

OPTIMASI pH DAN SUHU PADA PRODUKSI SURFAKTAN NATRIUM LIGNOSULFONAT DARI TEMPURUNG BIJI NYAMPLUNG

Beta Cahaya Pertiwi*, Fariz Santoso Putra, Sintha Soraya Santi

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur, Jl. Raya Rungkut Madya No.1, Gunung Anyar, Kota Surabaya, 60294 Indonesia

*) e-mail: pertiwibeta268@gmail.com

Received: 2 Maret 2020 Accepted: 20 Maret 2020: Available online: 31 Maret 2020

Abstrak

Tempurung biji nyamplung (*Calophyllum inophyllum* Linn.) memiliki kadar lignin yang tinggi yaitu sebesar 34,5452% dapat dimanfaatkan sebagai bahan pembuatan surfaktan anionik, sodium lignosulfonat. Pada penelitian ini, dilakukan proses sulfonasi untuk mensubstitusi atom H dengan gugus $-SO_3H$ dengan menggunakan sulfonating agent yaitu sodium bisulfit. Penelitian ini bertujuan untuk mengoptimasi suhu dan pH pada produksi surfaktan dari tempurung biji nyamplung dan mengetahui pengaruhnya terhadap kadar surfaktan yang dihasilkan. Penelitian ini dilakukan pada suhu operasi yang bervariasi 60°C, 70°C, 80°C, 90°C, 100°C serta pada pH 1,2,3,4,5. Hasil yang didapatkan kemudian dianalisa dengan menggunakan Spektrofotometri UV-VIS yang kemudian dioptimisasi dengan menggunakan metode Respon Permukaan. Kadar terbesar yang dihasilkan dari penelitian ini berada pada suhu 100°C dan pH 5 dengan konsentrasi sebesar 9,16mg/L. Hasil penelitian menunjukkan produksi Sodium lignosulfonat yang optimum sebesar 7,33343mg/L dengan kondisi pH optimum 5 dan kondisi suhu 100°C. Persamaan model adalah $Y = 50,5 - 1,137 X_1 - 1,19X_2 + 0,00671 X_1^2 - 0,056X_2^2 + 0,0215 X_1X_2$

Kata kunci: metode respon permukaan; optimasi; sulfonasi; sodium bisulfit; tempurung biji nyamplung

Abstract

Nyamplung (*Calophyllum inophyllum* Linn.) seed shell has a high lignin content that is 34.5452% can be used as an anionic surfactant, sodium lignosulfonate. In this research, a sulfonation process was carried out to substitute the H atom with the $-SO_3H$ group by using a sulfonating agent, sodium bisulfite. The purpose of this study is to determine the optimum conditions of pH and temperature of surfactant production from the Nyamplung seed shell and determine its effect on the surfactant levels produced. This research was carried out at various operating temperatures of 60°C, 70°C, 80°C, 90°C, 100°C and at pH 1,2,3,4,5. The obtained results are then analyzed using UV-VIS Spectrophotometry which is then optimized using the Surface Response method. The highest levels produced from this study was at a temperature of 100°C and pH 5 with a concentration of 9.16mg/ L. Result of this study showed that the optimum Sodium Lignosulfonate production is 7.33343 mg/L with optimum pH condition is 5 and temperature condition is 100°C. The model equation is $Y = 50,5 - 1,137 X_1 - 1,19X_2 + 0,00671 X_1^2 - 0,056X_2^2 + 0,0215 X_1X_2$

Keywords: nyamplung seed shell; optimization; sodium bisulfite; sulfonation; surface response method.

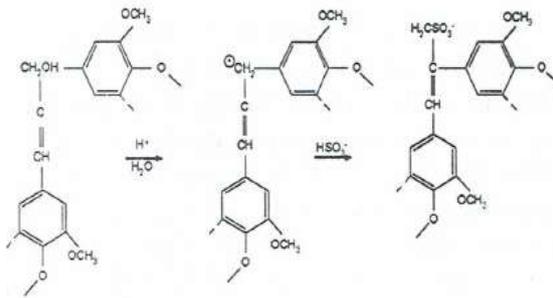
PENDAHULUAN

Tumbuhan Nyamplung (*Calophyllum inophyllum* Linn.) banyak ditemukan di daerah pesisir pantai. Buah Nyamplung umumnya digunakan sebagai bahan pembuatan biodiesel. Berdasarkan analisa yang telah dilakukan tempurung biji nyamplung mengandung lignin yang cukup tinggi, diketahui kadar lignin sebesar 34,5452%. Oleh

sebab itu, tempurung biji nyamplung dapat dimanfaatkan sebagai bahan pembuatan surfaktan lignosulfonat [1].

Lignosulfonat merupakan hasil sulfonasi lignin dan garamnya menghasilkan garam lignosulfonat seperti sodium lignosulfonat, magnesium lignosulfonat dan ammonia lignosulfonat [2]. Reaksi sulfonasi merupakan suatu reaksi substitusi elektrofilik

dengan menggunakan *sulfonating agent* yang bertujuan untuk mensubstitusi atom H dengan gugus $-SO_3H$ pada molekul organik melalui ikatan kimia pada atom karbonnya [3]. Sulfonasi adalah reaksi kimia yang melibatkan penggabungan gugus asam sulfonat, $-SO_3H$, ke dalam suatu molekul ataupun ion, termasuk reaksi-reaksi yang melibatkan gugus sulfonyl halida ataupun garam-garam yang berasal dari gugus asam sulfonat, misalnya penggabungan $-SO_3$ ke dalam senyawa organik [1].



Gambar 1 mekanisme reaksi lignin dengan cairan pensulfonat yang mengandung bahan pereaksi aktif H^+ (hidrolisa) dan HSO_3^- (sulfonasi) [4]

Penelitian terdahulu yang memiliki judul Sintesis, Pemurnian dan Karakterisasi MES sebagai bahan inti deterjen dari minyak biji nyamplung (*Calophyllum inophyllum L*) bertujuan untuk mengetahui perbedaan karakteristik MES tanpa pemurnian dan MES hasil pemurnian serta pada kondisi pemurnian terbaik. Pada penelitian ini diketahui MES tanpa pemurnian setelah netralisasi memiliki nilai pH 7,819, stabilitas emulsi 33,33%, stabilitas busa 19,765% dan daya deterjensi 68,80% dan MES hasil pemurnian setelah netralisasi memiliki pH 7,795, stabilitas emulsi 90,455%, stabilitas busa 15,00%, dan daya deterjensi 85,15% [5].

Penelitian terdahulu mengenai Optimasi Pembuatan Sodium Lignosulfonat Berbahan Dasar Tandan Kosong Kelapa Sawit, dengan menggunakan 4 variabel yaitu konsentrasi $NaHSO_3$, konsentrasi Lignin dalam sistem, temperatur, dan waktu reaksi. Setelah dilakukan optimasi terhadap variabel yang ada dapat diketahui hasil yang terbaik sebesar 92% yield pada suhu $97^\circ C$, konsentrasi $NaHSO_3$ sebesar 0.3 M, dan konsentrasi lignin pada 0.1 M selama 4 jam reaksi [6].

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka penulis tertarik untuk melakukan penelitian mengenai optimasi suhu dan pH pada produksi surfaktan natrium lignosulfonat dari tempurung biji nyamplung. Setelah dilakukan observasi lapangan, tempurung biji nyamplung memiliki jumlah yang sangat banyak disekitar pesisir pantai Surabaya dan berdasarkan analisa awal kandungan lignin pada tempurung biji nyamplung sebesar 34,5452%. Maka hal tersebut yang melatarbelakangi untuk dilakukan optimasi suhu dan pH pada produksi surfaktan Natrium Lignosulfonat dari tempurung biji nyamplung.

Tempurung pada biji nyamplung memiliki karakteristik berwarna coklat kehitaman. Semakin tua umur tempurung biji nyamplung, maka semakin gelap pula warna dari tempurung biji nyamplung tersebut. Gelapnya warna tempurung nyamplung merupakan salah satu ciri tingginya kadar lignin. Tempurung biji nyamplung didapatkan dengan cara memisahkan daging buah nyamplung. Hasil analisa kimia tempurung biji nyamplung didapatkan kadar holoselulosa dan lignin sebesar 87,64% dan 36,69% [7].

Lignin merupakan senyawa turunan dari bahasa *latin* yang berarti kayu. Yang merupakan komponen utama dari tanaman vascular. Lignin dapat dikarakterisasi sebagai padatan dengan menggunakan analisa FT-IR. Pada larutan, lignin dapat dianalisa menggunakan metoda spectrum seperti spektrofotometri UV, FTIR, proton NMR, carbon-13 NMR, dan lain – lain. Karena tidak memungkinkan untuk memisahkan lignin dari kayu tanpa mengalami degradasi, maka berat molekul sebenarnya dari lignin tidak dapat diidentifikasi. Lignin memiliki berat molekul yang beragam, dari 5.600 sampai dengan 126.00 [8].

Reaksi sulfonasi merupakan suatu reaksi substitusi elektrofilik dengan menggunakan *sulfonating agent* yang bertujuan untuk mensubstitusi atom H dengan gugus $-SO_3H$ pada molekul organik melalui ikatan kimia pada atom karbonnya [3]. Jenis – jenis zat pensulfonasi antara lain ialah persenyawaan SO_3 , termasuk didalamnya

asam sulfat, persenyawaan SO₂, senyawa sulfoalkilasi [1]. Pada proses pembuatan sodium lignosulfonat terjadi dua reaksi yaitu reaksi hidrolisis dan reaksi sulfonasi. Reaksi hidrolisis berguna untuk memecah ikatan-ikatan eter antara unit-unit fenil propana menghasilkan gugus – gugus hidroksil fenol bebas, sedangkan pada reaksi sulfonasi menghasilkan gugus-gugus asam sulfonat hidrofil dalam polimer lignin hidrofob [4].

Sulfonasi dipengaruhi oleh banyak hal. Salah satunya kandungan serat pada bahan mentah, metode pulping, dan basa dari lignosulfonat, distribusi berat molekul, banyaknya dan tipe dari gugus fungsi yang ada, dan perubahan struktur yang disebabkan karena modifikasi reaksi [9]. Sulfonasi merupakan reaksi endotermis, dimana suhu dan pH mempengaruhi reaksi pembentukan lignosulfonat. Semakin tinggi tingkat keasamannya maka laju hidrolisis akan semakin meningkat dan semakin tinggi temperatur laju reaksi akan semakin besar [1].

Identifikasi senyawa Natrium Lignosulfonat dalam larutan sampel dilakukan dengan menggunakan instrumentasi spektrofotometer UV-VIS. Spektrofotometer UV-Vis merupakan proses untuk mengukur panjang gelombang dan intensitas sinar ultraviolet dan cahaya tampak yang diabsorpsi oleh sampel. Spektroskopi UV-Vis umumnya digunakan untuk sampel larutan yang berbentuk molekul dan ion anorganik atau kompleks. Sinar ultraviolet berada pada panjang gelombang 200-400 nm, sedangkan sinar tampak berada pada panjang gelombang 400-800 nm [10].

Dalam penentuan kemurnian suatu larutan dihitung dengan cara menjumlahkan absorpsi maksimum maksimum campuran beberapa senyawa dari absorban masing – masing senyawa. Contohnya, jika senyawa A dan B bercampur maka spektrum yang dihasilkan merupakan gabungan dari masing-masing spektrum kedua senyawa tersebut. Sehingga, konsentrasi masing-masing senyawa dapat dihitung dengan rumus:

$$A_{AB,\lambda 1} = A_{A,\lambda 1} + A_{B,\lambda 1} \quad (1)$$

$$A_{AB,\lambda 2} = A_{A,\lambda 2} + A_{B,\lambda 2} \quad (2)$$

Dengan mengetahui koefisien ekstingsi molar masing – masing senyawa, dan hukum Lambert-Beer, maka dapat diketahui konsentrasi masing-masing senyawa. Hal yang sama juga bisa dilakukan untuk menganalisa campuran tiga buah senyawa. Untuk menentukan kondisi optimum dalam suatu perancangan eksperimen dapat dilakukan dengan optimisasi dengan menggunakan metode. Metode tersebut adalah Response Surface Methodology (RSM).

Response Surface Methodology (RSM) merupakan suatu metode gabungan antara teknik matematika dan statistika. RSM digunakan untuk membuat model dan menganalisa suatu respon y yang dipengaruhi oleh beberapa variabel bebas (faktor x) guna mengoptimalkan respon tersebut [11]. Hubungan antara respon y dan variabel bebas x adalah

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_k) + \epsilon \quad (3)$$

Keterangan:

Y = variabel respon

X₁, X₂, ..., X_k = variabel bebas/ faktor

ε = error

Langkah pertama dari RSM yang dilakukan adalah menemukan hubungan antara respon y dan faktor x melalui persamaan polinomial orde pertama. Langkah tersebut menggunakan model regresi linear, atau yang lebih dikenal dengan *first-order model* (model orde pertama):

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i \quad (4)$$

Rancangan eksperimen orde pertama yang sesuai untuk tahap penyaring faktor adalah rancangan faktorial 2_k (*two level factorial design*). Selanjutnya untuk model orde kedua, biasanya terdapat kelengkungan dan digunakan model polinomial orde kedua yang fungsinya kuadratik.

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \epsilon \quad (5)$$

Persamaan dan hasil optimasi didapatkan dengan menggunakan *software* Minitab 18. Dalam *software* ini hasil optimal akan

Optimasi Ph dan Suhu pada Produksi Surfaktan Natrium Lignosulfonat dari Tempurung Biji Nyamplung

ditunjukkan dengan menggunakan grafik serta angka hasil perhitungan,

METODE PENELITIAN

Bahan dan alat

Dalam penelitian ini digunakan bahan - bahan antara lain serbuk tempurung biji nyamplung, natrium bisulfit (NaHSO_3), akuades (H_2O), dan asam sulfat (H_2SO_4). Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat utama yaitu reaktor sulfonasi yang dirancang seperti terlihat pada gambar 2. Reaktor sulfonasi tersebut terdiri dari kondensor, pH *controller*, labu leher tiga, *magnetic stirrer*, *temperature controller*, serta *hot plate stirrer*.

Prosedur

Pertama, buah nyamplung dibersihkan untuk diambil tempurung bijinya. Kemudian dilakukan pengeringan terhadap tempurung biji nyamplung tersebut hingga kering atau sampai warna tempurung menjadi kecoklatan. Tempurung biji nyamplung kemudian dihaluskan dengan cara ditumbuk dan diblender. Setelah tempurung halus, dilakukan pengayakan menggunakan ayakan berukuran 100 mesh. Selanjutnya serbuk tempurung biji nyamplung tersebut dilarutkan dengan akuades, kemudian direaksikan dengan natrium bisulfit (NaHSO_3) dengan suhu dan pH sesuai variabel. Reaksi ini dilakukan dalam labu leher tiga dengan kecepatan pengadukan 250rpm selama 120menit dengan tekanan atmosfer.

Langkah ini diulangi untuk setiap variabel yang telah ditentukan. Hasil reaksi disaring sehingga didapatkan residu dan filtrat. Filtrat yang mengandung Natrium Lignosulfonat dianalisis dengan metode Spektrofotometri UV-Vis. Hasil analisa yang didapatkan kemudian dioptimalkan menggunakan metode *Response Surface Methodology* (RSM) pada software Minitab 18.

HASIL DAN PEMBAHASAN

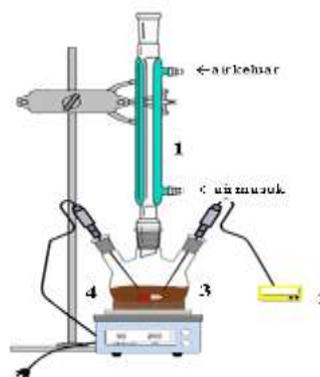
1. Hasil analisa kadar lignin dalam tempurung biji nyamplung

Tabel 1. Kadar Lignin sisa pada tempurung Biji Nyamplung

Bahan	pH	Analisa	Kadar (%)
Tempurung Biji Nyamplung	1	Lignin	21,845
	7		27,5119

(Sumber : Laboratorium Chem-Mix Pratama, Yogyakarta)

Dari hasil analisa tersebut dapat disimpulkan pengurangan lignin terbesar terjadi pada pH 1. Dengan semakin besarnya pengurangan kadar lignin pada sampel dapat menunjukkan seberapa banyak lignin yang dapat tersulfonasi. Hal ini menjadi kesimpulan awal apabila natrium lignosulfonat akan terbentuk lebih banyak pada kondisi derajat keasaman yang rendah atau asam.



Gambar 2 Rangkaian alat utama

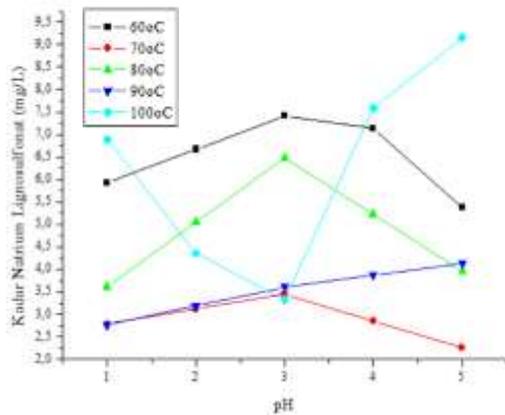
2. Kadar Natrium Lignosulfonat

Natrium Lignosulfonat yang dihasilkan melalui reaksi sulfonasi kemudian dianalisis untuk mengetahui kadar dengan menggunakan metode Spektrofotometri UV-Vis. Kadar Natrium Lignosulfonat tersebut dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Kadar Natrium Lignosulfonat (mg/L)

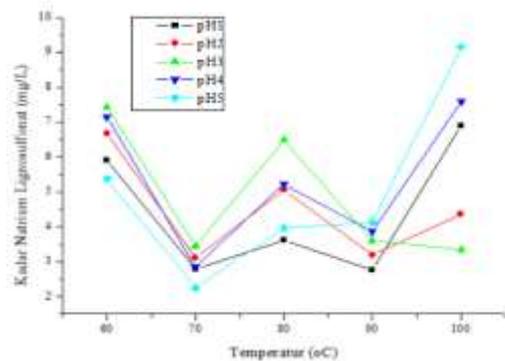
pH	Temperatur (°C)				
	60	70	80	90	100
1	5,92	2,79	3,62	2,77	6,89
2	6,67	3,12	5,05	3,19	4,36
3	7,42	3,45	6,48	3,61	3,33
4	7,14	2,85	5,23	3,87	7,59
5	5,38	2,25	3,97	4,13	9,16

Optimasi Ph dan Suhu pada Produksi Surfaktan Natrium Lignosulfonat dari Tempurung Biji Nyamplung



Gambar 3. Hubungan pH dengan kadar Natrium Lignosulfonat (mg/L) pada variasi suhu (°C)

Berdasarkan hasil penelitian, diketahui bahwa pengaturan pH atau derajat keasaman yang dilakukan berpengaruh terhadap kadar natrium lignosulfonat yang didapatkan. Pada gambar 3 dapat dilihat bahwa kadar natrium lignosulfonat yang dihasilkan dari penelitian kami ini cenderung fluktuatif. Hal ini disebabkan karena pengaturan pH atau derajat keasaman tersebut. Penambahan atau pengaturan tingkat keasaman ini bertujuan untuk mempercepat reaksi hidrolisis pada senyawa polisakarida. Reaksi hidrolisis tersebut bertujuan untuk melepas struktur lignin pada senyawa polisakarida tersebut [12].



Gambar 4. Hubungan antara suhu (°C) dengan kadar Lignosulfonat (mg/L) pada variasi pH

Berdasarkan hasil penelitian ini, diketahui bahwa pengaturan temperatur yang dilakukan berpengaruh terhadap kadar natrium lignosulfonat yang didapatkan. Pada gambar 4 dapat dilihat bahwa kadar dari natrium lignosulfonat yang dihasilkan dari penelitian ini cenderung fluktuatif. Hal ini

disebabkan karena pengaturan temperatur pada reaksi sulfonasi tersebut. Kenaikan suhu mempengaruhi energi kinetis yang dimiliki oleh molekul-molekul yang bereaksi dan menyebabkan tumbukan antar molekul-molekul tersebut semakin besar. Sehingga, pemasukan ion bisulfit (HSO_3^-) yang bersifat hidrofilik pada struktur lignin dapat terjadi dan mengubah lignin yang lebih cenderung bersifat hidrofobik (*nonpolar*) berubah menjadi natrium lignosulfonat yang bersifat hidrofobik (polar) [2].

3. Optimisasi hasil dengan menggunakan *Response Surface Method* (RSM) dengan menggunakan *software* Minitab 18

Hasil eksperimen yang telah didapatkan pada tabel 2, selanjutnya dilakukan optimisasi hasil menggunakan *software* Minitab 18. Pada *software* Minitab 18 menunjukkan hasil optimisasi untuk orde dua dengan fungsi persamaan respon terhadap variabel bebas seperti suhu operasi dan pH. Bentuk model persamaan yang dihasilkan adalah

$$Y = 50,5 - 1,137 X_1 - 1,19X_2 + 0,00671 X_1^2 - 0,056X_2^2 + 0,0215 X_1X_2 \quad (6)$$

Keterangan:

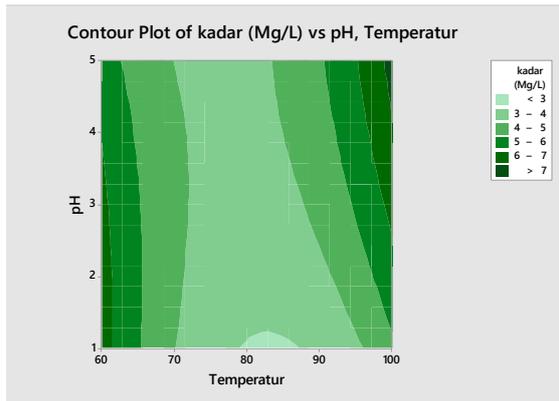
X_1 = suhu (°C)

X_2 = pH

4. Analisis Karakteristik Respon Permukaan

Metode ini adalah metode gabungan antara teknik statistika dan teknik matematika dalam menganalisis suatu respon yang dipengaruhi oleh variable bebas. Hasil analisis yang diperoleh dengan menggunakan *software* Minitab 18 maka dihasilkan dua grafik *contour* dan *surface*.

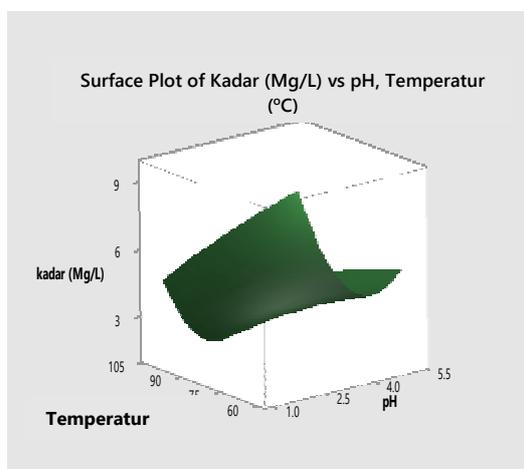
Optimasi Ph dan Suhu pada Produksi Surfaktan Natrium Lignosulfonat dari Tempurung Biji Nyamplung



Gambar 5. Karakteristik response surface antara temperatur dan pH terhadap kadar Lignosulfonat

Berdasarkan gambar 5 kadar terbaik memiliki kontur warna yang paling gelap. Dimana daerah kontur tergelap berada pada pH 5 dan temperatur 100°C. Kadar paling rendah ditunjukkan dengan kontur warna yang paling muda, yang ditunjukkan pada area temperatur 80°C dan pada pH 1.

Kondisi terbaik pada *surface plot* ditunjukkan pada titik puncak grafik tersebut. Pada grafik diatas menunjukkan titik pada pH 5 dan pada suhu 100°C berada pada posisi tertinggi atau berada pada posisi puncak. Sehingga pada titik tersebut hasil terbaik didapatkan, yaitu pada kadar 7,33mg/L. Sedangkan, pada permukaan terendah menunjukkan kadar terendah yang berada pada temperatur 80 – 90°C dengan pH di antara 0 – 1.



Gambar 6. Surface Plot antara kadar terhadap pH dan suhu

Pada *software* Minitab dapat dilakukan optimisasi hasil. Apabila diinginkan hasil kadar tertinggi maka parameter yang digunakan adalah hasil pada kadar terendah dan hasil pada kadar tertinggi. Setelah dilakukan optimisasi maka hasil yang terbaik berada pada temperatur 100°C dan pada pH 5 dengan kadar 7,33343mg/L. Hasil optimisasi didapatkan dari kadar terendah dan tertinggi dari percobaan. Semakin tinggi kadar percobaan yang didapatkan maka kadar hasil optimisasi akan meningkat pula.

Tabel 3. Hasil optimisasi kadar Natrium Lignosulfonat (mg/L)

Temperatur (°C)	pH	Kadar (mg/L)
100	5	7,33343

SIMPULAN

Berdasarkan penelitian dapat disimpulkan bahwa kadar Natrium Lignosulfonat tertinggi didapatkan pada suhu 100°C, pH 5 dengan kadar sebesar 9,16mg/L dan kadar Natrium Lignosulfonat terendah didapatkan pada temperatur 70°C, pH 5 dengan kadar sebesar 2,25mg/L. Hasil optimisasi dengan menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM) didapatkan hasil optimum pada kondisi temperature 100°C, pH 5 dengan kadar natrium lignosulfonat sebesar 7,33mg/L.

SARAN

Pengambilan biji nyamplung yang benar-benar tua sangat disarankan, karena memiliki kadar lignin yang cukup tinggi. Kemudian, konsentrasi Natrium Bisulfit (NaHSO₃) yang tinggi sebaiknya digunakan, sehingga kadar Natrium Lignosulfonat yang dihasilkan semakin tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] P. F. Rachim, E. L. Mirta, and M. Y. Thoha, "Pembuatan surfaktan natrium lignosulfonat dari tandan kosong kelapa sawit dengan sulfonasi

Optimasi Ph dan Suhu pada Produksi Surfaktan Natrium Lignosulfonat dari Tempurung Biji Nyamplung

- langsung," *Jurnal Teknik Kimia*, vol. 18, 2012.
- [2] K. Anwar, "Optimasi Suhu dan Konsentrasi Sodium Bisulfit (NaHSO₃) Pada Proses Pembuatan Sodium Lignosulfonat Berbasis Tandan Kosong Kelapa Sawit (TTKS)," Fakultas Teknologi Pertanian Institut Pertanian Bogor, Bogor, 2008.
- [3] R. Andalusi, "Penentuan Kondisi Optimum Reaksi Sulfonasi Hips Dengan Varias Temperatur dan Waktu Reaksi.," *Kimia*, Universitas Indonesia, Jakarta, 2008.
- [4] A. Amri, M. I. Fermi, and S. Ramadani, "Pembuatan Sodium Lignosulfonat Dengan Metode Sulfonasi Langsung Biomassa Pelepah Sawit," *Jurnal Sains dan Teknologi*, vol. 7, pp. 6-12, 2008.
- [5] W. Widyaningsih, I. B. I. Budiasih, W. K. W. Kurniawan, M. C. M. Chasani, and V. N. V. Nursalim, "SINTESIS, PEMURNIAN DAN KARAKTERISASI METIL ESTER SULFONAT (MES) SEBAGAI BAHAN INTI DETERJEN DARI MINYAK BIJI NYAMPLUNG (*Calophyllum inophyllum* L)," *Molekul*, vol. 9, pp. 63-72, 2014.
- [6] N. I. Prakoso, S. Purwono, and Rochmadi, "Synthesis of sodium lignosulphonate from oil palm empty fruit bunches's lignin," in *AIP Conference Proceedings*, 2017, p. 020037.
- [7] S. Wibowo, "Karakteristik arang aktif tempurung biji nyamplung (*Calophyllum inophyllum* Linn) dan aplikasinya sebagai adsorben minyak nyamplung," Institut Pertanian Bogor, Bogor, 2009.
- [8] R. Barr, "Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology vol. 15," ed: America: John Wiley & Sons, 1981.
- [9] R. A. Northey, "The use of lignosulfonates as water reducing agents in the manufacture of gypsum wallboard," in *Chemical Modification, Properties, and Usage of Lignin*, ed: Springer, 2002, pp. 139-150.
- [10] D. Dachriyanus, *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*: LPTIK Universitas Andalas, 2004.
- [11] D. C. Montgomery, *Design and analysis of experiments*. vol. 1997. New York: John Wiley & Sons Inc, 2001.
- [12] J. J. Meister, "Modification of lignin," *Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews*, vol. 42, pp. 235-289, 2002.