

## Pengaruh Waktu Delignifikasi terhadap Karakteristik Selulosa dari Daun Nanas dan Jerami

Egata Dwi Veptiyan<sup>1\*</sup>, Mirna Apriani<sup>1</sup>, Novi Eka Mayangsari<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Teknik Pengolahan Limbah, Jurusan Teknik Permesinan Kapal, Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya, Surabaya 60111

\*E-mail : [egataveptiyan@student.ppns.ac.id](mailto:egataveptiyan@student.ppns.ac.id)

### Abstrak

Selulosa merupakan senyawa dominan penyusun struktur dari tumbuhan seperti yang ditemukan di dalam daun nanas dan jerami. Selulosa memiliki gugus fungsi hidroksil dan karboksil yang berpotensi untuk menyerap logam berat. Untuk memecah ikatan antara lignin dan selulosa maka diperlukan proses delignifikasi. Pada umumnya proses delignifikasi atau penghilangan lignin dilakukan dengan larutan alkali. Proses ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik selulosa dari daun nanas dan jerami. Proses delignifikasi dilakukan menggunakan NaOH 9% dengan variasi waktu 70 menit dan 90 menit. Daun nanas dan jerami sebelum dan sesudah delignifikasi dianalisis dengan menggunakan metode *chesson*, *SEM*, dan *XRD*. Hasil analisis metode *chesson* menunjukkan bahwa kandungan selulosa tertinggi daun nanas dan jerami dihasilkan dari proses delignifikasi selama 70 menit. Kadar selulosa daun nanas dan jerami sebesar 59,12% dan 57,78% dengan kandungan lignin sebesar 10,78% dan 8,28%. Hasil analisis *SEM* menunjukkan daun nanas dan jerami sebelum mengalami delignifikasi memiliki morfologi permukaan yang halus, padat, dan rapat, setelah mengalami proses delignifikasi morfologi permukaan menjadi kasar dan renggang. Hasil analisis *XRD* menunjukkan puncak pada  $2\theta$  sekitar  $18^\circ$  dan  $23^\circ$ . Kristalinitas tertinggi daun nanas dan jerami pada proses delignifikasi selama 90 menit, sebesar 65,97% dan 71,77% dengan kadar lignin turun hingga mencapai 16,25% dan 31,77%.

**Keywords:** Jerami, Daun Nanas, Delignifikasi, Selulosa.

### 1. PENDAHULUAN

Nanas dan padi merupakan jenis tumbuhan yang banyak tumbuh di Indonesia. Kedua tanaman ini juga menghasilkan limbah seperti daun nanas dan jerami padi. Daun nanas dan jerami sering dimanfaatkan sebagai pakan ternak atau pupuk alami, karena memiliki kandungan selulosa yang tinggi. Daun nanas mengandung sekitar 69,5%-71,5% selulosa (Hidayat, 2008) dan jerami padi sekitar 40% (Suryanto, 2017). Selulosa merupakan unsur struktural dan komponen yang penting dalam dinding sel tumbuhan yang memiliki gugus hidroksil dan karboksil. Selulosa terikat dengan lignin dalam rantai lignoselulosa dan terjebak di dalam matrik (Trisanti, 2015). Untuk mendapatkan ekstraksi dari selulosa, diperlukan suatu metode untuk dapat melepaskan ikatan antara lignin dan selulosa dalam rantai lignoselulosa. Hal ini dikarenakan lignin yang masih terikat dengan selulosa akan menghalangi proses transfer ion ke sisi aktif adsorben, sehingga akan menghambat proses adsorpsi (Mandasari, 2016).

Metode untuk melepas rantai lignoselulosa dapat dilakukan melalui proses delignifikasi. Pada umumnya delignifikasi dilakukan dengan menggunakan larutan basa seperti NaOH, KOH, atau LiOH (Mardina, 2013). Perlakuan dengan menggunakan NaOH merupakan salah satu metode yang paling efisien untuk mendapatkan ekstrak selulosa. NaOH berfungsi sebagai delignifikator dengan cara mendegradasi dan merusak struktur lignin, bagian kristalin, dan amorf, memisahkan sebagian lignin dan hemiselulosa serta dapat menyebabkan pengembangan struktur dari selulosa (Gunam dkk, 2010).

Penelitian tentang delignifikasi selulosa pernah dilakukan oleh Widodo dkk (2010). Limbah batang ubi kayu diekstraksi dengan proses prehidrolisis selama 2,5 jam pada suhu  $100^\circ\text{C}$ . Proses prehidrolisis dilanjutkan dengan proses delignifikasi menggunakan NaOH dengan variasi konsentrasi serta variasi lama waktu delignifikasi. Alpha selulosa tertinggi didapatkan pada kondisi operasi terbaik pada konsentrasi NaOH 15% dengan waktu delignifikasi selama 60 menit.

Namun, delignifikasi untuk daun nanas dan jerami belum banyak dilakukan. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk menganalisis karakteristik selulosa daun nanas dan jerami padi sebelum dan setelah proses delignifikasi selama 70 menit dan 90 menit dengan menggunakan larutan NaOH 9%.

## 2. METODE

**Alat dan bahan :** Spektrofotometri UV-VIS, blender, timbangan analitik, magnetic stirer, hot plate, beaker glass, pH meter, ayakan 60 mesh, seperangkat Refluks, glassware, daun nanas, jerami,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$  25 %,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  98%,  $\text{Na-Dietilditiokarbamat}$ .

**Preparasi adsorben :** Daun nanas dan jerami dikeringkan kemudian dihaluskan dengan menggunakan blender dan disaring dengan saringan 60 mesh. Serbuk daun nanas dan jerami selanjutnya direndam dengan  $\text{NaOH}$  9% dengan variasi waktu 70 menit dan 90 menit. Rendaman disaring kemudian dicuci hingga pH netral, kemudian dioven hingga berat konstan (Handayani, 2010).

### Karakterisasi

#### Metode Chesson

Kadar selulosa, lignin, dan hemiselulosa dapat diketahui dengan menggunakan analisis metode *Chesson*. Berat awal sampel kering (a). Berat sampel kering dicampur dengan aquadest dan dipanaskan pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 1 jam, kemudian disaring dan dicuci dengan aquades panas. Sampel kemudian dikeringkan dalam oven hingga beratnya konstan (b). Padatan kering kemudian dicampur dengan 150 mL larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 N dan dipanaskan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Padatan disaring dan dicuci dengan aquades. Padatan setelah itu dikeringkan (c). Padatan kering kemudian direndam dalam 10 mL larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  72% selama 4 jam pada suhu ruang, setelah itu ditambah 150 mL larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 N dan direfluks selama 1 jam. Padatan kemudian dicuci menggunakan aquades 400 mL dan dipanaskan pada oven dengan suhu  $105^\circ\text{C}$  hingga beratnya konstan (e) (Trisanti, 2015). Padatan kemudian dipanaskan hingga menjadi abu (e). Presentase selulosa, hemiselulosa, lignin, dapat dihitung dengan persamaan :

$$\text{Selulosa (\%)} = \frac{d - c}{a} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

$$\text{Hemielulosa (\%)} = \frac{c - b}{a} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

$$\text{Lignin (\%)} = \frac{e - d}{a} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

#### Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian XRD dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer*. Intensitas relatif direkam pada  $2\theta$  dari  $5^\circ$  hingga  $60^\circ$  (Trisanti, 2015). Perhitungan derajat kristalinitas dengan menggunakan persamaan :

$$\text{CrI} = \frac{(I_{002} - I_{AM})}{I_{AM}} \times 100\% \dots\dots\dots(4)$$

Dengan :

CrI = Derajat Kristalinitas

$I_{002}$  = Intensitas bagian kristalin

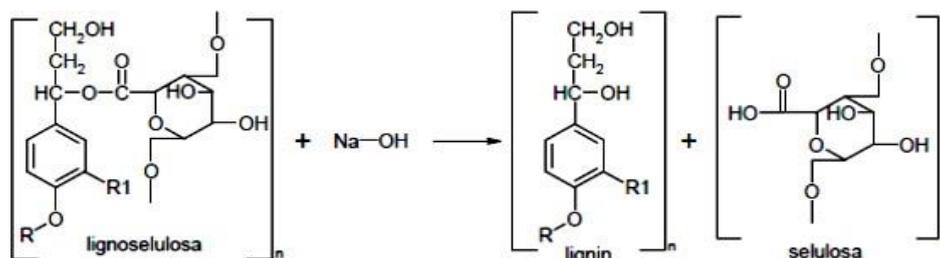
$I_{AM}$  = Intensitas bagian amorf

#### Analisis Scanning Electron Microscopy (SEM)

Morfologi dari daun nanas dan jerami untuk setiap proses delignifikasi diamati dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* dengan tegangan 10 kV. Sebelum proses *SEM*, sampel dilapisi dengan emas dengan tujuan agar sampel tidak rusak ketika terkena tegangan (Trisanti, 2015).

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini proses delignifikasi menggunakan  $\text{NaOH}$  9% dengan waktu delignifikasi selama 70 menit dan 90 menit.  $\text{NaOH}$  dapat digunakan dalam proses delignifikasi karena larutan tersebut dapat merusak ikatan eter yang menghubungkan antara lignin dengan selulosa, menghilangkan lignin dan meningkatkan porositas dari biomassa (Kang, dkk, 2012). Pemecahan ikatan eter tersebut dapat dilihat pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Mekanisme reaksi lignoselulosa dengan larutan  $\text{NaOH}$  (Zely, 2014)

Pembuktian adanya proses degradasi lignin pada proses delignifikasi dapat dilihat dari penurunan kadar lignin yang ada pada produk. Kadar lignin yang turun dapat diketahui dari hasil analisis *Chesson Datta*.

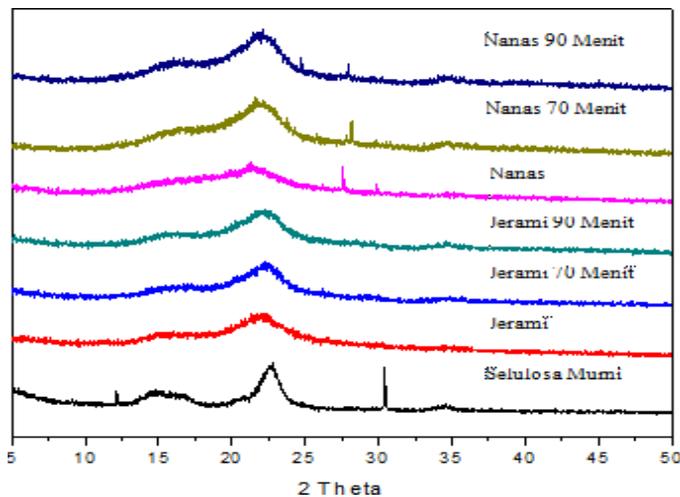
Analisis ini untuk mengetahui kadar selulosa, hemiselulosa, dan lignin baik sebelum dan setelah proses (Trisanti, 2015). Hasil analisis *Chesson Datta* dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Hasil perhitungan kadar selulosa, lignin dan hemiselulosa

Sampel	Selulosa (%)	Lignin (%)	Hemiselulosa (%)
Jerami sebelum proses delignifikasi	21.11	9.78	11.02
Jerami setelah delignifikasi 70 menit	57.78	8.28	18.10
Jerami setelah delignifikasi 90 menit	55.01	8.19	23.37
Nanas sebelum proses delignifikasi	25.33	12.81	8.98
Nanas setelah proses delignifikasi 70 menit	59.12	10.78	18.79
Nanas setelah proses delignifikasi 90 menit	55.10	8.74	25.06

Tabel 1 menunjukkan bahwa jerami dan nanas memiliki kandungan selulosa yaitu 21,11% dan 25,33%. Setelah delignifikasi selulosa kedua sampel mengalami peningkatan menjadi 57,78% dan 59,12%. Peningkatan kadar selulosa dikarenakan menurunnya kadar lignin akibat proses delignifikasi (Trisanti, 2015). Namun pada saat delignifikasi 90 menit kadar selulosa mengalami penurunan yaitu sebesar 55,01% dan 55,10%. Penurunan ini dikarenakan waktu delignifikasi yang lebih lama sehingga menyebabkan senyawa yang memiliki sisi aktif ikut terlarut dalam NaOH (Handayani, 2010).

Untuk mengetahui derajat kristalinitas selulosa menggunakan analisis *XRD*. Gambar 2 menunjukkan bahwa seluruh difraktogram memiliki puncak pada  $2\theta$  sekitar  $23^\circ$ . Struktur selulosa ini merupakan karakteristik dari selulosa asli atau selulosa tipe I yang memiliki puncak tajam pada  $2\theta$   $22^\circ$ - $23^\circ$  (Suryanto, 2017). Hal ini mengindikasikan bahwa struktur kristal dari selulosa tidak berubah selama proses delignifikasi, hanya terjadi perubahan pada besaran intensitas.



**Gambar 2.** Profil *XRD* untuk jerami dan nanas sebelum dan setelah proses delignifikasi.

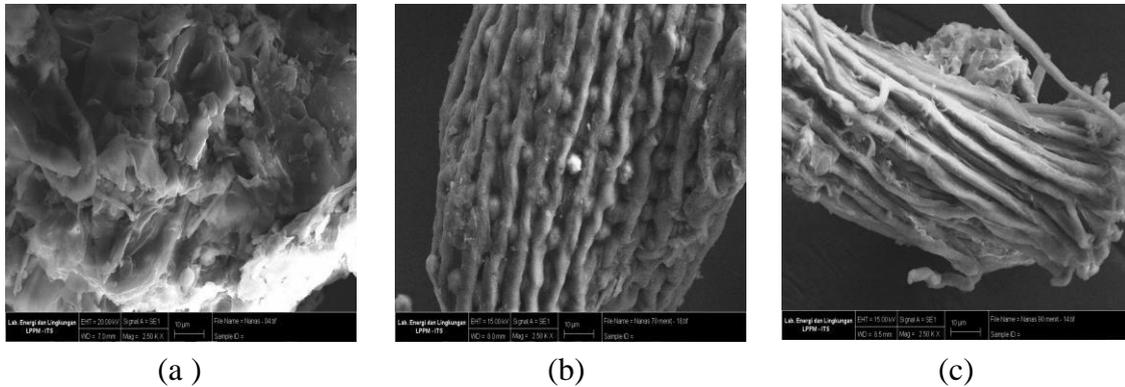
Difraktogram *XRD* selain untuk mengidentifikasi puncak, juga dapat mengidentifikasi derajat kristalinitas dengan menggunakan metode Segal. Hasil perhitungan derajat kristalinitas dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Hasil perhitungan derajat kristalinitas daun nanas dan jerami.

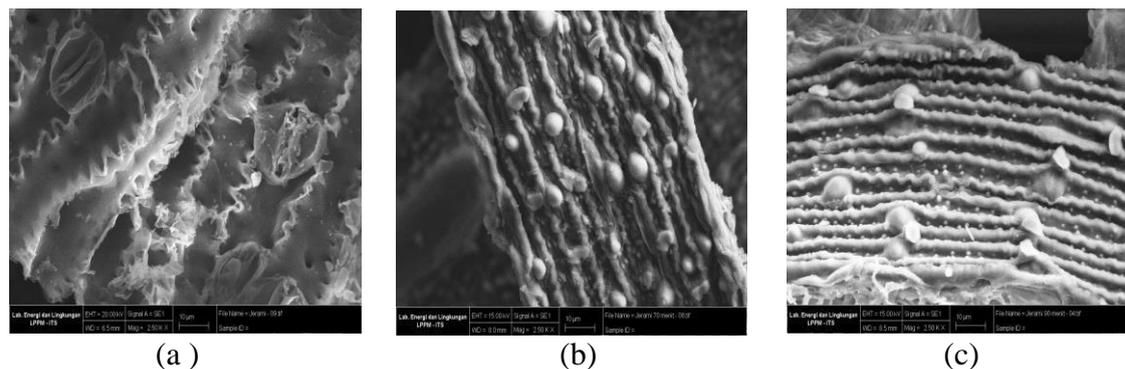
Sampel	Derajat Kristalinitas (%)
Daun nanas sebelum delignifikasi	51,33
Daun nanas setelah delignifikasi 70 menit	53,58
Daun nanas setelah delignifikasi 90 menit	65,98
Jerami sebelum delignifikasi	59,30
Jerami setelah delignifikasi 70 menit	67,70
Jerami setelah delignifikasi 90 menit	71,77

Analisis *XRD* menunjukkan bahwa derajat kristalinitas daun nanas dan jerami sebelum delignifikasi sebesar 51,33% dan 59,30%. Setelah mengalami proses delignifikasi, derajat kristalinitas dari kedua produk semakin

menguat. Derajat kristalinitas tertinggi untuk daun nanas dan jerami terjadi saat delignifikasi selama 90 menit dengan derajat kristalinitas sebesar 65,98% dan 71,77%. Derajat kristalinitas meningkat sesuai dengan semakin lamanya waktu delignifikasi. Peningkatan waktu delignifikasi berpengaruh terhadap jumlah lignin yang terdegradasi, sehingga tersisa komponen kristalin selulosa yang mengakibatkan kristalinitas besar (Darmawan, dkk, 2017). Morfologi permukaan dari produk sebelum dan setelah proses delignifikasi selama 70 dan 90 menit dapat dilihat pada Gambar 3 dan Gambar 4.



**Gambar 3.** Hasil analisis SEM daun nanas dengan perbesaran 2500x. (a) Daun nanas sebelum delignifikasi, (b) Daun nanas setelah delignifikasi 70 menit, (c) Daun nanas setelah delignifikasi 90 menit.



**Gambar 4.** Hasil analisis SEM jerami dengan perbesaran 2500x. (a) Jerami sebelum delignifikasi, (b) Jerami setelah delignifikasi 70 menit, (c) Jerami setelah delignifikasi 90 menit.

Morfologi permukaan dari daun nanas dan jerami sebelum mengalami proses delignifikasi dapat dilihat pada Gambar 2(a) dan 3(a). Daun nanas dan jerami terlihat memiliki permukaan yang halus, rapat, dan tidak berongga. Permukaan ini terindikasi sebagai lignin yang berfungsi untuk mengisi dinding sel tanaman (Rimbani, 2013). Produk setelah mengalami proses delignifikasi, kandungan ligninnya terlarut dalam NaOH yang menyebabkan permukaan produk menjadi renggang, berongga dan kasar seperti pada gambar 3(b), 3(c) (daun nanas) dan 4(b), 4(c) (jerami). Berdasarkan hasil analisis SEM, menunjukkan bahwa delignifikasi menghancurkan dan menghilangkan permukaan luar dan membuka bagian dalam dari selulosa (Trisanti, 2015).

#### 4. KESIMPULAN

Proses delignifikasi selama 70 menit dan 90 menit menghasilkan kadar selulosa yang cenderung lebih rendah yaitu dari 59,12% menjadi 55,10% (daun nanas) dan 57,78% menjadi 55,01% (jerami). Hasil uji SEM menunjukkan terjadinya degradasi permukaan yang semakin besar sesuai dengan semakin lama waktu delignifikasi. Hasil uji XRD menunjukkan selulosa nanas dan jerami termasuk kategori selulosa tipe I karena berada pada puncak  $2\theta$  23°. Derajat kristalinitas daun nanas dan jerami semakin tinggi seiring dengan bertambahnya waktu delignifikasi.

#### 5. DAFTAR PUSTAKA

- Darmawan, Saptadi., Fendi., Dian Kurniaty. (2017). *Derajat Kristalinitas dan Struktur Anatomi Kayu Jati Muna Akibat Perlakuan Panas*. Jurnal Ilmu Pertanian Indonesia. Vol. 22(1):20-24.
- Gunam, Ida, B, W., Ni Made, W., Anak Agung, M, D, A., Pande, M, S. (2011). *Delignifikasi Ampas Tebu Dengan Larutan Natrium Hidroksida Sebelum Proses Sakarifikasi Secara Enzimatis Menggunakan Enzim Selulase Kasar Dari Aspergillus niger FNU6018*. LIPI. Vol. 34. Denpasar.
- Handayani, Aries Wiwit. (2010). *Penggunaan Selulosa Daun Nanas Sebagai Adsorben Logam Berat Cd (II)*. Skripsi. Universitas Negeri Sebelas Maret, Surakarta.
- Hidayat, P., Santoso, E. (2008). *Teknologi Pemanfaatan Serat Daun Nanas Sebagai Alternatif Bahan Baku Tekstil*, Teknoin, Vol 13, 31-35.
- Kang, K. E, Jeong, G. T. and Park, D, H. (2012). *Pretreatment of Rapessed Straw by Sodium Hydroxide*. Bioprocess and Biosystems Eng. Vol. 35, Issue 5, pp. 705-713.
- Mardina, P., Adellina I, T., Jhon F, M., Sitingjak., Andri Nugroho., M, Reza Fahrizal. (2013). *Pengaruh Proses Delignifikasi Pada Produksi Glukosa Dari Tongkol Jagung Dengan Hidrolisis Asam Encer*. Konversi. Volume 2, pp.17-23.
- Rimbani, Majid. (2013). *Optimasi Bio-Pretreatment Jerami Padi Secara Fermentasi Fase Padat Oleh Isolat Actinomyces AcP-1 dan AcP-7*. Skripsi. Universitas Lampung. Lampung.
- Suryanto, Heru. (2017). *Analisis Struktur Serat Selulosa Dari Bakteri*. Prosiding SNTT. Volume 3.
- Trisanti, Prida Novarita., Sena Setiawan., ElysaNur'aini dan Sumarno. (2015). *Ekstraksi Selulosa Dari Serbuk Gergaji Kayu Sengon Melalui Proses Delignifikasi Alkali Ultrasonik*. Jurnal Sains Materi Indonesia.
- Widodo, L. U., Ketut, S., Caccilia, P., dan Novel, K. (2013). *Pemisahan alpha- Selulosa Dari Limbah Batang Ubi Kayu Menggunakan Natrium Hidroksida*. Jurnal Teknik Kimia. Vol 7, no, 2, 43-47.
- Zely, Feki Desfran. (2014). *Pengaruh Waktu dan Kadar Saccharomyces cerevisiae Terhadap Produksi Etanol Dari Serabut Kelapa Pada Proses Sakarifikasi dan Fermentasi Simultan Dengan Enzim Selulase*. **Skripsi**. Fakultas Keguruan Dan Ilmu Pendidikan. Universitas Bengkulu. Bengkulu.

**Halaman ini sengaja dikosongkan**