

PRA-PERLAKUAN AMONIA BERBANTUAN GELOMBANG MIKRO TERHADAP LIGNOSELULOSA KULIT NANAS: DELIGNIFIKASI DAN KARAKTERISASI STRUKTUR

Agferofita Agisriani^{1*}, Vita Putri Ningtyas², Meka Saima Perdani³, Dwini Normayulisa Putri⁴

^{1,2,3,4} Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Singaperbangsa Karawang, Karawang 41361, Indonesia

E-mail: aagisriani@gmail.com

Riwayat Article

Received: 17 July 2026; Received in Revision: 27 September 2026; Accepted: 29 September 2026

Abstract

Pineapple peel is a lignocellulosic residue whose lignin-containing matrix can limit access to structural carbohydrates. This study assessed changes in composition and structure after pretreatment with 0.03 M ammonia under 600 W microwave irradiation for 5 min. An adapted gravimetric procedure was used to estimate lignocellulosic fractions, and FTIR, SEM, and XRD were used to examine functional groups, surface morphology, and diffraction patterns. The measured acid-insoluble lignin fraction decreased from 21.94% to 10.72%, a 51.16% relative decrease in lignin content; this percentage does not represent an absolute lignin mass-removal yield. The relative hemicellulose fraction increased from 44.51% to 54.94%, while the estimated cellulose fraction changed from 33.55% to 34.35%. FTIR showed changes in bands associated with non-cellulosic components, SEM revealed a less compact surface, and XRD showed a change in the relative intensity of a feature near $2\theta = 22^\circ$. These results support structural modification under the tested conditions. The individual effects of ammonia and microwaves, enzymatic accessibility, and process efficiency remain to be determined.

Keywords: Delignification; Lignocellulose; Microwave Pretreatment; Pineapple Peel; Structural Characterization

Abstrak

Kulit nanas merupakan residu lignoselulosa yang matriks berligninnya dapat membatasi kontak reagen dengan karbohidrat struktural. Penelitian ini menilai perubahan komposisi dan struktur setelah praperlakuan menggunakan amonia 0,03 M dengan iradiasi gelombang mikro 600 W selama 5 menit. Fraksi lignoselulosa diperkirakan melalui prosedur gravimetri yang diadaptasi, sedangkan gugus fungsi, morfologi, dan pola difraksi dikaji dengan FTIR, SEM, dan XRD. Kadar lignin tidak larut asam terukur turun dari 21,94% menjadi 10,72%, atau turun 51,16% secara relatif terhadap kadar awal. Angka ini bukan persentase massa lignin yang tersisihkan karena pemulihan massa padatan tidak tersedia. Fraksi hemiselulosa relatif meningkat dari 44,51% menjadi 54,94%, sedangkan estimasi selulosa berubah dari 33,55% menjadi 34,35%. FTIR memperlihatkan perubahan pita komponen non-selulosa, SEM menunjukkan permukaan yang kurang kompak, dan XRD memperlihatkan perubahan intensitas relatif fitur di sekitar $2\theta = 22^\circ$. Hasil ini mendukung adanya modifikasi struktur pada kondisi yang diuji, tetapi belum membuktikan peningkatan aksesibilitas enzimatis ataupun kontribusi masing-masing perlakuan.

Kata Kunci: Delignifikasi; Karakterisasi Struktur; Kulit Nanas; Lignoselulosa; Praperlakuan Gelombang Mikro

1. Introduction

Pengolahan nanas menghasilkan kulit dan residu lain yang memerlukan penanganan. Kulit nanas mengandung selulosa dan hemiselulosa yang berpotensi dimanfaatkan sebagai sumber karbohidrat untuk biokonversi. Potensi tersebut belum dapat dimanfaatkan secara langsung secara optimal karena karbohidrat berada dalam matriks lignoselulosa. Oleh karena itu, pengembangan praperlakuan kulit nanas perlu diarahkan pada perubahan struktur penghalang tanpa mengasumsikan peningkatan hasil gula sebelum hidrolisis diuji (Aili Hamzah et al., 2021; Kamusoko dan Mukumba, 2025).

Dinding sel kulit nanas mengandung selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Lignin bersama hemiselulosa membentuk matriks di sekitar mikrofibril selulosa; susunan ini dapat mengurangi pembasahan, penetrasi reagen, dan kontak enzim dengan ikatan glikosidik. Dengan demikian, perubahan kadar dan susunan komponen nonselulosa merupakan sasaran praperlakuan yang relevan. Namun, perubahan komposisi saja tidak membuktikan kenaikan laju hidrolisis atau hasil gula (Jacqueline dan Velvizhi, 2024; Aili Hamzah et al., 2021).

Amonia encer dipilih karena sebagai basa dapat memengaruhi pengembangan serat dan kelarutan sebagian komponen lignoselulosa. Gelombang mikro berinteraksi dengan fase berair melalui polarisasi dipol dan konduksi ion sehingga dapat memanaskan suspensi selama pemaparan. Kedua proses tersebut berpotensi mengubah matriks kulit nanas, tetapi pemutusan ikatan tertentu, suhu lokal, konsumsi energi, dan keunggulan terhadap pemanasan konvensional tidak diukur dalam penelitian ini (Conesa et al., 2016; Tiwari et al., 2017).

Studi terdahulu telah meneliti praperlakuan kimia berbantuan gelombang mikro pada limbah buah dan karakterisasi bahan nanas dengan FTIR, SEM, atau XRD. Akan tetapi, hasil tiap sistem tidak dapat dipindahkan langsung ke kulit nanas karena reagen, konsentrasi, daya, waktu, dan komposisi bahan berbeda. Data yang menghubungkan perubahan kadar terukur dan respons struktur kulit nanas setelah perlakuan amonia encer 0,03 M pada 600 W selama 5 menit masih perlu dijelaskan secara khusus. Kesenjangan kondisi operasi dan bahan inilah yang menjadi dasar penelitian ini (Conesa et al., 2016; Tiwari et al., 2017; Jacqueline dan Velvizhi, 2024).

Kombinasi amonia dan gelombang mikro dipilih untuk menguji kondisi perlakuan singkat pada kulit nanas, dengan mempertimbangkan potensi pengembangan serat oleh larutan basa dan pemanasan suspensi oleh gelombang mikro. Manfaatnya bagi biokonversi masih berupa hipotesis: berkurangnya hambatan struktural berpotensi memudahkan kontak enzim dengan selulosa. Karena percobaan tidak menyertakan kontrol amonia tanpa gelombang mikro, gelombang mikro tanpa amonia, atau pemanasan konvensional, kontribusi terpisah maupun sinergi keduanya tidak dapat ditentukan (Conesa et al., 2016; Jacqueline dan Velvizhi, 2024).

Penelitian ini bertujuan membandingkan fraksi lignoselulosa terukur dan ciri FTIR, SEM, serta XRD kulit nanas sebelum dan setelah praperlakuan amonia 0,03 M berbantuan gelombang mikro pada daya 600 W selama 5 menit. Kekhususannya terletak pada objek kulit nanas dan kombinasi kondisi operasi tersebut. Penelitian ini menilai konsistensi perubahan komposisi dan struktur sebagai dasar merancang pengujian hidrolisis selanjutnya, tanpa menyimpulkan perolehan gula atau aksesibilitas selulosa yang belum diukur.

2. Methodology

2.1 Bahan, Alat, dan Instrumentasi

Bahan utama yang digunakan adalah kulit nanas kering. Bahan kimia meliputi larutan amonia (NH_3) untuk praperlakuan, natrium hidroksida (NaOH) 0,5 M untuk analisis hemiselulosa, asam sulfat (H_2SO_4) 7,3 M untuk analisis lignin tidak larut asam, barium klorida (BaCl_2) untuk mendeteksi sulfat, dan akuades. Peralatan utama terdiri atas Drying Oven DX302, ayakan 40 mesh, microwave Samsung yang dioperasikan pada daya 600 W, neraca analitik Vibra SJ, incubator shaker Taitec, autoklaf Tomy SX-700, sentrifus Sigma 2-16KL, pengaduk magnet Thermo Magnestir Sibrata MG-320, dan water bath VWR 1217-2. Instrumen FTIR, SEM, dan XRD digunakan untuk karakterisasi struktur.

2.2 Persiapan dan Praperlakuan Kulit Nanas

Kulit nanas dicuci, dipotong menjadi bagian kecil, dikeringkan pada suhu 60 °C selama 12 jam, digiling, dan diayak hingga ukuran 40 mesh. Serbuk dicampurkan dengan amonia 0,03 M pada konsentrasi biomassa 10% (b/v). Suspensi kemudian diiradiasi dalam microwave pada daya 600 W selama 5 menit. Setelah didinginkan hingga suhu ruang, fase padat dan cair dipisahkan menggunakan sentrifugasi pada 4.000 rpm selama 10 menit. Residu padat dicuci berulang kali dengan akuades hingga filtrat mencapai pH 6-7, dikeringkan pada suhu 45 °C selama 24 jam, diseimbangkan dalam desikator, lalu ditimbang hingga mencapai massa konstan (Jacqueline dan Velvizhi, 2024).

Alur praperlakuan: pencucian dan pengeringan (60 °C, 12 jam) → penggilingan dan pengayakan (40 mesh) → penambahan NH₃ 0,03 M (padatan 10% b/v) → iradiasi (600 W, 5 menit) → sentrifugasi dan pencucian hingga pH 6-7 → pengeringan (45 °C, 24 jam) → analisis komposisi, FTIR, SEM, dan XRD.

2.3 Karakterisasi Komposisi dan Struktur

Komposisi diperkirakan melalui prosedur gravimetri yang diadaptasi dari alur analisis pada skripsi sumber, bukan penetapan lengkap seluruh komponen dengan protokol NREL terverifikasi. Sebanyak 0,6 g biomassa direaksikan dengan 6 mL NaOH 0,5 M pada 80 °C selama 3,5 jam; residu dicuci hingga netral dan dikeringkan pada 105 °C sampai massa konstan. Kehilangan massa selama ekstraksi alkali dihitung sebagai fraksi hemiselulosa operasional H (%) = $(W_1 - W_2)/W_1 \times 100$. Nilai ini dapat mencakup komponen lain yang larut dalam alkali dan tidak khusus mengukur hemiselulosa. Untuk fraksi lignin tidak larut asam, 0,2 g biomassa direaksikan dengan H₂SO₄ 7,3 M, diinkubasi pada 30 °C selama 1 jam, diencerkan, lalu diautoklaf pada 121 °C selama 1 jam. Residu dicuci hingga sulfat tidak terdeteksi dengan BaCl₂ dan dikeringkan pada 105 °C. Fraksi residu tidak larut asam dihitung sebagai L (%) = $W_4/W_3 \times 100$. Tanpa koreksi abu residu, nilai ini merupakan estimasi operasional lignin tidak larut asam. Fraksi selulosa diperkirakan dengan selisih C (%) = 100 - H (%) - L (%), sehingga ketidakpastian dan bias kedua fraksi lain ikut memengaruhinya (Palamae et al., 2014).

Perubahan gugus fungsi diperiksa dengan FTIR, tekstur permukaan dengan SEM, dan pola difraksi dengan XRD. Pita FTIR ditinjau pada daerah O-H 3.700-3.200 cm⁻¹, C-H alifatik 3.000-2.900 cm⁻¹, karbonil sekitar 1.729 cm⁻¹, aromatik sekitar 1.609-1.611 cm⁻¹, dan sidik jari sekitar 1.026-1.027 cm⁻¹. Perubahan intensitas pita diperlakukan sebagai indikasi kualitatif karena kondisi penyiapan dan normalisasi spektrum dapat memengaruhinya. Mikrograf SEM dinilai dari kekompakan, tekstur, diskontinuitas, dan bagian berserat yang tampak, tanpa menyamakan rongga pada citra dengan porositas terukur. Pola XRD dibandingkan pada posisi, bentuk, dan intensitas relatif fitur dekat 2θ = 22°; indeks kristalinitas numerik tidak dihitung.

2.4 Pengolahan Data dan Indikator Kinerja

Tiga nilai pengukuran komposisi per kondisi dilaporkan sebagai rerata ± simpangan baku sesuai data sumber. Kehilangan massa selama ekstraksi NaOH dilaporkan sebagai H operasional; residu tidak larut asam sebagai L operasional; dan C dihitung dengan selisih. Perbandingan antarkondisi bersifat deskriptif. Sumber tidak mendokumentasikan secara memadai bahwa ketiga nilai merupakan tiga batch praperlakuan independen, sehingga simpangan baku tidak dipakai untuk menyatakan signifikansi atau membuktikan keterulangan proses.

$$H (\%) = [(W_1 - W_2)/W_1] \times 100 \quad (1)$$

$$L (\%) = (W_4/W_3) \times 100 \quad (2)$$

$$C (\%) = 100 - H (\%) - L (\%) \quad (3)$$

Keterangan: H adalah kadar hemiselulosa; L adalah kadar lignin tidak larut asam; C adalah kadar selulosa; W₁ adalah massa awal biomassa untuk analisis hemiselulosa; W₂ adalah massa residu setelah ekstraksi alkali; W₃ adalah massa awal biomassa untuk analisis lignin; dan W₄ adalah massa residu lignin kering.

Penurunan relatif kadar lignin tidak larut asam dihitung sebagai $[(L_0 - L_t)/L_0] \times 100$, dengan L₀ dan L_t masing-masing kadar sebelum dan setelah perlakuan. Perubahan hemiselulosa dan selulosa juga dinyatakan terhadap kadar awal. Semua angka merupakan perbandingan persentase komposisi pada padatan yang dianalisis, bukan neraca massa komponen yang hilang

atau dipertahankan. Karena tidak tersedia pemulihan padatan, komposisi fase cair, ataupun kejelasan batch independen, analisis inferensial dan klaim penyisihan lignin absolut tidak dilakukan.

3. Result and Discussion

3.1 Komposisi Lignoselulosa



Gambar 1. Kulit nanas sebelum dan setelah praperlakuan amonia berbantuan gelombang mikro.

Serbuk setelah perlakuan tampak lebih gelap daripada serbuk tanpa perlakuan. Warna dapat berubah akibat lebih dari satu proses, termasuk perubahan ekstraktif atau pengaruh pemanasan. Pengamatan visual ini mendeskripsikan perbedaan sampel, tetapi tidak mengukur kadar lignin ataupun menunjukkan mekanisme reaksi tertentu.

Tabel 1. Komposisi lignoselulosa kulit nanas sebelum dan sesudah praperlakuan

Sampel	Hemiselulosa (%)	Lignin (%)	Selulosa (%)
Sebelum praperlakuan	44,5071 ± 3,2331	21,9389 ± 5,4078	33,5540 ± 7,8896
Setelah praperlakuan	54,9376 ± 1,8513	10,7152 ± 1,5348	34,3473 ± 3,0463

Kadar lignin tidak larut asam terukur turun dari 21,9389% menjadi 10,7152%, yaitu penurunan relatif 51,16% dari kadar awal. Angka tersebut membandingkan persentase dalam dua padatan dan tidak menyatakan bahwa 51,16% massa lignin awal telah tersisihkan. Estimasi selulosa berubah dari 33,5540% menjadi 34,3473%, tetapi perubahan persentase tidak menetapkan retensi massa selulosa tanpa data pemulihan padatan. Amonia dalam suspensi berpotensi mengubah pembengkakan dan kelarutan sebagian komponen, sementara iradiasi gelombang mikro menyediakan pemanasan. Jalur kimia dan kontribusi masing-masing faktor belum diuji secara terpisah (Conesa et al., 2016; Jacqueline dan Velvizhi, 2024).

Fraksi hemiselulosa operasional meningkat dari 44,5071% menjadi 54,9376%. Kenaikan ini adalah perubahan persentase relatif di dalam padatan yang dianalisis, bukan pembentukan hemiselulosa baru ataupun bukti bahwa massa hemiselulosa dipertahankan. Karena H berasal dari kehilangan massa pada ekstraksi alkali, perubahan kelarutan komponen selain hemiselulosa juga dapat memengaruhi hasil. Interpretasi ini perlu diuji dengan neraca massa padatan dan analisis komponen secara lebih spesifik.

3.1.1 Kinerja Proses Kuantitatif

Simpangan baku tiga pengukuran lignin pada sampel yang dianalisis berubah dari 5,4078 menjadi 1,5348 poin persentase; simpangan baku estimasi selulosa dari 7,8896 menjadi 3,0463. Sebaran angka terukur lebih kecil pada sampel sesudah perlakuan, tetapi data ini belum cukup untuk menyimpulkan bahwa proses 600 W selama 5 menit lebih homogen atau lebih berulang. Kesimpulan tersebut memerlukan batch praperlakuan independen dan pengukuran kondisi pemanasan.

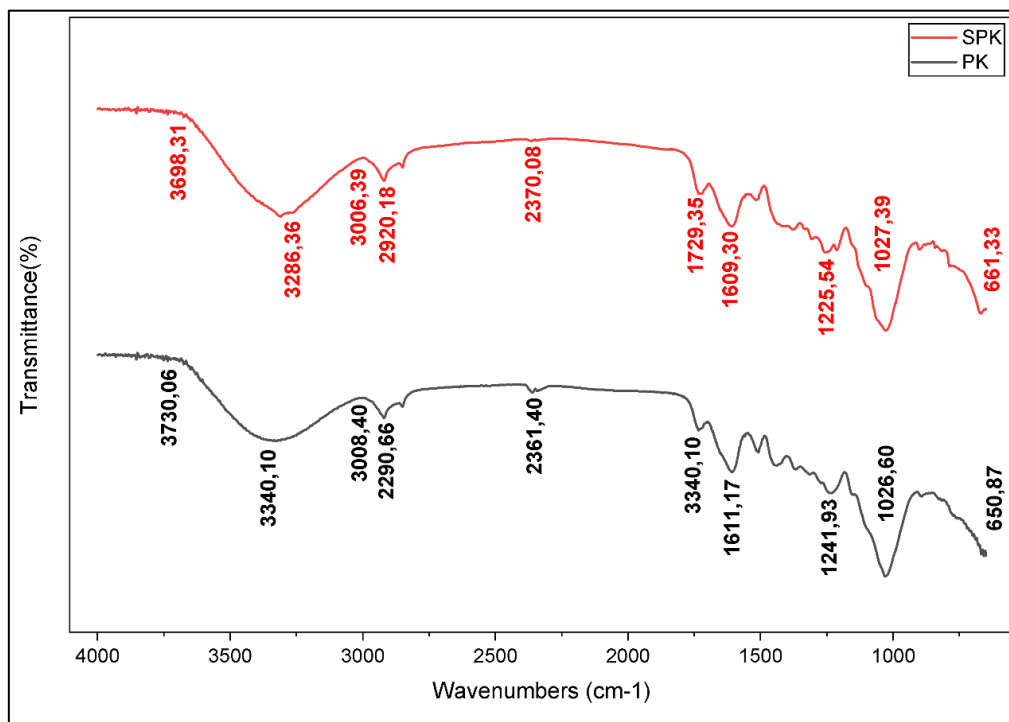
Tabel 2. Indikator kinerja yang dihitung dari data komposisi

Indikator	Nilai terhitung	Interpretasi
Penurunan relatif kadar lignin tidak larut asam	51,16%	Perubahan kadar relatif pada padatan; bukan neraca massa
Perubahan relatif hemiselulosa	+23,44%	Perubahan komposisi relatif; kehilangan massa belum diukur
Perubahan relatif selulosa	+2,36%	Kadar relatif selulosa hampir sama; retensi massa belum diketahui
Perubahan simpangan baku lignin	5,4078 menjadi 1,5348	Sebaran setelah perlakuan lebih rendah
Perubahan simpangan baku selulosa	7,8896 menjadi 3,0463	Sebaran pengukuran lebih kecil; keterulangan proses belum dinilai

Pada kondisi NH_3 0,03 M, 600 W, dan 5 menit, hasil utama adalah penurunan relatif kadar lignin tidak larut asam sebesar 51,16% pada padatan yang dianalisis. Angka ini tidak mengukur massa lignin yang masuk ke fase cair. Perubahan estimasi selulosa sebesar 2,36% dan hemiselulosa sebesar 23,44% juga merupakan perubahan kadar relatif, bukan retensi atau pembentukan komponen. Pemanasan suspensi dan sifat basa amonia dapat berperan, tetapi rancangan tanpa kontrol terpisah tidak memungkinkan atribusi mekanisme atau klaim sinergi (Conesa et al., 2016; Jacqueline dan Velvizhi, 2024).

Komposisi tidak dapat menentukan apakah selulosa menjadi lebih mudah dihidrolisis. FTIR menilai perubahan pita terkait komponen nonselulosa secara kualitatif; SEM memperlihatkan perubahan tekstur bidang yang diamati; XRD menilai perubahan ciri difraksi. Kesesuaian ketiganya dengan penurunan kadar lignin terukur mendukung adanya perubahan struktur, tetapi tidak menggantikan pengukuran massa lignin, luas permukaan, atau hasil hidrolisis enzimatik.

3.2 Analisis FTIR



Gambar 2. Spektrum FTIR kulit nanas sebelum (SPK) dan setelah (PK) praperlakuan.

Tabel 3. Penetapan pita serapan FTIR utama

Bilangan gelombang (cm^{-1})	Penetapan gugus	Perubahan yang diamati
3.700-3.200	Regangan O-H	Pergeseran dan dominasi relatif O-H selulosa yang lebih besar setelah perlakuan
3.000-2.900	Regangan C-H alifatik	Intensitas menurun setelah perlakuan
1.729	Gugus karbonil pada hemiselulosa	Pita tidak tampak setelah perlakuan
1.609-1.611	C=C aromatik pada lignin	Pita melemah setelah perlakuan
~ 1.240	C-O pada lignin/hemiselulosa	Intensitas menurun
1.026-1.027	Ikatan β -1,4-glikosidik pada selulosa	Pita dipertahankan pada kedua sampel

Pita O-H yang lebar pada $3.700\text{--}3.200\text{ cm}^{-1}$ tampak pada kedua sampel. Perbedaan bentuk atau intensitasnya setelah perlakuan dapat berkaitan dengan lingkungan ikatan hidrogen, kadar air, atau penyiapan sampel; karena itu, pita tersebut tidak digunakan sebagai ukuran kadar selulosa. Perubahan pada daerah C-H alifatik $3.000\text{--}2.900\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan perbedaan spektral yang perlu dibaca bersama pita lain dan data komposisi, tanpa penetapan sumber molekul tunggal (Jacqueline dan Velvizhi, 2024).

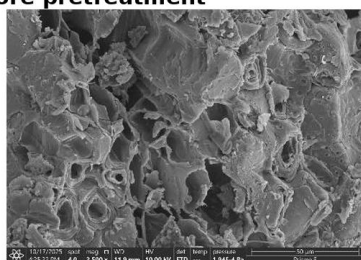
Pada spektrum sebelum perlakuan tampak pita sekitar 1.729 cm^{-1} dan 1.609 cm^{-1} yang dapat berkaitan dengan gugus karbonil dan struktur aromatik. Pita tersebut melemah atau tidak tampak pada spektrum setelah perlakuan, sedangkan pita di sekitar $1.026\text{--}1.027\text{ cm}^{-1}$ tetap teramati. Pola ini konsisten dengan perubahan kontribusi gugus fungsi pada sampel setelah NH_3 0,03 M, 600 W, dan 5 menit. FTIR tidak mengukur besarnya penyisihan lignin dan tidak dapat membuktikan selektivitas reaksi secara mandiri.

Pelemahan daerah aromatik sekitar $1.609\text{--}1.611\text{ cm}^{-1}$ dan perubahan sinyal sekitar 1.729 cm^{-1} dapat mendukung interpretasi perubahan komponen nonselulosa, sejalan dengan penurunan kadar lignin tidak larut asam terukur. Penetapan pita dalam biomassa campuran bersifat tentatif karena beberapa gugus menyerap pada daerah yang tumpang tindih. Keberadaan pita sidik jari selulosa hanya menunjukkan bahwa fitur spektral tersebut masih terdeteksi; data ini tidak cukup untuk menghitung retensi selulosa atau mengidentifikasi ikatan yang terputus.

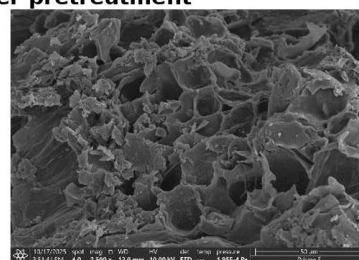
Pemanasan gelombang mikro dan pengembangan serat oleh alkali dapat berlangsung secara simultan. Rotasi dipol dan konduksi ion menghasilkan pemanasan internal yang cepat, sedangkan amonia melemahkan interaksi antarmolekul dan meningkatkan jarak antarserat. Kombinasi tersebut memfasilitasi difusi fragmen terlarut dari matriks padat selama pencucian. Pita yang tetap muncul di sekitar $1.026\text{--}1.027\text{ cm}^{-1}$ dan peningkatan kecil kadar selulosa terhitung menunjukkan bahwa efek perlakuan cukup selektif pada kondisi yang dipilih. Kondisi yang lebih berat dapat meningkatkan penurunan kadar lignin, tetapi juga berpotensi memicu reaksi pengelupasan karbohidrat atau pelarutan berlebihan, sehingga intensitas perlakuan perlu dikendalikan (Maharani dan Rosyidin, 2018; Conesa et al., 2016; Tiwari et al., 2017; Jacqueline dan Velvizhi, 2024).

3.3 Analisis SEM

(a) Before pretreatment



(b) After pretreatment



Gambar 3. Mikrograf SEM kulit nanas: (a) sebelum praperlakuan dan (b) setelah praperlakuan

Sebelum praperlakuan, permukaan kulit nanas tampak kompak, tidak beraturan, dan mengalami aglomerasi kuat. Pori belum berkembang dengan baik, serta beberapa bagian tampak tertutup oleh matriks pengikat yang kontinu. Morfologi ini umum dijumpai pada bahan lignoselulosa tanpa perlakuan, ketika lignin dan hemiselulosa berperan sebagai fase pelindung dan perekat di sekitar serat selulosa (Lestari et al., 2025).

Citra setelah perlakuan memperlihatkan bidang yang lebih kasar dan kurang kompak, disertai celah serta bagian serat yang lebih mudah terlihat. Tampilan tersebut mengindikasikan perubahan morfologi pada bidang yang diamati. SEM tidak secara langsung mengidentifikasi lignin atau hemiselulosa dan belum mengukur porositas. Oleh karena itu, perubahan citra digunakan sebagai bukti pendukung bersama data komposisi dan FTIR, dengan tetap mempertimbangkan pemilihan bidang citra dan heterogenitas partikel (Jacqueline dan Velvizhi, 2024).

3.3.1 Interpretasi Distribusi Partikel

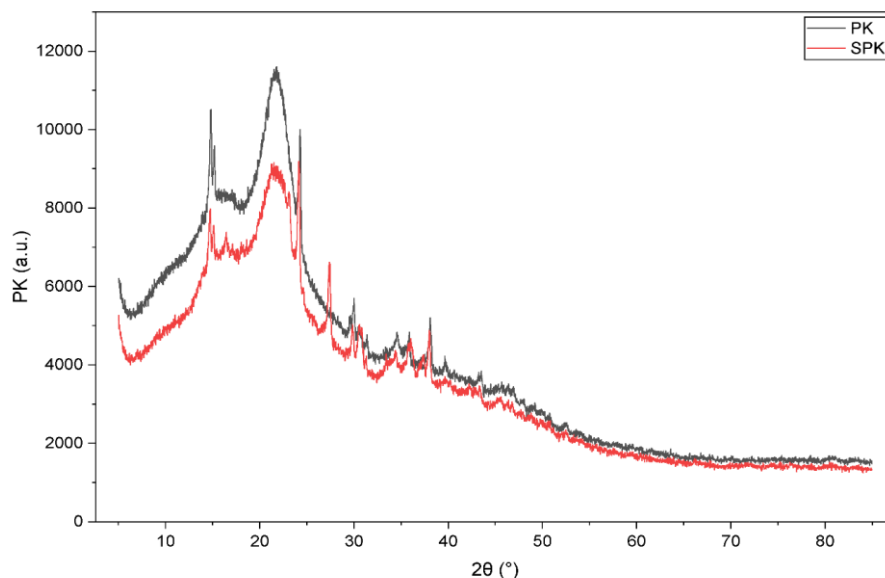
Pada analisis citra, sampel sebelum perlakuan menunjukkan kecocokan kurva log-normal $R^2 = 0,99603$ dan diameter karakteristik sekitar $107,76 \mu\text{m}$; sesudah perlakuan kecocokan turun menjadi $R^2 = 0,33164$ (R^2 terkoreksi = $-0,00254$). Perbedaan ini menggambarkan bahwa model tersebut kurang sesuai untuk distribusi hasil pengukuran sesudah perlakuan. Data tidak dengan sendirinya menentukan apakah perubahan berasal dari fragmentasi, aglomerasi ulang, atau perbedaan pemilihan bidang SEM.

Tabel 4. Indikator SEM dan distribusi citra sebelum serta setelah praperlakuan

Parameter terkait SEM	Sebelum praperlakuan	Setelah praperlakuan
Tekstur permukaan	Kompak, tidak beraturan, aglomerasi kuat	Kurang kompak, lebih kasar, celah tampak pada bidang citra
Celah yang tampak pada citra	Terbatas; matriks menutupi beberapa bagian	Rongga dan diskontinuitas lebih terlihat
R^2 log-normal	0,99603	0,33164
R^2 terkoreksi	Tidak dilaporkan	-0,00254
Diameter karakteristik	$\sim 107,76 \mu\text{m}$	Tidak terdapat satu diameter log-normal yang stabil

Penurunan kesesuaian model setelah perlakuan tidak boleh ditafsirkan sebagai kualitas analitik yang buruk. Perubahan tersebut menunjukkan transisi dari sistem aglomerasi yang relatif seragam menuju bahan heterogen yang mengandung serat terbuka, fragmen, rongga, dan kluster lokal. Heterogenitas ini masuk akal secara struktural setelah paparan gelombang mikro yang cepat karena perbedaan lokal kadar air dan penetrasi alkali dapat menghasilkan tingkat gangguan yang berbeda. Respons SEM melengkapi penurunan kadar lignin setelah perlakuan: penyisihan kimia fraksi pengikat disertai hilangnya kontinuitas permukaan secara visual dan meningkatnya potensi luas kontak (Jacqueline dan Velvizhi, 2024; Septiano et al., 2021).

3.4 Analisis XRD



Gambar 4. Pola XRD kulit nanas sebelum (SPK) dan setelah (PK) praperlakuan

Kedua sampel menunjukkan profil difraksi lignoselulosa yang lebar dengan puncak utama selulosa-I di sekitar $2\theta = 22^\circ$. Pada bahan tanpa praperlakuan, puncak tampak lebih lebar dan kurang intens, yang menunjukkan kontribusi lebih besar dari lignin dan hemiselulosa amorf. Setelah praperlakuan, puncak utama menjadi lebih tajam dan lebih intens. Perubahan ini mengindikasikan peningkatan kristalinitas relatif yang terutama disebabkan oleh berkurangnya komponen amorf yang sebelumnya menutupi domain selulosa teratur (Jacqueline dan Velvizhi, 2024; Stanciu et al., 2025).

Fitur difraksi di sekitar $2\theta = 22^\circ$ tampak berbeda setelah perlakuan. Perbedaan intensitas relatif dapat mencerminkan perubahan perbandingan komponen kristalin dan amorf, tetapi juga dipengaruhi penyiapan, orientasi, serta pemrosesan data. Tanpa indeks kristalinitas yang dihitung dan tanpa uji hidrolisis, XRD hanya mendukung adanya perubahan karakteristik kristalin relatif, bukan peningkatan aksesibilitas selulosa atau pembentukan kristal baru.

Indeks kristalinitas numerik tidak dihitung karena data yang tersedia hanya digunakan untuk membandingkan pola. Intensitas relatif dapat dipengaruhi pengemasan, orientasi, kadar air, latar belakang, dan perubahan komposisi komponen amorf. Dengan demikian, hasil XRD ditafsirkan secara kualitatif sebagai perubahan ciri difraksi pada sampel setelah perlakuan dan dibaca bersama data komposisi, FTIR, serta SEM (Stanciu et al., 2025).

3.5 Interpretasi Struktur Terintegrasi

Pada kondisi NH_3 0,03 M, 600 W, dan 5 menit, perbedaan komposisi terukur disertai perubahan pita FTIR, tekstur SEM, dan pola XRD. Sebagai penjelasan yang mungkin, amonia dapat memengaruhi pengembangan serat dan pelarutan sebagian komponen, sementara gelombang mikro memanaskan suspensi. Akan tetapi, suhu lokal, pemutusan ikatan tertentu, perpindahan komponen ke fase cair, dan kontribusi masing-masing faktor tidak diukur. Oleh karena itu, rangkaian proses molekuler tidak dapat ditetapkan dari data ini.

FTIR menunjukkan perubahan gugus fungsi secara kualitatif, SEM memperlihatkan bidang permukaan yang kurang kompak, dan XRD menunjukkan perubahan ciri difraksi relatif. Ketiga hasil tersebut searah dengan turunnya kadar lignin tidak larut asam terukur. Interpretasi gabungan mendukung modifikasi struktur kulit nanas, tetapi tidak menentukan massa komponen yang tersisih atau membuktikan peningkatan kontak enzim dengan selulosa. Potensi peningkatan aksesibilitas perlu diuji melalui hidrolisis enzimatis terkontrol.

3.6 Implikasi Proses dan Keterbatasan Penelitian

Kondisi yang diuji memakai amonia berkonsentrasi rendah dan paparan selama 5 menit, tetapi durasi singkat belum dapat disamakan dengan konsumsi energi rendah atau kelayakan proses. Penelitian ini tidak mengukur energi, suhu internal, pemulihan padatan, komposisi fase cair hasil pencucian, pemulihan amonia, maupun hasil hidrolisis enzimatis. Tidak ada kelompok amonia tanpa gelombang mikro, gelombang mikro tanpa amonia, atau pemanasan konvensional; karena itu efek masing-masing dan kemungkinan sinergi tidak dapat dipisahkan. Kelayakan teknis-ekonomi juga belum dapat dinilai.

Penelitian berikutnya perlu memakai batch independen dan kontrol amonia saja, gelombang mikro saja, serta pemanasan konvensional dengan suhu yang dicatat untuk menguji kontribusi dan kemungkinan interaksi dua faktor. Ukur pemulihan padatan dan komposisi fase cair hasil pencucian untuk menyusun neraca massa lignin dan karbohidrat. Hasil hidrolisis enzimatis kemudian dapat dibandingkan dengan perubahan morfologi dan pola XRD, tanpa menganggap satu ciri kristalin sebagai penentu tunggal pencernaan. Konsumsi energi, air pencuci, dan pemulihan reagen perlu masuk dalam penilaian teknis-ekonomi sebelum usulan peningkatan skala.

3.7 Perbandingan dengan Studi Praperlakuan Gelombang Mikro

Hasil penelitian ini dapat dibandingkan dengan studi praperlakuan berbantuan gelombang mikro sebelumnya tanpa mengasumsikan bahwa seluruh sistem setara secara langsung. Conesa et al. (2016) menunjukkan bahwa perlakuan alkali berbantuan gelombang mikro dapat meningkatkan potensi sakarifikasi limbah nanas, sedangkan Tiwari et al. (2017) melaporkan peningkatan kinerja hidrolisis enzimatis pada beberapa limbah kulit buah setelah perlakuan gelombang mikro-alkali. Jacqueline dan Velvizhi (2024) kemudian menunjukkan bahwa praperlakuan fisikokimia cepat pada kulit pisang, nanas, dan pepaya menghasilkan delignifikasi yang disertai perubahan morfologi permukaan dan organisasi kristalin. Pola yang konsisten dari penelitian tersebut adalah bahwa pemanasan gelombang mikro paling bermanfaat ketika mengintensifkan reaksi kimia yang menyisihkan atau mendistribusikan ulang matriks nonselulosa.

Tabel 5. Perbandingan kualitatif dengan studi praperlakuan berbantuan gelombang mikro

Studi	Bahan baku dan jalur proses	Relevansi utama yang dilaporkan
Conesa et al. (2016)	Limbah nanas; alkali berbantuan gelombang mikro	Peningkatan aksesibilitas dan sakarifikasi
Tiwari et al. (2017)	Limbah kulit buah; alkali berbantuan gelombang mikro	Peningkatan respons hidrolisis enzimatis
Jacqueline dan Velvizhi (2024)	Kulit pisang, nanas, dan pepaya; perlakuan fisikokimia	Delignifikasi cepat dan modifikasi struktur
Kamal et al. (2023)	Kulit kakao; sistem asam berbantuan gelombang mikro	Optimasi variabel proses untuk delignifikasi
Penelitian ini	Kulit nanas; NH_3 0,03 M, 600 W, 5 menit	Penurunan relatif kadar lignin tidak larut asam 51,16% dengan retensi selulosa

Penelitian ini menguji kulit nanas dengan NH_3 0,03 M dan iradiasi 600 W selama 5 menit, kombinasi kondisi yang menjadi kekhususan percobaan. Hasilnya menunjukkan penurunan relatif kadar lignin tidak larut asam pada padatan yang dianalisis dan perubahan kualitatif pada FTIR, SEM, serta XRD. Estimasi selulosa yang relatif serupa sebelum dan setelah perlakuan tidak membuktikan retensi massa selulosa. Karena kelompok pembanding proses tidak tersedia, hasil ini tidak dapat diperingkat sebagai lebih selektif atau lebih hemat daripada proses lain.

Peringkat langsung antarpeneitian tidak tepat karena kematangan bahan baku, ukuran partikel, jenis reagen, beban padatan, perangkat gelombang mikro, dan metode analisis berbeda. Persentase lignin yang dilaporkan juga dapat mencerminkan definisi yang berbeda antara fraksi larut asam dan tidak larut asam. Perbandingan yang paling dapat dipertanggungjawabkan adalah perbandingan mekanistik. Secara umum, praperlakuan berbantuan gelombang mikro yang

berhasil menurunkan penghalang lignin dan hemiselulosa, membuka permukaan, serta meningkatkan keterlihatan atau ketersediaan relatif selulosa. Penelitian ini mengikuti pola tersebut dan menambahkan bukti bahwa amonia dapat berfungsi sebagai medium alkali pada konsentrasi rendah, meskipun penelitian lanjutan masih diperlukan untuk menentukan peningkatan hasil gula enzimatis dan efisiensi pemulihan amonia (Conesa et al., 2016; Tiwari et al., 2017; Jacqueline dan Velvizhi, 2024; Kamal et al., 2023).

Pengembangan proses memerlukan pengukuran pemulihan padatan, neraca massa lignin dan karbohidrat, energi, air pencuci, serta pemulihan amonia. Perbandingan kondisi perlakuan sebaiknya didasarkan pada hasil gula setelah hidrolisis dan penilaian teknis-ekonomi, bukan hanya persentase kadar lignin pada residu. Percobaan faktorial dengan kontrol masing-masing faktor diperlukan sebelum menyimpulkan kontribusi gelombang mikro dan amonia atau menyebut kondisi lima menit sebagai kondisi optimum.

4. Conclusion

Praperlakuan kulit nanas dengan NH_3 0,03 M dan gelombang mikro 600 W selama 5 menit berkaitan dengan penurunan kadar lignin tidak larut asam terukur dari 21,94% menjadi 10,72%, atau 51,16% relatif terhadap kadar awal. Estimasi selulosa berubah dari 33,55% menjadi 34,35% dan fraksi hemiselulosa operasional naik dari 44,51% menjadi 54,94%; angka ini adalah komposisi relatif, bukan neraca massa komponen. FTIR menunjukkan perubahan pita terkait komponen nonselulosa, SEM memperlihatkan bidang permukaan kurang kompak, dan XRD menunjukkan perubahan ciri difraksi dekat $2\theta = 22^\circ$. Temuan tersebut mendukung modifikasi struktur pada kondisi yang diuji, tetapi belum membuktikan besarnya lignin yang tersisih, kenaikan aksesibilitas selulosa, penghematan energi, atau sinergi amonia dan gelombang mikro. Neraca massa, kelompok kontrol, dan uji hidrolisis diperlukan sebelum menilai manfaat proses bagi biokonversi.

Ucapan Terima Kasih

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Pusat Riset Mikrobiologi Terapan, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Cibinong, atas fasilitas laboratorium dan dukungan teknis. Penulis juga berterima kasih kepada Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Singaperbangsa Karawang, atas dukungan akademik dan institusional selama pelaksanaan penelitian dan penyusunan manuskrip.

References

- Aili Hamzah, A.F., Hamzah, M.H., Che Man, H., Jamali, N.S., Siajam, S.I. dan Ismail, M.H. (2021) Recent updates on the conversion of pineapple waste (*Ananas comosus*) to value-added products, future perspectives and challenges, *Agronomy*, 11(11), 2221. <https://doi.org/10.3390/agronomy11112221>
- Bonsu, B. dan Duah, I. (2025) Pineapple by-products: A critical review of their bioactive compounds as eco-friendly pesticides in pest management, *Food Chemistry: X*, 28, 102567. <https://doi.org/10.1016/j.fochx.2025.102567>
- Conesa, C., Seguí, L., Laguarda-Miró, N. dan Fito, P. (2016) Microwave-assisted alkali pretreatment for enhancing pineapple waste saccharification, *BioResources*, 11(3), 6518-6531. <https://doi.org/10.15376/biores.11.3.6518-6531>
- Jacqueline, P.J. dan Velvizhi, G. (2024) Substantial physicochemical pretreatment and rapid delignification of lignocellulosic banana, pineapple and papaya fruit peels: A study on physical-chemical characterization, *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 37, 101347. <https://doi.org/10.1016/j.scp.2023.101347>
- Kamal, A.F., Mardawati, E., Purwanto, E.H. dan Rosalinda, S. (2023) Optimization of microwave-assisted oxalic-acid pretreatment for cocoa-peel delignification using response surface methodology, *Agrointek*, 17(4), 724-736. <https://doi.org/10.21107/agrointek.v17i4.15471>
- Kamusoko, R. dan Mukumba, P. (2025) Pineapple waste biorefinery: An integrated system for production of biogas and marketable products in South Africa, *Biomass*, 5(2), 17. <https://doi.org/10.3390/biomass5020017>

- Lestari, I., Permana, E. dan Billah Hidayat, D.S. (2025) Pembuatan dan karakterisasi selulosa dari limbah kulit buah nanas (*Ananas comosus* L.) sebagai adsorben zat warna Remazol Yellow, *Jambura Journal of Chemistry*, 7(1), 45-57. <https://doi.org/10.37905/jambchem.v7i1.15561>
- Maharani, D.M. dan Rosyidin, K. (2018) Efek pretreatment microwave-NaOH pada tepung gedebog pisang kepok terhadap yield selulosa, *agriTECH*, 38(2), 133-139. <https://doi.org/10.22146/agritech.16657>
- Méndez-Durazno, C., Robles Carrillo, N.M., Ramírez, V., Rodriguez-Narváez, O.M., Cisneros-Pérez, P.A., Chulde, D., Debut, A. dan Espinoza-Montero, P.J. (2025) Effect of pretreatment on the structure and enzymatic hydrolysis of pineapple waste biomass in hydrothermal deconstruction, *Recycling*, 10(6), 198. <https://doi.org/10.3390/recycling10060198>
- Palamae, S., Palachum, W., Chisti, Y. dan Choorit, W. (2014) Retention of hemicellulose during delignification of oil palm empty fruit bunch fiber with peracetic acid and alkaline peroxide, *Biomass and Bioenergy*, 66, 240-248. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2014.03.045>
- Pratama, A.W., Mulyono, T., Piluharto, B., Widiastuti, N., Mahardika, M., Ali, B.T.I., Asranudin, Allouss, D. dan El Alaoui-Elbalrhiti, I. (2023) Potential of cellulose from wood waste for immobilization of *Saccharomyces cerevisiae* in bioethanol production, *Journal of the Indian Chemical Society*, 100(11), 101106. <https://doi.org/10.1016/j.jics.2023.101106>
- Sari, V.I. dan Anggraini, A. (2023) Pemanfaatan limbah kulit nanas (*Ananas comosus* L. Merr.) sebagai bahan pembuatan sirup bernilai ekonomi, *COMSEP: Jurnal Pengabdian Kepada Masyarakat*, 4(3), 253-260. <https://doi.org/10.54951/comsep.v4i3.523>
- Septiano, A.F., Susilo, S. dan Setyaningsih, N.E. (2021) Analisis citra hasil scanning electron microscopy energy dispersive X-ray (SEM EDX) komposit resin timbal dengan metode contrast to noise ratio (CNR), *Indonesian Journal of Mathematics and Natural Sciences*, 44(2), 81-85. <https://doi.org/10.15294/ijmns.v44i2.33143>
- Stanciu, M.C., Tanasă, F. dan Teacă, C.A. (2025) Crystallinity changes in modified cellulose substrates evidenced by spectral and X-ray diffraction data, *Polysaccharides*, 6(2), 30. <https://doi.org/10.3390/polysaccharides6020030>
- Sumiati, T., Suryadi, H., Harmita dan Sutriyo (2023) Morphological, characterization and FTIR analysis of delignified pineapple leaves as raw material for cellulose production, *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 1160(1), 012072. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/1160/1/012072>
- Tiwari, G., Sharma, A., Dalela, M., Gupta, R., Sharma, S. dan Kuhad, R.C. (2017) Microwave assisted alkali pretreatment of fruit peel wastes for enzymatic hydrolysis, *The Indian Journal of Agricultural Sciences*, 87(4), 496-499. <https://doi.org/10.56093/ijas.v87i4.69413>