

## PENGARUH PERBEDAAN KONDISI HIDROLISIS TERHADAP HASIL ISOLASI NANOKRISTALIN SELULOSA DARI BONGGOL JAGUNG

### The Effect of Hydrolysis Condition Differences on Isolation Results of Nanocrystalline Cellulose From Corncob

Endah Purwanti\*, Sarah Dampang

Department of Industrial Engineering, Faculty of Engineering  
Singaperbangsa Karawang University  
Jl. H. S. Ronggowaluyo Teluk Jambe Timur 41361-Indonesia

\*Corresponding author, e-mail : endahkimiaum@gmail.com

Received: Dec.2016 Published: July 2017

#### ABSTRACT

Cellulose is one of the largest components in corncobs. Cellulose was obtained from corncob in this research that has a yield of 19.6% of 20 grams of corncob powder. The isolated cellulose was characterized by using FTIR and SEM. Cellulose has crystalline chain and insoluble in water or organic solvents. The molecular chain of cellulose is linear and has intra- and inter-molecular hydrogen bonds. One way for cellulose to be easy in the treatment of applications, is to convert microcrystalline cellulose into nanocrystalline cellulose. Nanocrystalline cellulose can be obtained by several methods, one of them by acid hydrolysis. Hydrolysis of cellulose by using sulfuric acid produces nanocrystalline cellulose. Nanocrystalline cellulose can be characterized by using TEM and PSA analysis. CNC 60 has a particle size distribution with a diameter range of 14.3 - 45.0 nm and an average diameter of 17.4 nm. Whereas cellulose with CNC 90 has a smaller particle size distribution with a diameter range of 10.0 - 17.1 nm and an average diameter of 11.9 nm.

**Keywords:** *Corncob, cellulose, acid hydrolysis, and nanocrystalline cellulose.*

#### PENDAHULUAN

Bonggol jagung merupakan salah satu limbah lignoselulosik, yaitu limbah pertanian yang banyak mengandung selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Senyawa-senyawa tersebut berpotensi untuk dikonversi menjadi senyawa lain secara biologi. Bonggol jagung biasanya banyak dimanfaatkan sebagai sumber karbon yang dapat digunakan mikroorganisme sebagai substrat dalam proses fermentasi untuk menghasilkan produk yang bernilai ekonomi tinggi atau sebagai bahan bakar dalam beberapa industri.

Selulosa yang ada pada bonggol jagung berpotensi untuk diisolasi karena merupakan salah satu komponen terbesar dalam bonggol jagung yaitu seperti pada penelitian yang telah dikerjakan. Kandungan selulosa yaitu sekitar 34%, sedangkan komponen yang lain yaitu hemiselulosa sebesar 47% dan lignin sebesar 16% (Silverio, et al., 2012). Selulosa hasil isolasi dapat dimanfaatkan pada berbagai macam

aplikasi seperti pada bidang sains, obat-obatan, dan teknologi (Diana, et al., 2010).

Selulosa merupakan polisakarida yang terdiri atas satuan glukosa yang terikat dengan ikatan  $\beta$ -1,4-glikosidik dengan rumus  $(C_6H_{10}O_5)_n$  dengan n adalah derajat polimerisasinya (Dumitriu, et al., 2015). Struktur kimia inilah yang membuat selulosa bersifat kristalin dan tidak mudah larut dalam air maupun pelarut organik, sehingga tidak mudah didegradasi secara kimia atau mekanik. Rantai molekul selulosa linier dan memiliki kecenderungan kuat untuk membentuk ikatan hidrogen intra dan inter molekul (Arup, et al., 2011).

Salah satu cara agar selulosa mudah dalam perlakuan untuk berbagai aplikasi, yaitu merubah selulosa yang berukuran mikrokristalin menjadi nanokristalin. Nanokristalin selulosa dapat dibuat dengan beberapa metode, salah satu metodenya adalah dengan cara hidrolisis asam. Asam yang digunakan adalah asam kuat, seperti asam klorida dan asam sulfat (Arup, et al., 2011).

Asam adalah katalis non spesifik yang dapat menyerang baik selulosa maupun lignin. Asam dapat menghidrolisis selulosa pada tingkat konversi yang tinggi. Sebagai katalis non spesifik yang sangat reaktif, asam kuat juga menyebabkan degradasi selulosa menjadi monomernya yaitu glukosa. Oleh karena itu, proses hidrolisis perlu dikontrol untuk mendapatkan nanokristalin selulosa dan tidak mencapai monomernya menjadi glukosa. Parameter yang dilakukan pada penelitian ini adalah memvariasikan waktu hidrolisis dan konsentrasi asam yang digunakan, sedangkan suhu yang digunakan dibuat tetap yaitu 45 °C (W. Habibi, et al., 2009).

Selulosa memiliki bagian rantai yang bersifat amorf dan kristalin. Proses hidrolisis selulosa lebih mudah menyerang bagian amorf sehingga nanokristalin selulosa memiliki beberapa sifat yang lebih baik yaitu memiliki luas permukaan yang lebih besar, kristalinitas yang lebih tinggi, dan *biodegradable* (Salas, et al., 2014).

## METODOLOGI

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan terdiri dari bonggol jagung, aqua dm, natrium hipoklorit, natrium hidroksida (p.a), indikator universal, dan asam sulfat (p.a).

### Alat

Alat-alat yang digunakan meliputi gelas kimia, gelas ukur, batang pengaduk, labu ukur, pipet tetes, bola hisap karet, pipet ukur, cawan petri, kaca arloji, spatula, penyaring Buchner, labu dasar bulat, kondensor, erlenmeyer bertutup, gunting, pengaduk magnet, alat hidrolisis, termometer, tabung sentrifugasi, dan kertas saring. Selain itu juga menggunakan timbangan analitis *DENVER Instrument Company*, *centrifuge*, ultrasonifikasi, *hotplate stirrer THERMOLYNE*, oven vakum *VWR Scientific Product*, Spektroskopi Infra Merah Alpha FT-IR *Spectrometer*, Spektroskopi Infra Merah Shimadzu Prestige 21, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) JEOL-JSM-6510LV, *Particle Size Analyzer* merek BECKMAN COULTER Delsa™ nano, mikroskop elektron

transmisi (TEM, *Transmission Electron Microscope*) merek TEM JEOL JEM 1400.

### Prosedur Kerja

#### Pengambilan Bonggol Jagung

Jagung diambil dari tanaman lokal di Karawang. Jagung yang digunakan adalah jagung yang telah tua untuk bibit. Kemudian jagung dipisahkan antara biji dan bonggolnya. Bonggol jagung dibersihkan dan dikeringkan di bawah sinar matahari, setelah itu digiling dan dikeringkan kembali sehingga diperoleh sampel berbentuk serbuk bonggol jagung.

### Sintesis Selulosa Nanokristalin

#### Isolasi Selulosa

Sejumlah serbuk bongol jagung (20 gram) dimasukkan ke dalam labu dasar bulat dan ditambahkan dengan 600 mL NaOCl 1,7 % (v/v). Tahap ini merupakan tahap pemutihan, yaitu campuran tersebut direfluks selama 5 jam pada suhu 80 °C. Setelah selesai, campuran disaring menggunakan penyaring *buchner* dan dibilas dengan aqua dm sampai pH netral dengan menguji filtrat menggunakan indikator universal. Jika residu masih belum berwarna putih, maka residu direfluks kembali menggunakan NaOCl 1,7 % (v/v) selama jam pada suhu 1 80 °C. Setelah selesai, campuran disaring kembali dan dibilas sampai pH netral.

Residu yang dihasilkan kemudian dimasukkan kembali ke dalam labu dasar bulat dan ditambahkan larutan 400 mL NaOH 2M. Campuran tersebut direfluks pada suhu 80 °C selama 4 jam, kemudian campuran disaring dan dilakukan uji lignin. Filtrat ditetesi dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat dan jika hasilnya masih terdapat gumpalan pada filtrat, residu dilarutkan kembali dalam larutan NaOH 2 M dan campuran tersebut direfluks kembali pada suhu 80 °C selama 1 jam hingga bebas lignin.

Residu yang telah netral dipindahkan ke dalam cawan petri dan kemudian dikeringkan menggunakan oven vakum sampai menjadi serbuk kering. Setelah dikeringkan, selulosa tersebut ditimbang dan disimpan dalam wadah

tertutup. Selulosa hasil isolasi kemudian diidentifikasi melalui analisis gugus fungsi menggunakan FTIR metode KBr, dan analisis morfologi menggunakan SEM.

### Hidrolisis selulosa

Selulosa hasil isolasi sebanyak 1 g ditambahkan dengan 25 mL asam sulfat 50 % dan 60% (v/v), kemudian dimasukkan ke dalam gelas hidrolisis yang dilengkapi dengan kondensor dan termometer untuk menjaga kestabilan suhu. Gelas hidrolisis dihubungkan dengan *water circular* dan diaduk menggunakan pengaduk magnet pada suhu konstan 45 °C dengan kecepatan pengadukan 1000 rpm. Pada gelas kimia terpisah disediakan aqua dm sebanyak 250 mL atau 10 kali lipat dari jumlah asam sulfat untuk proses *quenching*.

Setelah di*quenching*, endapan dipisahkan dari pelarutnya dengan cara disentrifugasi. Endapan yang berupa koloid tersebut kemudian dilakukan dialisis dengan membran *celofan* selama beberapa hari menggunakan air deionisasi sampai pH netral. Koloid selulosa nanokristalin yang telah netral diultrasonifikasi selama 10 menit dan disimpan dalam botol penyimpanan. Beberapa mL koloid selulosa nanokristalin diambil untuk dilakukan *freeze dry* agar menjadi serbuk dan dapat dikarakterisasi lebih lanjut. Selulosa nanokristalin yang berupa koloid kemudian dilakukan identifikasi morfologi permukaan menggunakan TEM dan dianalisis distribusi ukuran partikel menggunakan PSA. Selulosa nanokristalin berupa serbuk kering dilakukan analisis gugus fungsi dengan FTIR metode KBR.

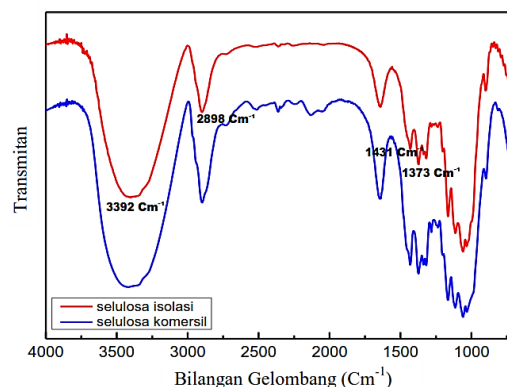
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Selulosa Hasil Isolasi

Proses isolasi selulosa dapat menyebabkan terjadinya perubahan bentuk fisik dan warna serbuk bonggol jagung yang awalnya berwarna coklat berubah menjadi serbuk putih setelah hilangnya pengotor. Proses isolasi juga menyebabkan terjadinya pengurangan massa serbuk bonggol jagung dan rendemen selulosa

hasil isolasi diperoleh sebesar 19,6 % dari 20 gram serbuk bonggol jagung yang digunakan.

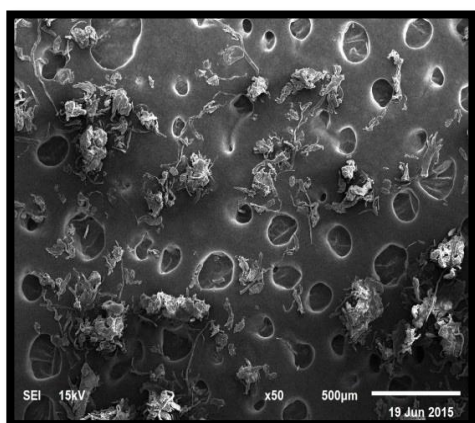
Untuk melihat struktur kimianya, maka dilakukan analisis gugus fungsi yang terdapat di dalam produk selulosa hasil isolasi serta selulosa komersil sebagai standar menggunakan spektroskopi inframerah (FTIR). Spektrum IR dari serbuk selulosa hasil isolasi dan selulosa komersil dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektra infra merah selulosa hasil isolasi dan selulosa komersil.

Gambar 1 menunjukkan bahwa secara umum pola serapan selulosa komersil dan selulosa hasil isolasi tidak jauh berbeda walaupun terdapat perbedaan pada intensitas serapan. Pita serapan pada bilangan gelombang 1373  $\text{cm}^{-1}$  merupakan pita serapan dari vibrasi tekuk gugus C–H, pada bilangan gelombang 2898  $\text{cm}^{-1}$  dari vibrasi regangan gugus C–H, dan bilangan gelombang 1431  $\text{cm}^{-1}$  dari vibrasi tekuk gugus  $-\text{CH}_2$  simetris. Selain itu terlihat pita serapan pada bilangan gelombang 3392  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan pita serapan dari vibrasi gugus O–H yang berasal dari selulosa. Oleh karena itu dapat diketahui bahwa selulosa hasil isolasi telah dapat diperoleh dari isolasi bonggol jagung.

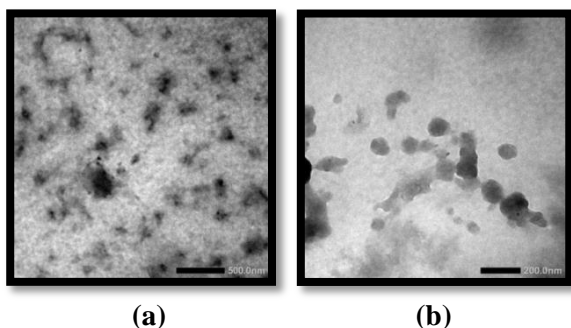
Selanjutnya untuk mengetahui morfologi selulosa hasil isolasi dianalisis menggunakan SEM. Berdasarkan data yang diperoleh menunjukkan bahwa molekul selulosa berbentuk serat dengan ukuran mikrokristalin. Selulosa hasil isolasi memiliki ukuran dan bentuk molekul yang tidak seragam, seperti dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. SEM Selulosa Hasil Isolasi

### Nanokristalin Selulosa

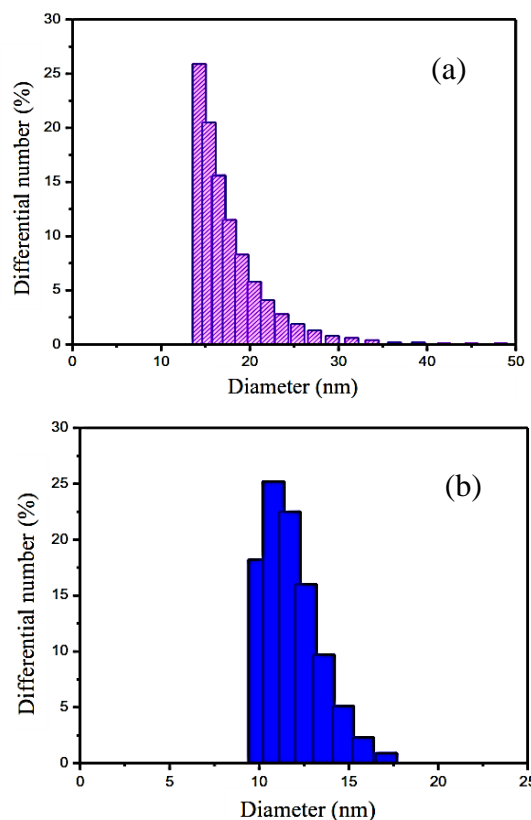
Selulosa hasil isolasi yang telah dikonfirmasi melalui spektroskopi IR selanjutnya dihidrolisis dengan asam sulfat menjadi nanokristalin selulosa. Asam adalah katalis non spesifik yang dapat menyerang selulosa dengan tingkat konversi yang tinggi, sehingga sangat reaktif dan dapat mendegradasi selulosa menjadi monomernya yaitu glukosa. Oleh karena itu, proses hidrolisis perlu dikontrol untuk mendapatkan nanokristalin selulosa dan tidak mencapai monomernya menjadi glukosa. Parameter yang dilakukan pada penelitian ini adalah memvariasikan waktu hidrolisis dan konsentrasi asam yang digunakan, sedangkan suhu yang digunakan dibuat tetap yaitu 45 °C.



Gambar 3. Hasil TEM Nanokristalin Selulosa (a) CNC 5 dan (b) CNC 60

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya bahwa selulosa dapat dihidrolisis menggunakan asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 50% (v/v) selama 60 menit (CNC 60) pada suhu 45°C [10], maka dalam penelitian ini proses hidrolisis dilakukan

menggunakan asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 50% (v/v) selama 90 menit (CNC 90) pada suhu 45°C dan asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 60% (v/v) selama 5 menit (CNC 5) pada suhu 45 °C. Adapun untuk mengetahui perbandingan hasil analisis morfologi nanokristalin selulosa pada beberapa perlakuan dapat dilihat dari hasil analisis TEM pada Gambar 3.



Gambar 4. Hasil PSA Nanokristalin Selulosa (a) CNC 60 (Endah, et al., 2016) dan (b) CNC 90

Hasil analisis TEM (a), gambar partikel yang dihasilkan kurang bagus dan bentuk partikel nanokristalin selulosa tidak kelihatan jelas, sehingga tidak dilanjutkan ke tahapan berikutnya. Hal ini bisa disebabkan karena konsentrasi asam sulfat yang digunakan terlalu tinggi sehingga dapat menghidrolisis molekul selulosa menjadi molekul yang lebih kecil, karena asam adalah katalis non spesifik yang bisa menyerang selulosa (W. Habibi, et al., 2009). Sedangkan hasil analisis TEM (b) menunjukkan bahwa nanokristalin selulosa memiliki bentuk dan ukuran partikel lebih

seragam dibandingkan dengan selulosa hasil isolasi yaitu berbentuk bulat.

Untuk melihat ukuran partikel hasil hidrolisis, maka dilakukan analisis dengan *Particle Size Analyzer* dan hasilnya dibandingkan dengan penelitian sebelumnya ditunjukkan pada Gambar 4.

Berdasarkan Gambar 4, selulosa dengan CNC 60 memiliki distribusi ukuran partikel dengan rentang diameter 14,3 – 45,0 nm dan diameter rata-rata sebesar 17,4 nm. Sedangkan selulosa dengan CNC 90 memiliki distribusi ukuran partikel lebih kecil dengan rentang diameter 10,0 – 17,1 nm dan diameter rata-rata sebesar 11,9 nm. Hasil yang diperoleh memiliki diameter partikel yang lebih besar jika dibandingkan dengan hasil penelitian sebelumnya yaitu diperoleh nanokristalin selulosa dengan rentang diameter partikel sebesar 2 – 8 nm (Silverio, et al., 2012).

## KESIMPULAN

Bonggol jagung merupakan salah satu bahan alam yang mengandung selulosa dalam persentase yang cukup tinggi. Pada penelitian ini rendemen selulosa hasil isolasi diperoleh sebesar 19,6 % dari 20 gram serbuk bonggol jagung yang digunakan. Selulosa hasil isolasi kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dan analisis morfologi dengan menggunakan SEM. Hidrolisis selulosa menggunakan asam sulfat menghasilkan selulosa yang berukuran nanokristalin yang ditunjukkan dari hasil analisis TEM dan PSA yaitu CNC 60 memiliki distribusi ukuran partikel dengan rentang diameter 14,3 – 45,0 nm dan diameter rata-rata sebesar 17,4 nm. Sedangkan selulosa dengan CNC 90 memiliki distribusi ukuran partikel lebih kecil dengan rentang diameter 10,0 – 17,1 nm dan diameter rata-rata sebesar 11,9 nm.

## DAFTAR PUSTAKA

Arup, Mandal, D. Chakrabarty, 2011, Isolation of nanocellulose from waste sugarcane bagasse (SCB) and its characterization. *Carbohydrate Polymers*. 86 : 1291-1299.

- C. Salas, T. Nypelo, C. R. Abreu, C. Carillo, O.J. Rojas, 2014, Nanocellulose properties and application in colloids and interfaces. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*. 19 : 383-396.
- Diana, C., F. Ciolacu, V. I. Popa, 2010, Amorphous cellulose-structure and characterization. *Cellulose Chemistry and Technology*. 45(1-2) : 13-21.
- Endah, P., Winda, T., Achmad, R., Bunbun., I Made, 2016, Preparation of Nanocrystalline Cellulose from Corncob Used as Reinforcement in Separator for Lithium Ion Battery. 365 – 369. *Proceedings of the joint International Conference on Electric Vehicular Technology and Industrial, Mechanical, Electrical, and Chemical Engineering (ICEVT & IMECE 2015)*, Surakarta 4-5 November 2015.
- H. P. S. Khalil, A. H. Bhat, A.F.I. Yusra, 2012, Green composite from sustainable cellulose nanofibrils: A review. *Carbohydrate Polymers*. 87 : 963-979.
- J. F. Kadla, R. D. Gilbert, 2000, Cellulose structure: A review. *Cellulose Chemistry and Technology*. 34 : 197-216.
- J. Li, X. Wei, Q. Wang, J. Chen, G.Chang, L. Kong, J. Su, Y. Liu, 2012, Homogeneous isolation of nanocellulose from sugarcane bagasse by high pressure homogenization. *Carbohydrate Polymer*. 90 : 1609-1613.
- Silverio, H. A., W. P. F. Neto, N. O. Dantas, D. Pasquini, 2012, Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from corncob for applications as reinforcing agent in nanocomposites. *Industrial Crops and Products*. 44 : 427-436.
- S. Dumitriu, 2005, Polysaccharides, Structural Diversity and Functional Versatility. *United States of America*. 41-44.
- W. Habibi, L.A. Lucia, O. J. Rojas, 2009, Cellulose nanocrystals: chemistry, self-assembly, and applications. *American Chemical Society*, Helsinki.
- W. Li, J. Yue, S. Liu, 2012, Preparation of nanocrystalline cellulose via ultrasound and its reinforcement capability for poly(vinyl alcohol) composites. *Ultrasonics Sonochemistry*. 19 : 479-485.