asam sulfat mengandung lebih banyak ion H^+ yang dapat membuat reaksi hidrolisis terjadi lebih cepat (Chen, 2015). Semakin besar konsentrasi ion H^+ dalam larutan maka larutan tersebut akan semakin asam. Jika konsentrasi asam semakin pekat akan menyebabkan semakin sedikitnya jumlah air dalam larutan hidrolisis. Hal ini dapat menyebabkan jumlah OH^- sebagai pengikat inhibitor berkurang dan tidak dapat mengimbangi jumlah gugus radikal bebas sehingga glukosa yang dihasilkan semakin sedikit. Mekanisme selulosa dengan hidrolisis asam ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Mekanisme Selulosa Dengan Hidrolisis Asam (Joksimovic dan Markovic, 2007)

Berdasarkan Gambar 4.3., hidrolisis selulosa dimulai dengan reaksi proton asam dan oksigen yang mengikat dua unit glukosa membentuk asam terkonjugasi yang sesuai kemudian pemutusan ikatan C-O terjadi, dan karbokation siklik terbentuk. Pada langkah berikutnya, setelah penambahan air yang cepat, molekul gula terbentuk dan sebuah proton dilepaskan (Joksimovic dan Markovic, 2007). Asam kuat dapat memutuskan ikatan glikosidik polisakarida, membebaskan komponen monosakarida, tetapi juga cenderung mendegradasi gula monomer Singkatnya, proses yang terjadi saat hidrolisis selulosa dengan asam adalah sebagai berikut:

Selulosa → Glukosa

Keunggulan hidrolisis menggunakan asam selain gula yang dihasilkan memiliki jumlah yang tinggi, adalah proses hidrolisis akan lebih mudah dilakukan karena waktu yang diperlukan cepat, dapat dilakukan secara acak, dan tidak dipengaruhi oleh banyak faktor (Ega, 2002). Menurut Chen (2015), faktor-faktor yang mempengaruhi hidrolisis terdiri dari pH, suhu reaksi, dan waktu reaksi. Menurut Dewi., dkk (2018) perlakuan suhu yang menghasilkan gula pereduksi terbaik pada pati ubi talas dengan hidrolis asam menggunakan HCl 7% adalah pada suhu 100°C selama 60 menit menghasilkan kadar sebesar 3,06%.

Hidrolisis pada penelitian ini, suhu yang digunakan tidak lebih dari 100°C untuk menghindari reaksi karamelisasi. Reaksi karamelisasi terjadi pada suhu 160°C, akan tetapi nilai pH larutan pada hidrolisis ini adalah asam sehingga akan menyebabkan reaksi karamelisasi yang terjadi lebih cepat. Selain itu, titik didih larutan glukosa pada tekanan 1 atm adalah sebesar 100,62°C yang tentunya akan menyebabkan kadar glukosa yang diperoleh cenderung menurun jika suhu optimum

tercapai. Penelitian Laopaiboon (2010) mengatakan jika hidrolisis selulosa dilakukan pada waktu reaksi yang lebih lama, konsentrasi asam yang tinggi, dan suhu tinggi akan menyebabkan terjadinya deformasi glukosa menjadi hidroksi metil fulfural.

4.4 Metode Chesson Datta (1981)

Komponen utama dari biomassa lignoselulosa adalah lignin, selulosa, hemiselulosa, zat ekstraktif, dan abu. Terdapat beberapa metode pengukuran kandungan komponen biomassa lignoselulosa, salah satunya adalah metode yang dikemukakan oleh Chesson Datta (1981). Metode ini merupakan analisis gravimetri setiap komponen setelah dihidrolisis dan dilarutkan. Tahapan analisisnya pertama menghilangkan kandungan ekstraktif (*Hot Water Soluble*), kemudian dihidrolisis hemiselulosa dengan menggunakan asam kuat tanpa pemanasan, dilanjutkan dengan hidrolisis menggunakan asam encer. Bagian terakhir yang tidak larut adalah lignin yang diperoleh dari kandungan abu.

Tabel 4.2 Hasil Analisa Metode Chesson Datta

NO	Parameter	*Non Pretreatment*	NaOH 1% (b/b)	NaOH 3% (b/b)	NaOH 5% (b/b)
1	*Hot Water Soluble*	22,49	31,99	44,02	47,58
2	Hemiselulosa	26,75	22,66	16,82	13,48
3	Selulosa	35,26	26,68	33,06	32,61
4	Lignin	10,51	18,60	5,95	5,16

Berdasarkan Tabel 4.2 didapatkan data bahwa kandungan raw material awal tanpa *pretreatment* adalah 22,49% *hot water soluble*, 26,75% hemiselulosa, 35,26% selulosa, dan 10,51% lignin. Analisa tersebut memperlihatkan kandungan terbesar dari lignoselulosa kulit nanas merupakan selulosa sebesar 35,36%. Setelah dilakukan proses delignifikasi dengan variasi konsentrasi NaOH terlihat adanya perubahan komposisi dari lignoselulosa kulit nanas, terlihat dari hasil analisa menggunakan metode Chesson-Datta tersebut kadar lignin pada kulit nanas semakin menurun setelah proses delignifikasi. Penurunan kadar lignin masing-masing proses terlihat menjadi sebesar 5,95% pada konsentrasi NaOH 3% dan menjadi 5,16% pada konsentrasi NaOH 5%. Akan tetapi terjadi penurunan kadar selulosa yang disebabkan oleh selulosa serat kulit nanas yang mulai terlarut dalam NaOH seiring bertambahnya konsentrasi. Reaksi delignifikasi menyebabkan

terjadinya pemutusan rantai molekul pada ikatan glukosida sehingga nilai kadar selulosanya menurun (Sunarto, 2008). Selain itu, dapat pula disebabkan oleh kesalahan analis ketika proses penyaringan maupun penimbangan yang menyebabkan berkurangnya residu yang diperoleh. Hasil analisa kandungan lignoselulosa dengan konsentrasi NaOH 1% kadar yang diperoleh berbanding terbalik dengan *raw* sampel material awal yang disebabkan oleh variabel bebas yang tidak diperhatikan seperti jumlah rasio dari bobot sampel yang digunakan.

4.5 Penentuan Gula Pereduksi

Penentuan gula pereduksi pada pengujian ini dilakukan berdasarkan metode luff schoorl sesuai BSN 01-2891-1999 yang diukur dengan metode titrasi. Langkah awal sebelum melakukan titrasi adalah standarisasi larutan sekunder, yaitu larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N yang dapat dilihat hasilnya pada Tabel 4.3. Standarisasi larutan merupakan proses saat konsentrasi larutan standar sekunder ditentukan dengan tepat dengan cara mentitrasi dengan larutan standar primer. Fungsi standarisasi adalah menentukan konsentrasi larutan secara tepat karena sifatnya yang tidak stabil apabila disimpan dalam rentang waktu yang lama (Kenkel, 2003).

Tabel 4.3 Hasil Standarisasi Larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N

Pengulangan	V $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N (mL)	V titrasi (mL)
1	20,00	20,10
2	20,00	20,05
3	20,00	20,10
V titrasi rata-rata (mL)		20,08
Normalitas $Na_2S_2O_3$ 0,1 N (N)		0,0996

Standarisasi larutan standar natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) dititrasi dengan larutan primer kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$). Penambahan H_2SO_4 25% dilakukan untuk mereduksi Cr^{6+} menjadi Cr^{3+}. Ion Cr^{3+} ini akan mereduksi KI menjadi I_2 yang menyebabkan terbentuknya warna coklat. Hal ini menyebabkan terjadinya perubahan warna dari kuning menjadi coklat. Reaksinya adalah sebagai berikut :

$$Cr_2O_7^{2-}{}_{(aq)} + 14H^+{}_{(aq)} + 6e_{(aq)} \longrightarrow 2Cr^{3+}{}_{(aq)} + 7H_2O_{(l)} \quad \text{x 1}$$

$$2I^-{}_{(aq)} \longrightarrow I_{2\,(aq)} + 2e \quad \text{x 3}$$

$$Cr_2O_7^{2-}{}_{(aq)} + 14H^+{}_{(aq)} + 6\,I^-{}_{(aq)} \longrightarrow 2Cr^{3+}{}_{(aq)}) + 3I_{2\,(aq)} + 7H_2O_{(l)}$$

Terbentuknya I_2 akan dititrasi dengan $Na_2S_2O_3$. Penentuan titik akhir titrasi dilakukan dengan penambahan indikator kanji sehingga larutan mengalami perubahan warna dari biru kecoklatan menjadi warna hijau muda. Reaksi yang terjadi sebagai berikut:

$$I_{2\,(aq)} + 2S_2O_3^{2-}{}_{(aq)} \longrightarrow 2I^-{}_{(aq)} + S_4O_6^{2-}{}_{(aq)}$$

Standarisasi merupakan tahapan penting untuk mengetahui konsentrasi larutan $Na_2S_2O_3$ yang tepat dan pasti. Kalium dikromat digunakan sebagai larutan standar primer dalam standarisasi karena $K_2Cr_2O_7$ adalah padatan murni yang konsentrasi larutannya diketahui secara tepat melalui penimbangan. Selain itu, $K_2Cr_2O_7$ tidak mudah teroksidasi saat penimbangan dilakukan sehingga konsentrasinya tidak mudah berubah. Berdasarkan Tabel 4.3, normalitas larutan $Na_2S_2O_3$ yang diperoleh adalah sebesar 0,0996 N.

4.5.1 Penentuan Gula Pereduksi Standar Glukosa

Penentuan gula pereduksi pada larutan standar glukosa dilakukan dengan menimbang sebanyak 0,1018 g standar glukosa yang dilarutkan dalam 25 mL akuades, kemudian larutan standar glukosa tersebut dipipet masing-masing sebanyak 1, 2, 3, 4, dan 5 mL ke dalam erlenmeyer dan gula pereduksi ditentukan menggunakan titrasi luff schoorl.

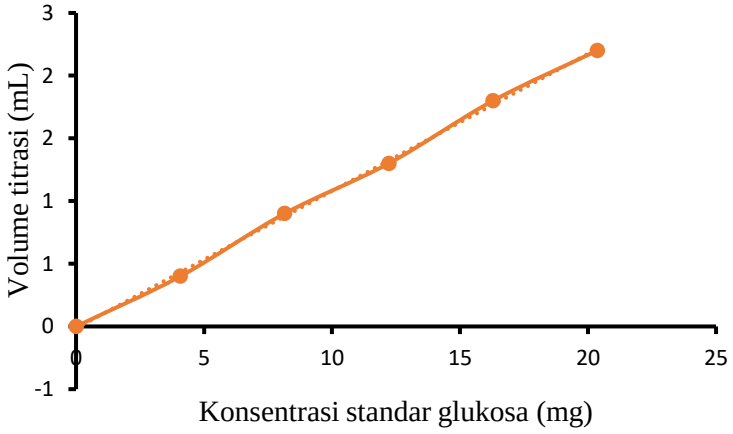
Fungsi dari penentuan gula pereduksi standar glukosa adalah untuk menunjukkan bahwa setiap sampel yang diukur dapat masuk *range* nilai standar, sehingga nilai kadar gula pereduksi dalam sampel dapat ditentukan melalui regresi linear dari standar glukosa. Hasil penentuan gula pereduksi standar glukosa dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Hasil Penentuan Gula Pereduksi Standar

Standar	Konsentrasi Standar (mg)	Volume titrasi (mL)	Vb-Vt (mL)
Blanko	0	26,70	0
Standar 1	4,0720	26,30	0,40
Standar 2	8,1440	25,80	0,90
Standar 3	12,2160	25,40	1,30
Standar 4	16,2880	24,90	1,80
Standar 5	20,3600	24,50	2,20

Keterangan:
Vb = volume blanko
Vt = volume titrasi

Blanko dalam standar digunakan sebagai pembanding, sehingga dapat memberikan perbandingan nilai terendah. Hasil volume titrasi standar dapat digunakan untuk mencari nilai regresi linear dan koefisien determinasi (R^2). Rentang koefisien determinasi adalah mendekati 1, apabila semakin mendekati 1 maka nilai pengukuran standar semakin baik, begitupula sebaliknya. Persamaan garis lurus pada larutan standar glukosa ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil Grafik Standar Glukosa

Berdasarkan Gambar 4.4 diperoleh nilai persamaan regresi linear yaitu y = 0,1095x – 0,0143 dengan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,999 dan koefisien korelasi (r) sebesar 1. Hasil tersebut menunjukkan bahwa hasil kurva menunjukkan bahwa ada korelasi yang sangat kuat antara konsentrasi dengan volume titrasi, nilai linearitas memenuhi baku mutu dengan batas minimal 0,9970 (ICH, 2005). Nilai slope yang diperoleh merupakan ukuran sensitifitas metode dari suatu pengujian sedangkan nilai intersep dapat diartikan sebagai sinyal dari blanko, semakin besar nilai slope maka metode pengujian memberikan sensitifitas lebih tinggi atau respon instrumen cukup kuat terhadap kadar yang ada.

Nilai intersep yang diperoleh idealnya adalah nol atau mendekati nol dan harus lebih kecil dari nilai slope. Hasil dari nilai regresi linear tersebut dapat digunakan untuk menentukan kadar gula pereduksi sampel dengan menentukan nilai x, maka tidak lagi diperlukan konversi seperti pada metode luff schoorl yang digunakan secara umum untuk menentukan kadar gula pereduksinya.

4.5.2 Penentuan Gula Pereduksi Sampel

Penentuan gula pereduksi pada sampel kulit nanas hasil hidrolisis menggunakan sampel tanpa *pretreatment* sebagai kontrol dan sampel dengan delignifikasi berbagai variasi konsentrasi NaOH 1, 3, 5, dan 10%. Variasi ini dilakukan untuk mengetahui letak konsentrasi optimum yang mampu mendegradasi lignin sehingga menghasilkan gula pereduksi yang tinggi.

Penentuan gula pereduksi sampel dilakukan dengan mereaksikan 25 mL larutan luff schoorl dengan 3 mL sampel kemudian dipanaskan. Pemanasan ini bertujuan untuk mempercepat reaksi reduksi dari monosakarida pada gula terhadap CuO menjadi Cu_2O dan pada proses pemanasan ditambahkan batu didih yang bertujuan untuk meratakan pemanasan. Larutan ditambahkan KI 10% untuk mereduksi kelebihan CuO sehingga I_2 terlepas dan penambahan larutan H_2SO_4 25% bertujuan untuk mengasamkan larutan. Larutan standar $Na_2S_2O_3$ akan tereduksi secara parsial menjadi sulfat sehingga perlu dilakukan pengasaman tersebut. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:

$$R{-}COH_{(aq)} + Cu^{2+}{}_{(aq)} \longrightarrow R{-}COOH_{(aq)} + Cu_2O_{(s)}$$

$$2Cu^{2+}{}_{(aq)} + 4I^-{}_{(aq)} \longrightarrow Cu_2I_{2\,(aq)} + I_{2\,(aq)}$$

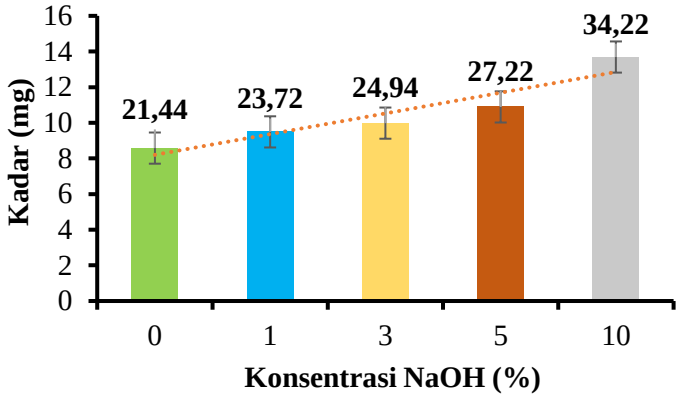
$$2S_2O_3^{2-}{}_{(aq)} + I_{2\,(aq)} \longrightarrow S_4O_6^{2-}{}_{(aq)} + 2I^-{}_{(aq)}$$

Penggunaan metode luff schoorl dalam penentuan gula pereduksi adalah menentukan selisih antara larutan yang belum direaksikan dengan gula pereduksi (blanko) dan larutan yang sudah direaksikan dengan sampel gula pereduksi, kemudian keduanya dititrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$.

Selisih antara volume blanko dengan volume sampel merupakan kadar gula reduksi, reaksi yang terjadi selama penentuan gula pereduksi dengan metode luff schoorl adalah mula-mula kuprooksida (Cu_2O) yang ada dalam reagen akan membebaskan iod dari garam KI. Banyaknya iod dapat diketahui dengan titrasi menggunakan natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$), untuk mengetahui bahwa titrasi sudah cukup maka diperlukan indikator kanji. Apabila larutan berubah warna menjadi putih berarti titrasi sudah selesai (Khopkar, 1999). Kadar gula pereduksi ditentukan dari nilai regresi linear hasil standar glukosa yang dikalkulasikan dengan hasil selisih nilai titrasi. Hasil kadar gula pereduksi tanpa *pretreatment* dan variasi konsentrasi NaOH ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Hasil Kadar Gula Pereduksi Sampel

Konsentrasi NaOH (%)	Volume titrasi (mL)	Vb – Vt (mL)	Kadar (mg)
non pretreatment	24,37	2,33	21,44
1	24,12	2,58	23,72
3	23,98	2,72	24,94
5	23,73	2,97	27,22
10	22,97	3,73	34,22



Gambar 4.5 Hubungan Konsentrasi dengan Kadar Gula Pereduksi

Berdasarkan Tabel 4.5 dan Gambar 4.5 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi NaOH maka semakin tinggi kadar gula pereduksi yang dihasilkan, sehingga bertambahnya konsentrasi berbanding lurus dengan kadar yang dihasilkan. Lignin bersifat mudah larut dalam alkali, sedangkan selulosa tidak larut dalam air maupun larutan basa kuat.

Menurut Fitria, dkk (2017), α-selulosa merupakan selulosa yang memiliki struktur yang teratur dengan nilai derajat polimerisasi sebesar 600-1500 sehingga tidak larut dalam NaOH 17,5%. Sedangkan nilai derajat polimerisasi β-selulosa sebesar 15-90 dan Y-selulosa ≤15 yang tentunya memiliki struktur lebih pendek sehingga larut dalam NaOH 17,5%. Hal ini menyebabkan selulosa dapat merekat kuat pada kulit nanas seiring dengan bertambahnya konsentrasi, sedangkan lignin yang terdegradasi semakin banyak sehingga selulosa dapat bereaksi sempurna menjadi glukosa.

Menurut Damat (1989), peningkatan konsentrasi NaOH memudahkan pemutusan ikatan senyawa penyusun lignin sehingga lignin lebih mudah dilarutkan pada proses delignifikasi, yang menyebabkan peningkatan jumlah padatan total pada lindi hitam sehingga kadar rendemen lignin pun meningkat. Akan tetapi,

apabila konsentrasi NaOH yang digunakan semakin tinggi akan menyebabkan pula perusakan senyawa lignin yang menyebabkan lignin ikut terlarut pada pelarut. Berdasarkan grafik diatas, konsentrasi optimum yang dihasilkan adalah pada konsentrasi NaOH 10% dengan kadar gula pereduksi sebesar 34,22 mg.

4.5.3 LOD (*Limit of Detection*) dan LOQ (*Limit of Quantitation)*

Batas deteksi dari suatu metode analisis adalah nilai parameter uji batas, yaitu konsentrasi analit terendah yang dapat dideteksi, tetapi tidak dikuantitasi pada kondisi percobaan yang dilakukan. Sedangkan batas kuantitasi adalah nilai parameter penentuan kuantitatif senyawa yang terdapat dalam konsentrasi terendah dalam matriks (Satiadarma, 2004).

Pengukuran untuk menentukan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) menggunakan perhitungan konsentrasi teoritis dan konsentrasi terukur. Dari kedua hasil pengukuran tersebut dapat diperoleh nilai untuk mengukur nilai LOD dan LOQ. Hasil pengukuran ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Konsentrasi Terukur Standar Glukosa

Konsentrasi teoritis (mg)	Konsentrasi terukur (mg)
0	0
4,0720	3,7836
8,1440	8,3498
12,2160	12,0027
16,2880	16,5689
20,3600	20,2219

Data hasil pengukuran konsentrasi terukur yang diperoleh kemudian digunakan untuk menentukan batas deteksi dan batas kuantisasi yang dapat dilihat pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Data Konsentrasi Teoritis dan Konsentrasi Terukur

Konsentrasi (mg)	Y	Yi	Y-Yi	$(Y-Yi)^2$
Blanko	0	0	0	0
Standar 1	4,0720	3,7836	0,2884	0,0832
Standar 2	8,1440	8,3498	-0,2058	0,0423
Standar 3	12,2160	12,0027	0,2133	0,0455
Standar 4	16,2880	16,5689	-0,2809	0,0789
Standar 5	20,3600	20,2219	0,1381	0,0191
			LOD	7,1051 mg
			LOQ	23,6835 mg

Keterangan:

Y = konsentrasi persamaan garis lurus

Yi = konsentrasi terukur

Nilai limit deteksi diperoleh dari tiga kali simpangan baku (SD) sedangkan nilai limit kuantisasi dari sepuluh kali simpangan baku (SD). Nilai *Limit of Detection* (LOD) yang diperoleh dari pengukuran adalah sebesar 7,1051 mg, artinya konsentrasi terendah yang dapat terbaca adalah 7,1051 mg. Nilai *Limit of Quantitation* (LOQ) yang diperoleh adalah sebesar 23,6835 mg, artinya konsentrasi terendah yang dapat dibuat untuk pengukuran dan perhitungan dalam suatu metode adalah 23,6835 mg.

Konsentrasi terendah yang digunakan dalam pengukuran standar glukosa adalah pada standar 1 yaitu sebesar 4,072 mg, konsentrasi yang digunakan dalam pengukuran lebih kecil dibanding nilai LOQ yang didapatkan sehingga akan terdapat sedikit galat atau kesalahan pengukuran, namun akan tetap dapat ditentukan hasilnya.

Nilai LOQ yang baik adalah serendah-rendahnya karena menunjukkan tingkat sensitivitas alat yang semakin tinggi. Kadar sampel yang dianalisis seharusnya lebih besar dari nilai LOQ, karena artinya memberikan sinyal analit yang akurat, sedangkan jika kadar sampel yang diperoleh lebih kecil dari nilai LOQ berarti sinyal yang dihasilkan tidak dapat dipercaya sebagai analit, melainkan *noise*. Nilai kadar sampel yang diperoleh pada sampel tanpa delignifikasi lebih kecil dari nilai LOQ yang menunjukkan bahwa kadar sampel tidak memenuhi syarat keberterimaan, dengan sumber yang dimungkinkan berasal dari faktor standar deviasi, faktor analis, maupun faktor suhu dan lingkungan. Sedangkan nilai kadar sampel dengan delignifikasi menggunakan variasi konsentrasi NaOH 1%, 3%, 5%, dan 10% berada diatas nilai LOD dan LOQ yang menunjukkan bahwa kadar sampel memenuhi syarat keberterimaan.

4.5.4 Presisi

Presisi merupakan ukuran yang menunjukkan kesesuaian antara hasil uji. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Presisi dapat dinyatakan sebagai *repeatability* (keterulangan) atau *reproducibility* (ketertiruan). *Repeatability* merupakan pengulangan pengujian yang bertujuan untuk mengukur keragaman nilai hasil pengujian terhadap sampel dan analis yang sama dan dalam interval waktu yang pendek, sedangkan *reproducibility* merupakan pengulangan pengujian yang bertujuan mengukur keragaman hasil pengujian terhadap sampel yang sama dengan analis dan peralatan

yang berbeda yang dilakukan pada satu laboratorium atau lebih dalam waktu yang sama atau berbeda.

Presisi dinyatakan dalam persen koefisien variasi atau persen simpangan baku relatif yang biasa dikenal dengan %RSD (Asra, dkk., 2017). Penentuan presisi pada penelitian ini dilakukan masing-masing sebanyak 3 kali pada jenis sampel yang sama dengan variasi konsentrasi yang berbeda. Hasil pengujian presisi repeatabilitas dapat dilihat pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Hasil Uji Presisi Repeatabilitas

Keterangan	%RSD	*CV Horwitz*
Tanpa Delignifikasi	2,46	17,62
Delignifikasi NaOH 1%	1,11	18,05
Delignifikasi NaOH 3%	1,06	19,02
Delignifikasi NaOH 5%	1,94	17,14
Delignifikasi NaOH 10%	1,54	17,14

Berdasarkan Tabel 4.8 menunjukkan bahwa %RSD yang diperoleh dengan metode titrimetri dinyatakan memenuhi persyaratan dengan hasil %RSD ≤ 2% (Gandjar dan Rohman, 2013). Menurut Riyanto (2014), jika hasil %RSD ≤ 2%, maka tidak perlu dilakukan perbandingan dengan CV *Horwitz*. Akan tetapi pada sampel tanpa delignifikasi hasil %RSD yang diperoleh melebihi syarat keberterimaan yaitu sebesar 2,46% yang dapat disebabkan oleh faktor standar deviasi yang besar yang berasal dari rerata volume titrasi yang besar pula sehingga nilai %RSD yang diperoleh ini dibandingkan dengan CV *Horwitz*. Nilai %RSD harus lebih rendah dari *CV Horwitz* (AOAC, 2012). Hasil menunjukan bahwa metode analisis memiliki presisi yang baik yang dibuktikan dengan pengulangan yang dilakukan tidak memberikan perbedaan yang signifikan antara tiap pengulangan.

BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Nilai kadar gula pereduksi sampel kulit nanas tanpa delignifikasi dan delignifikasi dengan variasi konsentrasi NaOH 1, 3, 5, dan 10% yang dianalisis menggunakan metode luff schoorl dengan pendekatan kurva berturut-turut adalah sebesar 21,44; 23,72; 24,94; 27,22; dan 34,22 mg
2. Nilai konsentrasi optimum kadar gula pereduksi pada kulit nanas yang dihasilkan sebesar 34,22 mg dengan variasi delignifikasi NaOH 10%.
3. Parameter pengujian pada penelitian ini diperoleh nilai linearitas sebesar 0,999. Nilai LOD sebesar 7,1051 mg dan nilai LOQ sebesar 23,6835 mg. Nilai %RSD berturut-turut sebesar 2,46%; 1,11%; 1,06%; 1,94%; dan 1,54%.

5.2 Saran

Saran yang direkomendasikan dalam penelitian penentuan gula pereduksi pada kulit nanas (*Ananas Comocus L Merr*) adalah:

1. Delignifikasi dilakukan dengan variasi konsentrasi NaOH yang lebih banyak sehingga perbedaan hasilnya dapat lebih terlihat.
2. Hidrolisis dilakukan dengan variasi waktu, suhu, dan konsentrasi katalis yang berbeda sehingga kondisi optimum dapat lebih diketahui
3. Melakukan pengembangan metode lain dalam penentuan kadar gula pereduksi sehingga hasil penentuan dari suatu metode dapat dibandingkan dengan hasil metode lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

Ahmad, E., & Pant, K. K., 2018. Lignin conversion: A key to the concept of lignocellulosic biomass-based integrated biorefinery. In Waste Biofinery: *Potential and Perspectives*. Elsevier B.V.

AOAC. 2012. *Official Methods of Analysis of AOAC International*, Washington.

Asra, R., Rivai, H., dan Astuty, W., 2017, Pengembangan dan Validasi Metode Analisis Betametason Tablet dengan Metode Absorbansi dan Luas Daerah di Bawah Kurva Secara Spektrofotometri Ultraviolet, *Jurnal Farmasi Higea*, 9, 118-126.

Astin, A. A., 2019, Penentuan Okratoksin A dalam Kopi Instan Menggunakan Liquid Chromatography di Balai Pengujian Mutu Barang Jakarta, *Laporan PKL*, FMIPA, Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia (UII).

Badan Standarisasi Nasional., 1992. SNI 01-2981-1992. Penentuan Karbohidrat Menggunakan Metode Luff Schoorl. Jakarta, Badan Standarisasi Nasional.

Badger, P.C., 2002. *Ethanol from Cellulose: A General Review. Trend in new crop an uses*. Alexandria, VA: ASHS Press.

Bartholomew, A., Sturgeon, C., Siatskas, M.,2002. Mesenchymal Stem Cells Suppress Lymphocyte Proliferation in Vitro and Prolong Skin Graft Survival in Vivo. *Experimental Hematology*, 30, 42-48.

Biro Pusat Statistik. 2013. *Statistik Produksi nanas Impor Indonesia.* Biro Pusat Statistik, Jakarta.

Brunner, G., 2014. Processing of Biomass with Hydrothermal and Supercritical Water. In Supercritical Fluid Science and Technology. 5, 395-509.

Chen, Huaqi., 2015. Highly Cited Articles in Biomass Research: a Bibliometric Analysis, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 49, 12-20.

Damat.,1989. Isolasi Lignin dari Larutan Sisa Pemasak Pabrik Pulp dengan menggunakan H_2SO_4 dan HCl. *Teknologi Informasi*. 11, 13-20. IPB: Bogor.

Diana S,A., Puspito T,P., dan Hari. P., 2011. Pembuatan Bioetanol dari Kulit Nanas Melalui Hidrolisis dengan Asam. *Jurnal Ilmiah Ilmu Ekonomi*. 10. 81 – 86.

Dzaki N, A., 2018. Pembuatan Bioetanol Secara Fermentasi dari Selulosa yang di isolasi dari Batang Pisang Kepok menggunakan Ragi Roti. *Laporan Skripsi*., FMIPA, Sumatera: Universitas Sumatera Utara.

Dewi, N.K.A., Hartiati, A., dan Harsojuwono, B. A., 2018. Pengaruh suhu dan jenis asam pada hidrolisis pati ubi talas (Colocasia esculenta L. Schott) terhadap karakteristik glukosa. *Jurnal Rekayasa dan Manajemen Agroindustri*, 6(4), 307-315

Ega, L., 2002. Kajian Sifat Fisik dan Kimia Serta Pola Hidrolisis Pati Ubi Jalar Jenis Unggul Secara Enzimatis dan Asam. *Tesis*. IPB: Bogor.

Fitria, Ayu, R. I. R., Nurhasanah, A., Wardah, S., 2017, Analisis Pengaruh Pretreatment Eceng Gondok sebagai Bahan Baku Pembuatan Biogas, *Industrial Research*, 26, 35-41.

Gandjar, I.G. dan Rohman, A., 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar, Yogyakarta.

Green, D. W., dan Perry, R. H., 2008. *Perry's Chemical Engineers' Handbook 8th Edition*. Mc Graw Hill.

Hidayat, P.,2008. Teknologi Pemanfaatan Serat Daun Nanas sebagai Alternatif Bahan Baku Tekstil, *Teknologi Informasi*. 13, 31-35.

Indrayanto, G. dan Yuwono, M. (2005). *Validation of Chromatographic Methodes of Analysis*. Profiles of Drugs Substances. Excipients anda Related Methodology.

International Conference on Harmonization [ICH]., 2005. *Validation of Analytical Procedures: Text and Methodology Q2 (R1)*. Geneva: International Conference on Harmonization.

Joksimovic, G., dan Markovic, Z., 2007, Investigation of the Mechanism of Acidic Hydrolysis of Cellulose. *Acta Agriculturae Serbica*, 24, 51-57

Judoamidjojo, R. M, Said, E. G & Hartoto, L., 1989. *Biokonversi*, Depdikbud Didjen Pendidikan Tinggi. Pusat Antar Universitas Bioteknologi IPB.

Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral.,2018. *Kegiatan Fisik Pemanfaatan Energi Baru dan Energi Terbarukan serta Konservasi Energi.* Undang-Undang Nomor 12 Tahun 2018. Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral Republik Indonesia, Jakarta.

Khopkar, S., 1999. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.

Kögel-Knabner, I., & Amelung, W., 2013. *Dynamics, Chemistry, and Preservation of Organic Matter in Soils*. In Treatise on Geochemistry: Second Edition. 12.

Kumar, P., Barret, D.M., Delwiche M. J., dan Stroeve, P., 2009. Methods for Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Efficient Hydrolysisis and Biofuel Production, *Ind. Eng. Chem. Res*. 48, 3713-3729.

Lachenal, D., Mortha, G., Sevillano R. M., & Zaroubine, M., 2004. Isolation of Residual Lignin from Softwood Kraft Pulp. Advantages of The Acetic Acid Acidolysis Method, *Comp. R. Biol* 327 (9-10), 911-916.

Mahmood, Z., Yameen, M., Jahangeer, M., Riaz, M., Ghaffar, A., & Javid, I. (2018). Lignin as Natural Antioxidant Capacity. *Bioresource Technology*. 139:13-20

Maryudi., 1999. Pembuatan Glukosa dari Pati Biji Nangka dengan Hidrolisis Asam Klorida, *Laporan Penelitian*, Jurusan Teknik Kimia, Universitas Ahmad Dahlan, Yogyakarta.

Mišurcová, L., Škrovánková, S., Samek, D., Ambrožová, J., & Machů, L., 2012. Health Benefits of Algal Polysaccharides in Human Nutrition. *In Advances in Food and Nutrition Research*. 20 (1), 1118-1133.

Mulyadi, I., 2019, Isolasi dan Karakterisasi Selulosa*:* Review, *Jurnal Saintika.* Universitas Pamulang, Tangerang. 1, 177-182.

Murray, R. K.. Granner. D. K., & Rodwell, V. W., 2009, *Biokimia harper (2 ed.).* Jakarta: Buku Kedokteran EGC.

Onda, A., Ochi, T., & Yanagisawa, K. (2008). Selective Hydrolysis of Cellulose into Glucose Over Solid Solid Acid Catalyst. *Green Chem*, 10, 1033-1037.

Pramono dan Ujang., 2014. *Estimasi Ketidakpastian Pengukurani*. BMD Street Consulting, Tangerang.

Preeti B. Subhedar, Parag R. Gogate., 2013. Alkaline and ultrasound assisted alkaline pretreatment for intensification of delignification process from sustainable raw material. India. *Ultrasonics Sonochemistry* 21, 216–225.

Prasutiyo, I., dan Dora Yolanda, 2015. Degradasi selulosa dari batang jagung (*cornstalk*) menjadi glukosa dengan proses hidrotermal menggunakan kombinasi pretreatment delignifikasi ultrasonic. *Laporan Skripsi*. Fakultas Teknologi Industri. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh November.

Puspita, I. D. R. C. (2018). Verifikasi Metode Penentuan Besi (Fe) Terlarut pada Sampel Air Filter Layer Menggunakan Spektrometri Serapan Atom Di Balai Konservasi Borobudur. *Tugas Akhir.* Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia

Rahman, M.A.A., 2013. Lactid acid production from lignosellulosic-derived sugars using lactid acid bacteria: overview and limits: review. *Journal of biotechnology*. 156 (4): 285-301.

Rahmidar, L., Wahidiniawati, S., Sudiarti, T., 2018, Pembuatan dan Karakterisasi Metil Selulosa dari Bonggol dan Kulit Nanas (Ananas Comosus), *ALOTROP*, 2, 88-96.

Riyanto, 2014, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji: sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*, Yogyakarta: Deepublish.

Rodriguez-Olalde, N. E., Mendoza-Chavez, E. A., Castro-Mantoya, A. J., Saucedo Luna, J., Maya-Yescas, R., Rutiaga-Quinoses, J. G., & Ponce Ortega, J. M. 2015. Simulation of syngas production from lignin using guaiacol as a model compound. *Energies*, 8(7), 1-10.

Rowell, R. M., 2005, Chemical modification of wood: Handbook of wood 38 chemistry and wood composites, *Boca Raton, Fla: CRC Press*, 381-420.

Safaria, S. 2013. Efektivitas campuran enzime selulase dari Aspergilus niger dan Trichoderma reesei dalam menghidrolisi Substrat sabut kelapa. ISSN: 2303-1077, 2(1) : 46-51

Saleh, A., Pakpahan, M. M. D., & Angelina, N., 2009. Pengaruh Konsentrasi Pelarut, Temperatur, dan Waktu Pemasakan Pada Pembuatan Pulp dari Sabut Kelapa Muda. *Jurnal Teknik Kimia.* 16(3): 35-44.

Sari, N. K. 2009. Pembuatan Bioetanol dari Rumput Gajah dengan Destilasi Batch. *Jurnal Teknik Kimia*, 8(3), 94-103.

Satiadarma, K. 2004. *Asas Pengembangan Prosedur Analisis*. Airlangga University Press: Surabaya. 300-303.

Sediawan, W.B., Megawati, Millati, R., dan Syamsiah, S., 2007, Hydrolysis Lignocellulosic Waste for Ethanol Production. *International Biofuel Conference*. Bali, Indonesia.

Setiati, R., Deana, W., Septoratno, S., & Taufan, M., 2016. Optimasi Pemisahan Lignin Ampas Tebu Dengan Menggunakan Natrium Hidroksida. *Jurnal Sains dan Teknologi*. 4. 2: 257-264.

Simatupang, H, Andi, N., & Netti, H. 2012. Studi Isolasi dan Rendemen Lignin dari Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS). *Jurnal Teknik Kimia USSU*, 1, 1: 20-24.

Song Y. Zhou J, Zhang L, Wu X., 2008, Homogenous Modification of Cellulose with Acrylamide in NaOH/Urea Aqueous Solutions, *Carbohydrate Polymers*, 73, 18-25.

Speight, J. G.,2017. *Industrial Organic Chemistry In Environmental Organic Chemistry for Engineers*. Elsevier Sciences: Woburn, United States.

Speight, J. G.,2018. *Reaction Mechanisms de reaction in ingenieria Ambiental*. Elsevier Sciences: United States, Amerika. 203-229.

Sugeng H.S., B. Sinaga, B. Winarso, E. Handayani, I. Karim, Purwanto, Suparno, dan Triyanto, 2010. *Pembibitan dan Penanaman*.. PT. Geat Giant Pineapple Terbangi Besar Lampung Tengah. 120-136.

Sunardi, Susanna, T. S., Nuraini. E., 2007, Ketidakpastian Pengukuran pada metode AANC untuk Analisis N, P, K, Si, Al, Cu, Fe dalam Cuplikan Sedimen, Prosiding *PPI – PDIPTN BATAN*, 256-262.

Sunarto, A., 2008. *Teknologi Pencelupan dan Pengecapan Jilid I*. Direktorat Jenderal Manajemen Pendidikan Dasar dan Menengah, Departemen Pendidikan Nasional, Jakarta.

Venkateshwaran, N., & Elayaperumal, A.,2010. Banana fiber reinforced polymer composites – A review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 29 (15), 2387-2396.

Wibisono, I., Leonardo, H., Antaresti, Aylianawati., 2011. Pembuatan Pulp dari Alang-Alang, *Widya Teknik*, 10, 11-20.

Wicakso, D.R., 2008. Kinetika Reaksi Hidrolisis Polisakarida dari Sampah Kota (Sayur dan Buah) dengan Katalisator Asam Sulfat Encer dalam Rangka Produksi Etanol, *Laporan Tesis*, Jurusan Teknik Kimia, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

Wiratmaja, I Gede., Gusti, B., dan Nyoman Suprapta W. 2011. Pembuatan Etanol Generasi Kedua Dengan Memanfaatkan Limbah Rumput Laut Eucheuma Cottonii Sebagai Bahan Baku. *Jurnal Ilmiah Teknik Mesin.* 5(1), 75-84.

Wiyantoko, B., Rusitasari, R., Putri, R.N., dan Muhaimin., 2017, Identifikasi Glukosa Hasil Hidrolisis Serat Daun Nanas menggunakan Metode Fenol-Asam Sulfat secara Spektrofotometri UV-Visibel. *Prosiding Seminar Nasional Kimia FMIPA UNESA*. Surabaya: Fakultas MIPA UNESA.

Yudhanto, F., 2016, *Proses Pembuatan Plastik Biodegradable dari BahanSelulosa Serat Alam (Agave Sisalana) dan Chitosan*, Usulan Penelitian Dosen Muda, Teknik Mesin Otomotif Dan Manufaktur Program Vokasi, Yogyakarta: Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (UMY).

LAMPIRAN

Lampiran 1
PEMBUATAN REAGEN

1. Larutan Indikator Kanji 1%

   Diketahui :

   Volume yang dibuat = 50 mL

   Konsentrasi amilum yang dibuat = 1%

   Ditanya : berapa massa amilum yang ditimbang?

   Penyelesaian:

   $$\%\ b/v = \frac{m\ amilum}{V\ Larutan}\ x\ 100\%$$

   $$1\% = \frac{m\ amilum}{50\ mL}\ x\ 100\%$$

   $$m = 0{,}5\ g$$

2. Larutan Kalium Iodida 20%

   Diketahui :

   Volume yang dibuat = 100 mL

   Konsentrasi KI yang dibuat = 20%

   Ditanya : berapa massa NaOH yang ditimbang?

   Penyelesaian:

   $$\%\ b/v = \frac{m\ KI}{V\ Larutan}\ x\ 100\%$$

   $$20\% = \frac{m\ KI}{100\ mL}\ x\ 100\%$$

   $$m = 20\ g$$

3. Larutan NaOH 1%

   Diketahui :

   Volume yang dibuat = 50 mL

   Konsentrasi NaOH yang dibuat = 1%

   Ditanya : berapa massa NaOH yang ditimbang?

   Penyelesaian:

   $$\%\ b/v = \frac{m\ NaOH}{V\ Larutan}\ x\ 100\%$$

   $$1\% = \frac{m\ NaOH}{50\ mL}\ x\ 100\%$$

   $$m = 0{,}5\ g$$

4. Larutan NaOH 3%

   Diketahui :

   Volume yang dibuat = 50 mL

   Konsentrasi NaOH yang dibuat = 3%

   Ditanya : berapa massa NaOH yang ditimbang?

   Penyelesaian:

$$\%\ b/v = \frac{m\ NaOH}{V\ Larutan}\ x\ 100\%$$

$$3\% = \frac{m\ NaOH}{50\ mL}\ x\ 100\%$$

$$m = 1{,}5\ g$$

5. Larutan NaOH 5%

   Diketahui :

   Volume yang dibuat = 50 mL

   Konsentrasi NaOH yang dibuat = 5%

   Ditanya : berapa massa NaOH yang ditimbang?

   Penyelesaian:

$$\%\ b/v = \frac{m\ NaOH}{V\ Larutan}\ x\ 100\%$$

$$5\% = \frac{m\ NaOH}{50\ mL}\ x\ 100\%$$

$$m = 2{,}5\ g$$

6. Larutan NaOH 10%

   Diketahui :

   Volume yang dibuat = 50 mL

   Konsentrasi NaOH yang dibuat = 10%

   Ditanya : berapa massa NaOH yang ditimbang?

   Penyelesaian:

$$\%\ b/v = \frac{m\ NaOH}{V\ Larutan}\ x\ 100\%$$

$$10\% = \frac{m\ NaOH}{50\ mL}\ x\ 100\%$$

$$m = 5\ g$$

7. Larutan H_2SO_4 1 N

Diketahui :

Volume yang dibuat = 100 mL

Mr H_2SO_4 = 98,08 g/mol

Berat jenis H_2SO_4 = 1,84

Valensi = 2 grek/mol

Konsentrasi H_2SO_4 yang dibuat = 1 N

Ditanya : berapa mL H_2SO_4 yang dipipet?

Penyelesaian:

- Mencari N H_2SO_4 pekat

$$N = \frac{(10 \; x \; \% \; x \; \rho) \; x \; valensi}{Mr \; H_2SO_4}$$

$$= \frac{(10 \; x \; 96\% \; x \; 1{,}84 \; g/mL) \; x \; 2}{98{,}08 \; g/mol}$$

$$= 36{,}01 \text{ N}$$

- Pengenceran

N_1 x V_1 = N_2 x V_2

36,01 N x V_1 = 0,1 N x 100 mL

V_1 = 2,8 mL

8. Larutan H_2SO_4 25% dari H_2SO_4 pekat 96%

Diketahui :

Volume yang dibuat = 100 mL

Konsentrasi H_2SO_4 yang dibuat = 25%

Ditanya : berapa mL H_2SO_4 yang dipipet?

Penyelesaian:

C_1 x V_1 = C_2 x V_2

96% x V_1 = 25% x 100 mL

V_1 = 26,04 mL

9. Larutan H_2SO_4 72% dari H_2SO_4 pekat 96%

Diketahui :

Volume yang dibuat = 10 mL

Konsentrasi H_2SO_4 yang dibuat = 72%

Ditanya : berapa mL H_2SO_4 yang dipipet?

Penyelesaian:

C_1 x V_1 = C_2 x V_2

96% x V_1 = 72% x 10 mL

V_1 = 7,5 mL

10. Larutan $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N

Diketahui :

Volume yang dibuat = 50 mL

Mr $K_2Cr_2O_7$ = 249,19 g/mol

Ekivalen $K_2Cr_2O_7$ = 6 grek/mol

Konsentrasi $K_2Cr_2O_7$ yang dibuat = 0,1 N

Ditanya : berapa massa $K_2Cr_2O_7$ yang ditimbang?

Penyelesaian:

$$N = \frac{m\ K_2Cr_2O_7\ \ x\ n}{Mr\ K_2Cr_2O_7}\ x\ \frac{1000}{V}$$

$$0{,}1\ N = \frac{m\ K_2Cr_2O_7\ \ x\ 6}{249{,}19\ g/mol}\ x\ \frac{1000}{50\ mL}$$

m $K_2Cr_2O_7$ = 0,2 g

11. Larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N

Diketahui :

Volume yang dibuat = 250 mL

Mr $Na_2S_2O_3$ = 248,18 g/mol

Ekivalen $Na_2S_2O_3$ = 1

Konsentrasi $Na_2S_2O_3$ yang dibuat = 0,1 N

Ditanya : berapa massa $Na_2S_2O_3$ yang ditimbang?

Penyelesaian:

$$N = \frac{m\ Na_2S_2O_3\ \ x\ n}{Mr\ Na_2S_2O_3}\ x\ \frac{1000}{V}$$

$$0{,}1\ N = \frac{m\ Na_2S_2O_3\ \ x\ 1}{248{,}18\ g/mol}\ x\ \frac{1000}{250\ mL}$$

m $Na_2S_2O_3$ = 6,2 g

12. Standarisasi Larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N

Diketahui :

Volume std primer ($K_2Cr_2O_7$) = 20 mL

Konsentrasi $K_2Cr_2O_7$ = 0,1 N

Volume titrasi $Na_2S_2O_3$ = 20,08 mL

Ditanya : berapa konsentrasi $Na_2S_2O_3$ sebenarnya?

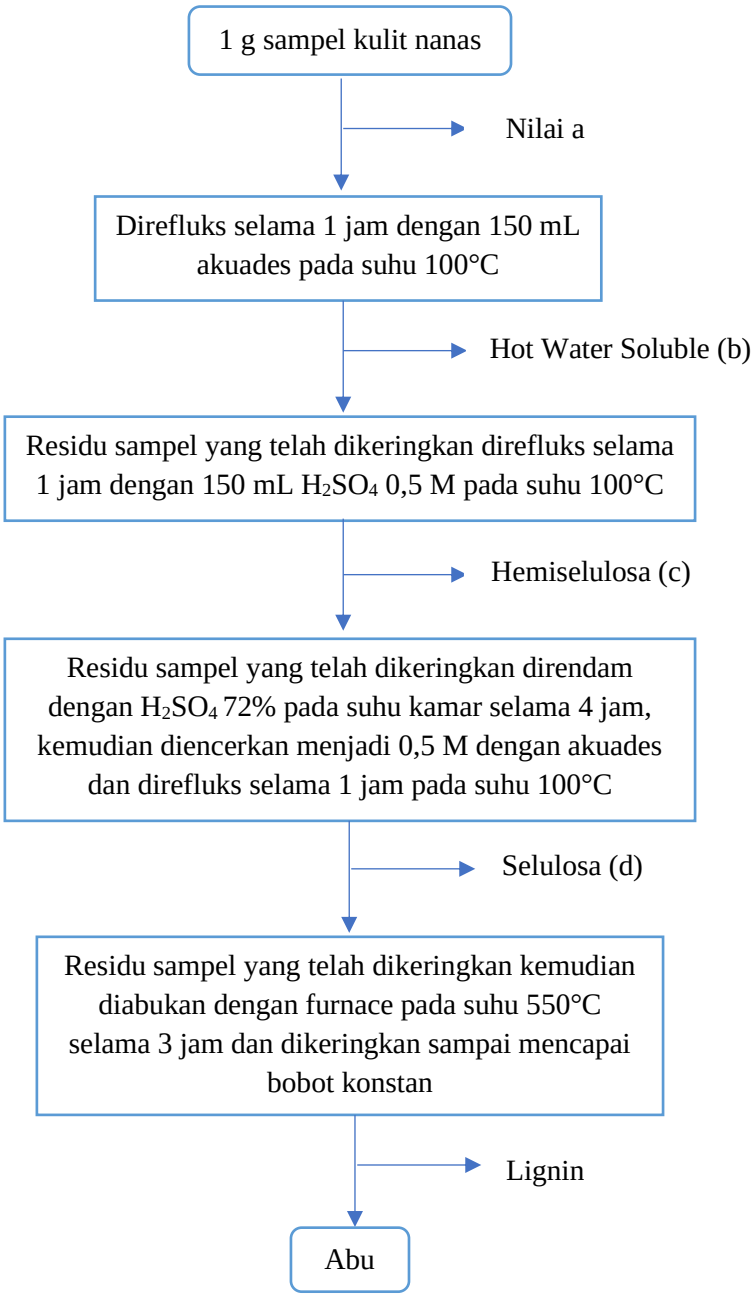
Penyelesaian:

$$N = \frac{V\ \ K_2Cr_2O_7\ \ x\ N\ K_2Cr_2O_7}{V\ titrasi\ Na_2S_2O_3}$$

$$= \frac{20\ mL\ x\ 0{,}1\ N}{20{,}08\ mL}$$

= 0,0996 N

Lampiran 2
PENENTUAN METODE CHESSON



1. Sampel Tanpa Delignifikasi

   Diketahui :

   nilai a = 1,0038 g
   nilai b = 0,7780 g
   nilai c = 0,5095 g
   nilai d = 0,1556 g
   nilai e = 0,0501 g

   Penyelesaian :

   - % HWS = $\frac{(a-b)}{a}$ x 100% = $\frac{(1{,}0038\ g - 0{,}7780\ g)}{1{,}0038\ g}$ x 100% = **22,49%**
   - % Hemi = $\frac{(b-c)}{a}$ x 100% = $\frac{(0{,}7780\ g - 0{,}5095\ g)}{1{,}0038\ g}$ x 100% = **26,75%**
   - % Selulosa = $\frac{(c-d)}{a}$ x 100% = $\frac{(0{,}5095\ g - 0{,}1556\ g)}{1{,}0038\ g}$ x 100% = **35,26%**
   - % Lignin = $\frac{(d-e)}{a}$ x 100% = $\frac{(0{,}1556\ g - 0{,}0501\ g)}{1{,}0038\ g}$ x 100% = **10,51%**

2. Sampel Delignifikasi NaOH 1%

   Diketahui :

   nilai a = 2,7905 g
   nilai b = 1,8979 g
   nilai c = 1,2655 g
   nilai d = 0,5210 g
   nilai e = 0,0021 g

   Penyelesaian :

   - % HWS = $\frac{(a-b)}{a}$ x 100% = $\frac{(2{,}7905\ g - 1{,}8979\ g)}{2{,}7905\ g}$ x 100% = **31,99%**
   - % Hemi = $\frac{(b-c)}{a}$ x 100% = $\frac{(1{,}8979\ g - 1{,}2655\ g)}{2{,}7905\ g}$ x 100% = **22,66%**
   - % Selulosa = $\frac{(c-d)}{a}$ x 100% = $\frac{(1{,}2655\ g - 0{,}5210\ g)}{2{,}7905\ g}$ x 100% = **26,68%**
   - % Lignin = $\frac{(d-e)}{a}$ x 100% = $\frac{(0{,}5210\ g - 0{,}0021\ g)}{2{,}7905\ g}$ x 100% = **18,60%**

3. Sampel Delignifikasi NaOH 3%

   Diketahui :

   nilai a = 1,0089 g
   nilai b = 0,5648 g
   nilai c = 0,3951 g
   nilai d = 0,0616 g
   nilai e = 0,0016 g

Penyelesaian :

- % HWS = $\frac{(a-b)}{a}$ x 100% = $\frac{(1{,}0089\ g - 0{,}5648\ g)}{1{,}0089\ g}$ x 100% = **44,02%**
- % Hemi = $\frac{(b-c)}{a}$ x 100% = $\frac{(0{,}5648\ g - 0{,}3951\ g)}{1{,}0089\ g}$ x 100% = **16,82%**
- % Selulosa = $\frac{(c-d)}{a}$ x 100% = $\frac{(0{,}3951\ g - 0{,}0616\ g)}{1{,}0089\ g}$ x 100% = **33,06%**
- % Lignin = $\frac{(d-e)}{a}$ x 100% = $\frac{(0{,}0616\ g - 0{,}0016\ g)}{1{,}0089\ g}$ x 100% = **5,95%**

4. Sampel Delignifikasi NaOH 5%

Diketahui :

nilai a = 1,0074 g
nilai b = 0,5281 g
nilai c = 0,3923 g
nilai d = 0,0638 g
nilai e = 0,0118 g

Penyelesaian :

- % HWS = $\frac{(a-b)}{a}$ x 100% = $\frac{(1{,}0074\ g - 0{,}5281\ g)}{1{,}0074\ g}$ x 100% = **47,58%**
- % Hemi = $\frac{(b-c)}{a}$ x 100% = $\frac{(0{,}5281\ g - 0{,}3923\ g)}{1{,}0074\ g}$ x 100% = **13,48%**
- % Selulosa = $\frac{(c-d)}{a}$ x 100% = $\frac{(0{,}3923\ g - 0{,}0638\ g)}{1{,}0074\ g}$ x 100% = **32,61%**
- % Lignin = $\frac{(d-e)}{a}$ x 100% = $\frac{(0{,}0638\ g - 0{,}0118\ g)}{1{,}0074\ g}$ x 100% = **5,16%**

Lampiran 3
PENENTUAN KONSENTRASI STANDAR

1. **Perhitungan Konsentrasi Teoritis**

$$C = \frac{massa\ (mg)}{volume\ (mL)}$$

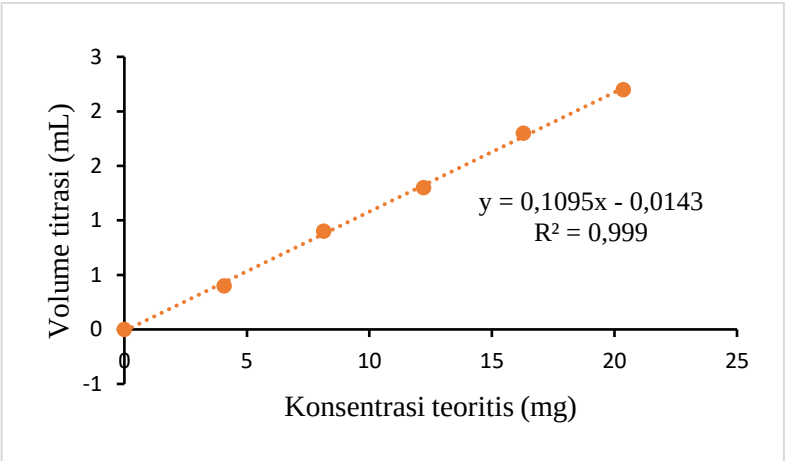
Diketahui : m std glukosa = 0,1018 g → 101,8 mg
Volume = 25 mL

Penyelesaian :

1. Standar 1 $= \frac{101{,}8\ mg}{25\ mL} = 4{,}072$ mg
2. Standar 2 = 4,072 x 2 = 8,144 mg
3. Standar 3 = 4,072 x 3 = 12,216 mg
4. Standar 4 = 4,072 x 4 = 16,288 mg
5. Standar 5 = 4,072 x 5 = 20,360 mg

C teoritis (mg/mL)	Vt (mL)	Vb-Vt (mL)
Blanko	26,70	0
4,072	26,30	0,40
8,144	25,80	0,90
12,216	25,40	1,30
16,288	24,90	1,80
20,360	24,50	2,20

Keterangan: Vt = volume titrasi $Na_2S_2O_3$
Vb = volume blanko



2. Perhitungan Konsentrasi Terukur

$$x = \frac{y-b}{a}$$

y = volume selisih standar

1. Standar 1 = $\frac{0,40-(-0,0143)}{0,1095}$ = 3,7836 mg
2. Standar 2 = $\frac{0,90-(-0,0143)}{0,1095}$ = 8,3498 mg
3. Standar 3 = $\frac{1,30-(-0,0143)}{0,1095}$ = 12,0027 mg
4. Standar 4 = $\frac{1,80-(-0,0143)}{0,1095}$ = 16,5689 mg
5. Standar 5 = $\frac{2,20-(-0,0143)}{0,1095}$ = 20,2219 mg

C teoritis (mg/mL)	C terukur
0	0
4,0720	3,7836
8,1440	8,3498
12,2160	12,0027
16,2880	16,5689
20,3600	20,2219

Lampiran 4
PENENTUAN KONSENTRASI SAMPEL

$$\textbf{Kadar (mg)} = \frac{(V\ Blanko - V\ Titrasi) - Intersep}{Slope}$$

1) Sampel tanpa delignifikasi *(non pretreatment)*

Diketahui : y = 0,1095x – 0,0143

Keterangan	Vt (mL)	Vb-Vt (mL)
Blanko	**26,70**	**-**
Pengulangan 1	24,40	2,30
Pengulangan 2	24,40	2,30
Pengulangan 3	24,30	2,40
Rerata	24,37	2,33

Penyelesaian :

$$\text{Kadar} = \frac{(26{,}70 - 24{,}37)\ mL - (-0{,}0143)}{0{,}1095} = \frac{2{,}33\ mL + 0{,}0143}{0{,}1095} = 21{,}44 \text{ mg}$$

2) Sampel delignifikasi NaOH 1%

Diketahui : y = 0,1095x – 0,0143

Keterangan	Vt (mL)	Vb-Vt (mL)
Blanko	**26,70**	**-**
Pengulangan 1	24,10	2,60
Pengulangan 2	24,15	2,55
Pengulangan 3	24,10	2,60
Rerata	**24,13**	**2,58**

Penyelesaian :

$$\text{Kadar} = \frac{(26{,}70 - 24{,}13)\ mL - (-0{,}0143)}{0{,}1095} = \frac{2{,}58\ mL + 0{,}0143}{0{,}1095} = 23{,}72 \text{ mg}$$

3) Sampel delignifikasi NaOH 3%

Diketahui : y = 0,1095x – 0,0143

Keterangan	Vt (mL)	Vb-Vt (mL)
Blanko	**26,70**	**-**
Pengulangan 1	23,95	2,75
Pengulangan 2	24,00	2,70
Pengulangan 3	24,00	2,70
Rerata	**23,98**	**2,72**

Penyelesaian :

$$\text{Kadar} = \frac{(26{,}70 - 23{,}98)\ mL - (-0{,}0143)}{0{,}1095} = \frac{2{,}72\ mL + 0{,}0143}{0{,}1095} = 24{,}94 \text{ mg}$$

4) Sampel delignifikasi NaOH 5%

Diketahui : y = 0,1095x – 0,0143

Keterangan	Vt (mL)	Vb-Vs (mL)
Blanko	**26,70**	**-**
Pengulangan 1	23,80	2,90
Pengulangan 2	23,70	3,00
Pengulangan 3	23,70	3,00
Rerata	**23,73**	**2,97**

Penyelesaian :

$$\text{Kadar} = \frac{(26{,}70 - 23{,}73)\ mL - (-0{,}0143)}{0{,}1095} = \frac{2{,}97\ mL + 0{,}0143}{0{,}1095} = 27{,}22 \text{ mg}$$

5) Sampel delignifikasi NaOH 10%

Diketahui : y = 0,1095x – 0,0143

Keterangan	Vt (mL)	Vb-Vt (mL)
Blanko	24,70	-
Pengulangan 1	23,00	3,70
Pengulangan 2	22,90	3,80
Pengulangan 3	23,00	3,70
Rerata	22,97	3,73

Penyelesaian :

$$\text{Kadar} = \frac{(26{,}70 - 22{,}97)\ mL - (-0{,}0143)}{0{,}1095} = \frac{3{,}73\ mL + 0{,}0143}{0{,}1095} = 34{,}22 \text{ mg}$$

Tabel Hasil Gula Pereduksi Sampel Kulit Nanas

Konsentrasi NaOH (%)	Volume titrasi (mL)	Vb – Vt (mL)	Kadar (mg)
non pretreatment	24,37	2,33	21,44
1	24,12	2,58	23,72
3	23,98	2,72	24,94
5	23,73	2,97	27,22
10	22,97	3,73	34,22

Lampiran 5
PARAMETER PENGUJIAN

1. **Penentuan LOD dan LOQ**

Keterangan	Y	Yi	Y-Yi	$(Y-Yi)^2$
Blanko	0	0	0	0
Std 1	4,0720	3,7836	0,2884	0,0832
Std 2	8,1440	8,3498	-0,2058	0,0423
Std 3	12,2160	12,0027	0,2133	0,0455
Std 4	16,2880	16,5689	-0,2809	0,0789
Std 5	20,3600	20,2219	0,1381	0,0191
			Σ (Y-Yi)²	0,2690

$$\textbf{Sy/x} = \sqrt{\frac{\Sigma\,(y-yi)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{0{,}2690}{6-2}} = 0{,}2593$$

$$\textbf{LOD} = \frac{3\ x\ Sy/x}{slope} = \frac{3\ x\ 0{,}2593\ mg/mL}{0{,}1095} = 7{,}1051 \text{ mg}$$

$$\textbf{LOQ} = \frac{10\ x\ Sy/x}{slope} = \frac{10\ x\ 0{,}2593\ mg/mL}{0{,}1095} = 26{,}6835 \text{ mg}$$

2. **Penentuan Presisi**

   1) **Sampel tanpa delignifikasi *(non pretreatment)***

Keterangan	Vt	Xi	$\bar{X}i$	$(Xi - \bar{X}i)^2$
Pengulangan 1	2,30	21,14		0,0927
Pengulangan 2	2,30	21,14	21,44	0,0927
Pengulangan 3	2,40	22,05		0,3707
			$\sum(Xi-Xi)^2$	0,5560

- $SD = \sqrt{\frac{\sum(Xi-\bar{X}i)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0{,}5560}{3-1}} = 0{,}5273$
- $RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{0{,}5273}{21{,}44}\ x\ 100\% = 2{,}46\%$
- $CV\ Horwitz = 2^{1-0{,}5\ log\ C} = 2^{4{,}1390} = 17{,}62\%$

  2/3 CV Horwitz = 0,6667 x 17,62%

  = **11,75%**

Nilai %RSD < 2/3 *CV Horwitz*, artinya presisi pengujian baik

2) Sampel delignifikasi NaOH 1%

Keterangan	Vt	Xi	$\bar{X}i$	$(XI - \bar{X}i)^2$
Pengulangan 1	2,60	23,87		0,0232
Pengulangan 2	2,55	23,42	23,72	0,0927
Pengulangan 3	2,60	23,87		0,0232
			$\sum(Xi-Xi)^2$	0,1390

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(Xi-\bar{X}i)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0,1390}{3-1}} = 0,2636$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{0,2632}{23,72}\ x\ 100\% = 1,11\%$$

3) Sampel delignifikasi NaOH 3%

Keterangan	Vt	Xi	$\bar{X}i$	$(XI - \bar{X}i)^2$
Pengulangan 1	2,75	25,24		0,0927
Pengulangan 2	2,70	24,79	24,94	0,0232
Pengulangan 3	2,70	24,79		0,0232
			$\sum(Xi-Xi)^2$	0,1390

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(Xi-\bar{X}i)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0,1390}{3-1}} = 0,2636$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{0,2636}{24,94}\ x\ 100\% = 1,06\%$$

4) Sampel delignifikasi NaOH 5%

Keterangan	Vt	Xi	$\bar{X}i$	$(XI - \bar{X}i)^2$
Pengulangan 1	2,90	26,61		0,3707
Pengulangan 2	3,00	27,53	27,22	0,0927
Pengulangan 3	3,00	27,53		0,0927
			$\sum(Xi-Xi)^2$	0,5560

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(Xi-\bar{X}i)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0,5560}{3-1}} = 0,5273$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{0,5273}{27,22}\ x\ 100\% = 1,94\%$$

5) Sampel delignifikasi NaOH 10%

Keterangan	Vt	Xi	$\bar{X}i$	$(XI - \bar{X}i)^2$
Pengulangan 1	3,70	33,92		0,0927
Pengulangan 2	3,80	34,83	34,22	0,3707
Pengulangan 3	3,70	33,92		0,0927
			$\sum(Xi-Xi)^2$	0,5560

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(Xi-\bar{X}i)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0,5560}{3-1}} = 0,5273$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{0,5273}{34,22}\ x\ 100\% = 1,54\%$$

LAMPIRAN 6
DOKUMENTASI



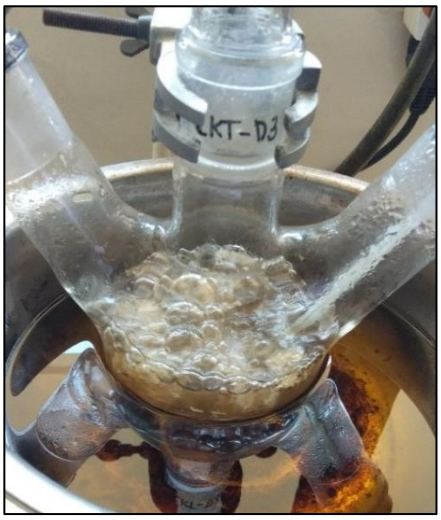
Gambar 6.1 Sampel Kulit Nanas



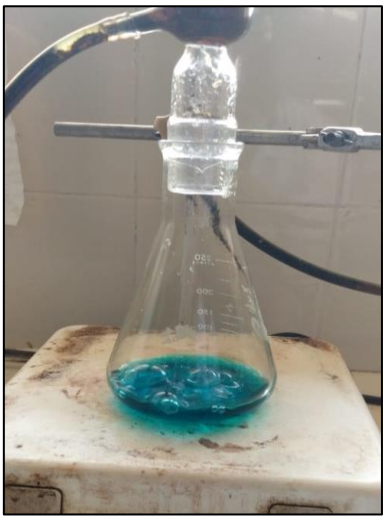
Gambar 6.2 Sampel Kulit Nanas



Gambar 6.3 Pengovenan Sampel



Gambar 6.4 Hidrolisis Sampel



Gambar 6.5 Pemanasan Luff Schoorl



Gambar 6.6 Hasil Standarisasi $K_2Cr_2O_7$ dengan $Na_2S_2O_3$



Gambar 6.7 Hasil Penentuan Gula Pereduksi



Gambar 6.8 *Waterbath*



Gambar 6.9 Sampel Setelah Delignifikasi