Isolasi Selulosa dari Tongkol Jagung dengan Menggunakan Metode Konvensional dan *Deep Eutectic Solvent* (DES)

Fitri Gadi Mantika[1], Yusi Prasetyaningsih[2], Yuni Kusumastuti[3], dan Muslikhin Hidayat[4]
Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada[1234]
e-mail: fitri.gadi.mantika@mail.ugm.ac.id[1]

ABSTRACT

Corn is generally only utilized for its flesh, while its cob and husk remain underutilized, potentially becoming waste. Corn cob contains a high content of cellulose. Cellulose can be applied in various products, such as composites, coatings, cosmetics, paper, and so forth. The conventional method commonly used in cellulose isolation involves acid hydrolysis, but it is considered environmentally unfriendly. DES (Deep Eutectic Solvent) is a non-conventional green solvent that is more environmentally friendly. This study analyzes the comparison of cellulose isolation from corn cob using conventional methods and DES processes. The conventional method stages consist of alkali treatment (NaOH), bleaching treatment ($NaClO_2$ and CH_3COOH), and acid hydrolysis (H_2SO_4). Meanwhile, the DES process uses a solvent mixture of choline chloride with hydrated oxalic acid (ChCl-AOD). From the research results, the cellulose yield percentages for the conventional method and DES were 40.07% and 76.81%, respectively. FTIR test results indicate that both conventional and DES methods verify the successful isolation of cellulose compared to the initial conditions of corn cob powder. This research demonstrates that cellulose isolation with DES solvents has the potential as an alternative in a more environmentally friendly cellulose isolation process.

Keywords: *acid hydrolysis, cellulose, deep eutectic solvent.*

ABSTRAK

Jagung umumnya hanya dimanfaatkan pada bagian dagingnya saja, sedangkan bagian tongkol dan kulitnya belum termanfaatkan dengan baik sehingga berpotensi menjadi limbah. Tongkol jagung memiliki kandungan selulosa yang cukup tinggi. Selulosa dapat diaplikasikan dalam berbagai produk, seperti komposit, pelapis, kosmetik, kertas, dan lain sebagainya. Metode konvensional yang biasa digunakan dalam isolasi selulosa yaitu menggunakan hidrolisis asam, namun tergolong tidak ramah lingkungan. DES (*Deep Eutectic Solvent*) merupakan *green solvent* non-konvensional yang lebih ramah lingkungan. Pada penelitian ini dilakukan analisa perbandingan isolasi selulosa dari tongkol jagung dengan metode konvensional dan proses DES. Tahapan metode konvensional terdiri dari *alkali treatment* (NaOH), *bleaching treatment* ($NaClO_2$ dan CH_3COOH), dan hidrolisis asam (H_2SO_4). Sedangkan proses DES menggunakan pelarut campuran kolin klorida dengan asam oksalat dihidrat (ChCl-AOD). Dari hasil penelitian, didapatkan %yield selulosa metode konvensional dan DES sebesar 40,07% dan 76,81%. Hasil uji FTIR menunjukkan bahwa metode konvensional dan DES tersebut memverifikasi keberhasilan isolasi selulosa dibandingkan kondisi awal serbuk tongkol jagung. Pada penelitian ini menunjukkan bahwa isolasi selulosa dengan pelarut DES memiliki potensi sebagai alternatif dalam proses isolasi selulosa yang lebih ramah lingkungan.

Kata kunci: *deep eutectic solvent*, hidrolisis asam, selulosa.

PENDAHULUAN

Selulosa merupakan salah satu polimer alami yang memiliki ketersediaan melimpah di permukaan bumi. Sumber utamanya berasal dari kayu seperti belian, bengkirai, jati, dan meranti, serta dari bahan non-kayu seperti jerami (jagung, gandum, dan padi), sisal, rami, abaka, daun nanas, kenaf, sabut kelapa, serat rumput, dan sebagainya [1]. Pada tahun 2022, produksi jagung di Indonesia mencapai 16.527.273 ton, mengalami peningkatan sebesar 18,83% dari tahun sebelumnya yang hanya mencapai 13.414.922 ton. Produksi jagung ini tersebar di hampir seluruh wilayah Indonesia, khususnya di Pulau Jawa [2]. Kandungan kimia pada tongkol jagung meliputi selulosa (30-45%), hemiselulosa (30-40%), dan lignin sebagai sisanya (5-25%). Komponen-komponen kimia ini memiliki potensi manfaat yang besar jika dimanfaatkan dengan tepat, terutama selulosa [3].

isolasi selulosa dari material lignoselulosa dapat dilakukan dengan berbagai cara konvensional, termasuk metode perlakuan mekanik, perlakuan biologis dan enzimatik, perlakuan kimia, serta campuran dari beberapa metode tersebut [4]. Metode konvensional yang biasa digunakan ialah metode hidrolisis asam. Hidrolisis asam adalah metode kimia termudah dan tertua untuk produksi selulosa. Metode ini memiliki beberapa keterbatasan seperti penggunaan air yang tinggi dan ketersediaan air limbah asam, waktu

ISSN 2775-5630

pemrosesan yang lama, biaya operasional dan pemeliharaan yang tinggi, risiko korosi peralatan, pembentukan inhibitor, dan tidak ramah lingkungan [5].

Deep Eutectic Solvent (DES) ialah kelas baru dalam pelarut organik hijau. DES terbarukan, yang dibentuk dengan bahan kimia yang berasal dari sumber daya terbarukan, baru-baru ini menjadi sorotan karena sifatnya yang berkelanjutan dan ramah lingkungan. Seiring dengan penelitian ekstensif tentang biomassa lignoselulosa, aplikasi DES dalam konversi biomassa telah menarik minat yang semakin besar di dunia penelitian [6].

TINJAUAN PUSTAKA

Lignoselulosa

Biomassa lignoselulosa (LB) merupakan sumber daya tanaman yang berlimpah dan terbarukan, komponennya terdiri dari polisakarida (selulosa dan hemiselulosa) dan polimer aromatik (lignin) [7].

Hidrolisis Asam (Metode Konvensional)

Hidrolisis merupakan reaksi antara reaktan dengan air sehingga terjadi penguraian senyawa. Asam yang biasanya digunakan dalam proses hidrolisis yaitu asam asetat, asam fosfat, asam klorida dan asam sulfat. Proses hidrolisis akan semakin cepat jika konsentrasi asam yang digunakan semakin tinggi. Konsentrasi asam yang digunakan semakin besar juga dapat mengakibatkan terikatnya ion seperti SiO_2, fosfat dan garam-garam seperti Ca, Mg, Na dan K yang terdapat dalam pati. Proses hidrolisis menggunakan asam sulfat dapat menghasilkan produk yang lebih besar karena asam ini memiliki jumlah ion hidronium yang lebih banyak daripada asam kuat lainnya seperti asam klorida [8].

DES (*Deep Eutectic Solvent*)

DES biasanya terdiri dari pasangan donor ikatan hidrogen (HBD) dan akseptor (HBA). Pembentukan ikatan hidrogen yang kuat dan kompleks antara komponen-komponen tersebut diasumsikan dapat mencegah kristalisasi, sehingga menyebabkan penurunan titik leleh dan menghasilkan campuran eutektik. Jumlah yang signifikan dan tepat dari DES dapat diperoleh secara langsung dari komponen-komponen alami yang rendah toksik, seperti kolin klorida, urea, dan gliserol. Namun, toksisitas DES dapat lebih tinggi dibandingkan dengan komponen-komponennya secara individu, tetapi toksisitas ini sangat bergantung pada bahan yang diteliti. Terdapat bukti bahwa pembentukan DES dapat mengurangi efek toksik dari komponen-komponen individu (misalnya, asam organik) [9]. Salah satu kombinasi campuran pelarut DES yaitu kolin klorida dan asam oksalat dihidrat (ChCl-AOD).

Di luar negeri, kolin klorida digunakan sebagai bahan pakan tambahan oleh peternak untuk meningkatkan produksi dan kualitas susu sapi perah [10]. Sedangkan asam oksalat merupakan senyawa kimia penting yang berguna untuk mendukung berkembangnya berbagai macam industri seperti industri tekstil, industri pengolahan logam, dan industri penyamakan kulit. Asam oksalat yang masih berbentuk larutan kemudian dikristalkan, disaring, dan dikeringkan sehingga terbentuk kristal asam oksalat dihidrat [11].

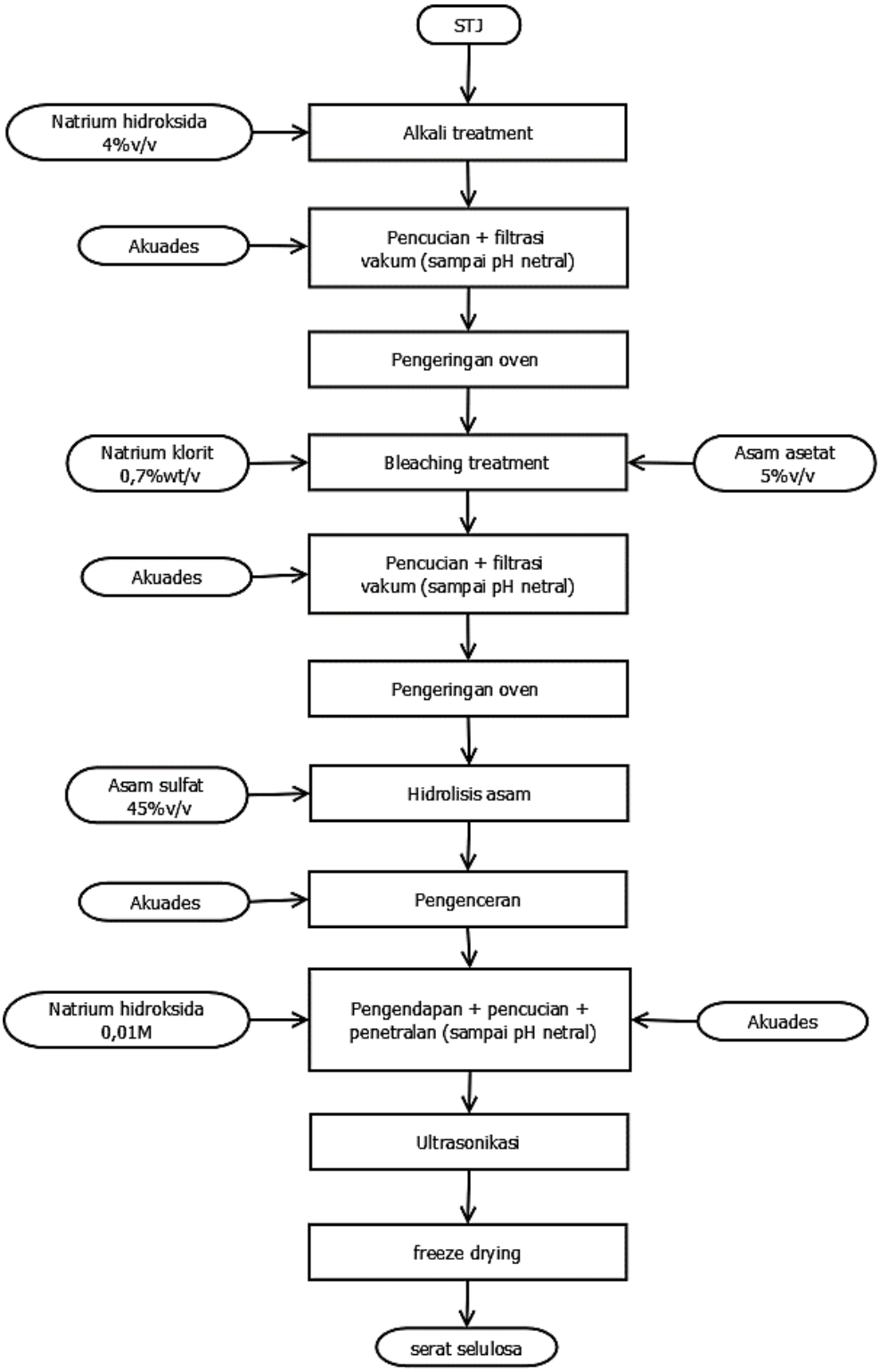
METODE

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain yaitu, serbuk tongkol jagung (STJ), natrium hidroksida (NaOH), natrium klorit ($NaClO_2$), asam asetat (CH_3COOH), asam sulfat (H_2SO_4), asam oksalat dihidrat ($C_2H_4O_2.2H_2O$), kolin klorida (ChCl), dan akuades (H_2O). Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain yaitu, kondensor, labu leher tiga, hotplate, statif dan klem, oven, filter vakum, ultrasonikasi dan freeze dryer.

Cara isolasi selulosa dibagi menjadi 2 yaitu, metode konvensional dan proses DES. Tahapan-tahapan pada metode konvensional antara lain yaitu, *alkali treatment*, *bleaching treatment*, dan hidrolisis asam. Sedangkan proses DES, diawali dengan pembuatan pelarut DES kemudian dilanjutkan proses isolasi selulosa. Komposisi kimia dari selulosa, hemiselulosa, dan lignin dianalisis menggunakan metode Chesson-Datta [12].

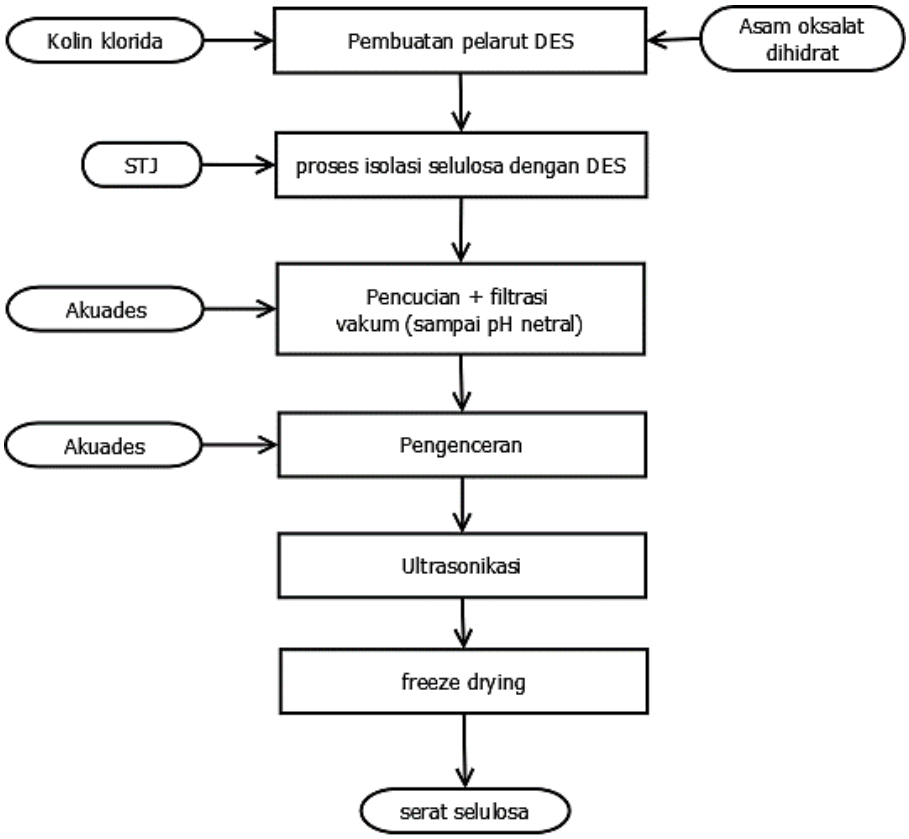
berikut merupakan bagan prosedur penelitian yang dilakukan, ditunjukkan pada **Gambar 1** dan **2**.

ISSN 2775-5630



Gambar 1. Prosedur isolasi selulosa dengan Metode Konvensional

ISSN 2775-5630



Gambar 2. Prosedur isolasi selulosa dengan DES

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis Komposisi dan %Yied Selulosa

Analisa komposisi didapatkan dengan menggunakan metode *Chesson-Datta.* Perbedaan komposisi kimia pada bahan baku awal (serbuk tongkol jagung) dan setelah diberikan perlakuan (metode konvensional dan DES) dapat dilihat pada Tabel 1.

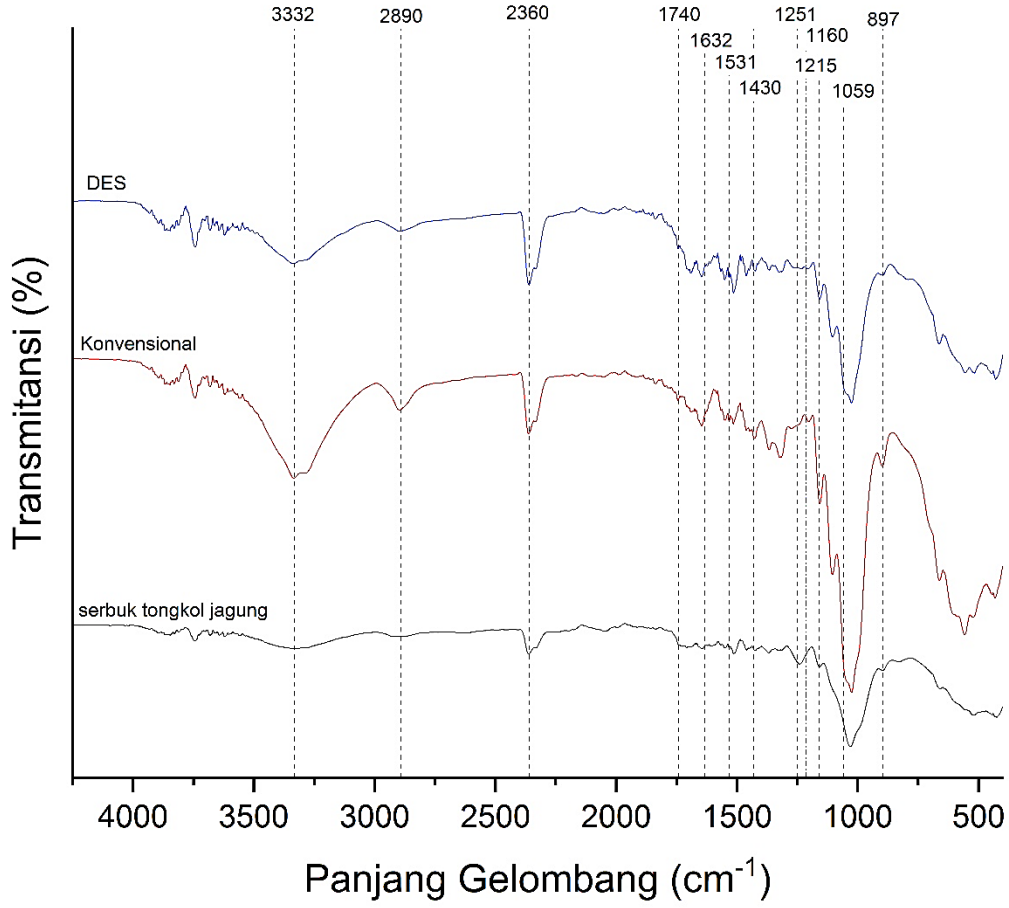
Tabel 1. Komposisi kimia bahan baku awal, dan setelah perlakuan (metode konvensional dan DES)

Kondisi	% selulosa	% hemiselulosa	% lignin	% yield selulosa
bahan baku awal	33,18%	46,67%	7,89%	-
Metode Konvensional	44,33%	38,15%	0,34%	40,07%
DES	51,52%	11,71%	14,76%	76,81%

Berdasarkan **Tabel 1.** Metode konvensional berhasil menghilangkan sebagian besar lignin, sedangkan pada proses DES lignin yang diperoleh lebih besar. Hal ini menunjukkan bahwa *pretreatment* metode konvensional, yaitu *alkali treatment* dan *bleaching treatment*, lebih efektif dalam menghilangkan sebagian besar lignin dibandingkan hanya dengan proses DES (ChCl-AOD). Namun kadar hemiselulosa pada metode konvensional lebih besar dibandingkan proses DES. Hal ini menunjukkan bahwa proses DES lebih efektif dalam menghilangkan hemiselulosa. Pada saat proses hidrolisis asam dalam metode konvensional, selulosa dapat terhidrolisis kembali menjadi monomer selulosa yaitu glukosa. Semakin tinggi asam yang ditambahkan, jumlah gula yang dihasilkan akan bertambah namun kualitasnya menjadi menurun. Selulosa yang terhidrolisis dalam suasana asam akan menghasilkan banyak glukosa [13]. Proses isolasi selulosa dengan DES memiliki %yield selulosa yang lebih tinggi dibandingkan metode konvensioal. Hal ini dikarenakan sebagian selulosa dengan metode konvensional terhidrolisis kembali sehingga %selulosa yang didapatkan lebih kecil.

Analisis FTIR (*Fourier-Transform Infrared Spectrometer*)

Analisis spektrum FTIR dapat memberikan informasi terkait keberhasilan proses isolasi selulosa. Perubahan dalam pola puncak absorpsi dapat mengindikasikan perubahan dalam struktur kimia produk yang didapatkan akibat proses yang dilakukan. Analisis FTIR dilakukan pada panjang gelombang 4500-400 cm^{-1}, Berikut grafik analisis hasil FTIR.



Gambar 3. Hasil Analisis FTIR

Tabel 2. Puncak Transmitansi Gugus Fungsi [14]

Komposisi Kimia	Panjang Gelombang	Gugus Fungsi	Keterangan
Selulosa	4000 – 2995	O – H	*Acid, methanol*
	2890	H – C – H	*Alkyl, aliphatic*
	1270 – 1232	C – O – C	*Aryl-alkyl-ether*
	1170 – 1082	C – O – C	*Pyranose ring skeletal*
Hemiselulosa	4000 – 2995	O – H	*Acid, methanol*
	2890	H – C – H	*Alkyl, aliphatic*
	1765 – 1715	C = O	*Keton and carbonyl*
lignin	4000 – 2995	O – H	*Acid, methanol*
	2890	H – C – H	*Alkyl, aliphatic*
	1632	C = C	*Benzene stratching ring*
	1613 – 1450	C = C	*Aromatic skeletal mode*
	1430	O – CH_3	*Methoxyl – O – CH_3*
	1270 – 1232	C – O – C	*Aryl-alkyl-ether*
	1215	C – O	*Phenol*

Berdasarkan hasil analisis FTIR, terlihat puncak pada panjang gelombang 3332 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus –OH pada panjang gelombang 4000 – 2995 cm^{-1}. Senyawa –OH pada dasarnya termasuk dalam senyawa air, alkohol primer dan alkohol sekunder dan ditemukan dalam selulosa, hemiselulosa, lignin serta zat ekstraktif [15]. Puncak serapan pada 2890 cm^{-1} mewakili gugus $–CH_2$ yang dikaitkan dengan getaran gugus alkil. Pada puncak serapan 2360 menunjukkan adanya indikasi ikatang rangkap C≡C [16]. Adanya peningkatan intensitas di panjang gelombang 1765 – 1715 cm^{-1} dikaitkan dengan adanya vibrasi gugus karbonil (C = O). Karbonil biasanya terdapat pada rantai samping struktur lignin unit, yang menunjukkan peningkatan intensitas tersebut terjadi putusnya ikatan rantai pada lignin dan juga hemiselulosa.

Puncak serapan 1632 cm^{-1} berhubungan dengan getaran cincin *benzene stretching* (C=C) sedangkan puncak 1531 cm^{-1} mewakili getaran kerangka aromatik, yang merupakan karakteristik lignin. Kemudian Puncak serapan pada 1430 cm^{-1} dianggap berasal dari gugus metoksil yang termasuk karakteristik lignin. Kenaikan intensitas pada puncak serapan 1251 cm^{-1} mewakili gugus *aryl-alkyl-ether* pada penghilangan sebagian lignin. Sedangkan puncak serapan 1215 cm^{-1} menunjukan kenaikan intensitas yang mewakili gugus fenol yang berkaitan dengan lignin. Pada puncak serapan 1160, 1059, dan 897 cm^{-1} merupakan karakteristik dari selulosa. Puncak serapan 1160 cm^{-1} berkaitan dengan kerangka cincin piranosa. Adanya penurunan intensitas serapan puncak tersebut menunjukkan adanya kenaikan selulosa dibandingankan kondisi bahan baku awal setelah melalui proses *treatment*. Puncak serapan 1059, dan 897 cm^{-1} mewakili puncak serapan khas selulosa [15].

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian disimpulkan bahwa isolasi selulosa dengan proses DES (ChCl-AOD) berpotensi sebagai alternatif pengganti metode konvensional. Hal ini berdasarkan %yield selulosa yang didapatkan yaitu, metode konvensional dan DES sebesar 40,07% dan 76,81%. Analisis FTIR membuktikan bahwa kedua metode/ proses dalam penelitian berhasil mengisolasi selulosa dengan menghilangkan sebagian kandungan hemiselulosa dan lignin. Perlu penelitian dan *treatment* lanjutan untuk melakukan optimasi proses isolasi selulosa menggunakan DES.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Nor P.Y., Sunardi, & Utami I., 2021. *Synthesis And Characterization Of Alginate Based Bioplastic With The Addition Of Nanocellulose From Sago FrondAs Filler*. Jurnal Sains dan Teknologi: ISSN 2620-5475 (Vol. 4, No.1, Hal. 30-39).

[2] Badan Pusat Statistik, 2022. Luas Panen, Produksi, dan Produktivitas Jagung Menurut Provinsi, 2022-2023. Jakarta Pusat: Badan Pusat Statistik Republik Indonesia.

[3] Hong Liao, dkk., 2021. *Two-step acetic acid/sodium acetate and xylanase hydrolysis for xylooligosaccharides production from corncob*. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.125979.

[4] Widya Fatriasari, dkk., 2019. Selulosa: karakteristik dan pemanfaatannya. Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI): Pusat Penelitian Biomaterial. ISBN: 978-602-496-047-6 (e-book).

[5] Dileswar Pradhan, dkk., 2022. Emerging technologies for the production of nanocellulose from lignocellulosic biomass. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119258.

[6] Yunxuan W., dkk., 2021. *Sustainable biorefinery processes using renewable deep eutectic solvents*. https://doi.org/10.1016/j.cogsc.2020.100396.

[7] Zoghlami A, Paës G., 2019. *Lignocellulosic Biomass: Understanding Recalcitrance and Predicting Hydrolysis*. doi: 10.3389/fchem.2019.00874.

[8] Rosa Safitri, dkk., 2018. Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat dalam Proses Hidrolisis Selulosa dari Kulit Buah Naga Merah (Hylocereus costaricensis) untuk Produksi Bioetanol. https://jurnal.polban.ac.id/proceeding/article/view/1082/883.

[9] Juho A.S., Miikka V., & Henrikki L., 2016. *Acidic Deep eutectic solvents As Hydrolytic Media for Cellulose Nanocrystal Production*. DOI: 10.1021/acs.biomac.6b00910.

[10] Diky T., Sri A.B.S., dan C. Budiarti S., 2016. Pengaruh penambahan kolin klorida dalam pakan terhadap produksi, total solid, dan persistensi susu sapi perah laktasi. DOI:10.21776/ub.jiip.2016.026.01.10.

[11] Dhika G.W.P, dan Imam P., 2018. Prarancangan Pabrik Asam Oksalat dari Asam Nitrat dan Glukosa dengan Kapasitas 9.000 Ton/Tahun. https://etd.repository.ugm.ac.id/penelitian/detail/165421.

[12] Roni Maryana, dkk., 2014. *Alkaline Pretreatment on Sugarcane Bagassefor Bioethanol Production*. Doi: 10.1016/j.egypro.2014.01.221.

[13] Nada M.R., dkk., 2017. Hidrolisis Lignoselulosa Hasil Pretreatment Pelepah Sawit (*Elaeis guineensis Jacq*) menggunakan H2SO4 pada Produksi Bioetanol. DOI: 10.21776/ub.industria.2017.006.02.3.

[14] Juan I. Moran, Viviana P. Cyras, dan Vera A. Alvarez, 2008. *Extraction of cellulose and preparationof nanocellulose from sisal fibers*. DOI: 10.1007/s10570-007-9145-9

[15] Wei-Lun Lim, dkk., 2019. *Alkaline deep eutectic solvent: a novel green solvent for lignocellulose pulping*. https://doi.org/10.1007/s10570-019-02346-8.

[16] Muh. Natsir, dkk., 2022. Efektivitas Fotodegradasi Lignin dari Limbah Ampas Sagu (*Metroxylon sagu Rottb.*) Menggunakan Katalis TiO_2. KOVALEN: Jurnal Riset Kimia, 8(3), 2022: 258-265. https://bestjournal.untad.ac.id/index.php/kovalen.