

INTISARI

Tongkol jagung merupakan biomassa lignoselulosa yang berlimpah dan dapat dimanfaatkan sebagai sumber selulosa untuk aplikasi material canggih berbasis *regenerated cellulose* (RC). Tantangan utama dalam pemanfaatannya adalah kemampuan untuk menghasilkan RC dengan ukuran partikel yang terkontrol dan seragam. Penelitian ini bertujuan mensintesis *size-controlled regenerated cellulose* dari tongkol jagung melalui kombinasi ekstraksi menggunakan *Deep Eutectic Solvent* (DES) berbasis choline chloride–gliserol serta metode pengendapan ulang, sekaligus menganalisis pengaruh konsentrasi selulosa, jenis pelarut (pH), dan suhu presipitasi terhadap ukuran RC.

Pengambilan selulosa dilakukan menggunakan DES dengan rasio ChCl:gliserol = 1:5. Analisis komposisi kimia menggunakan metode Chesson menunjukkan perubahan signifikan pada fraksi lignoselulosa, yaitu penurunan lignin dari 8,91% menjadi 6,64% dan peningkatan fraksi selulosa dari 28,99% menjadi 34,78%. Proses ekstraksi menghasilkan yield selulosa sebesar 88,77% b/b. Karakterisasi FTIR memperkuat hasil tersebut melalui menurunnya intensitas pita karakteristik lignin pada 1601–1514 cm^{-1} serta berkurangnya intensitas regangan C=O hemiselulosa pada 1723–1724 cm^{-1} . Peningkatan intensitas pita –OH pada 3200–3400 cm^{-1} menunjukkan terbentuknya jaringan ikatan hidrogen baru yang mengonfirmasi keberhasilan fraksinasi menggunakan DES.

Selanjutnya, selulosa dilarutkan dalam dua sistem pelarut, yaitu NaOH/Gliserin dan H₂SO₄/Gliserin, kemudian diregenerasi menggunakan metode pengendapan ulang. Pada sistem NaOH/Gliserin, peningkatan konsentrasi selulosa dari 1% hingga 4% menghasilkan peningkatan ukuran partikel dari 356,8 nm menjadi 475,07 nm disertai penurunan PDI hingga 0,246, menandakan dispersi yang semakin homogen. Sebaliknya, pada sistem H₂SO₄/Gliserin, perubahan ukuran partikel bersifat tidak linier akibat mekanisme pelarutan asam yang melibatkan protonasi dan hidrolisis parsial selulosa yang mengubah panjang rantai prekursor regenerasi.

Variasi suhu presipitasi (25–65 °C) menunjukkan peningkatan ukuran partikel dari 475 nm pada 25 °C menjadi 487 nm pada 50 °C dan 578 nm pada 65 °C, yang terjadi akibat ikatan hidrogen terbentuk lebih cepat selama regenerasi. Analisis Arrhenius mengonfirmasi hubungan antara ukuran partikel dan suhu serta memberikan estimasi energi aktivasi proses pertumbuhan *regenerated cellulose*. Dari perhitungan diperoleh energi aktivasi sebesar 3,673 kJ/mol, yang tergolong rendah dan menunjukkan bahwa proses pembentukan partikel selulosa dalam sistem NaOH/gliserin berlangsung dengan hambatan energi yang minimal.

Secara keseluruhan, penelitian ini menunjukkan bahwa konsentrasi selulosa, karakteristik pelarut, dan suhu presipitasi merupakan parameter kunci dalam pengendalian ukuran RC. Kombinasi DES dan metode pengendapan ulang terbukti sebagai pendekatan efektif, ramah lingkungan, serta dapat dioptimalkan untuk menghasilkan *regenerated cellulose* dengan ukuran partikel yang stabil dan terkontrol.

Kata Kunci: *Size Controlled, Regenerated cellulose; Deep eutectic solvent* (DES); Pengendapan Ulang; Tongkol jagung

ABSTRACT

Corn cob is an abundant lignocellulosic biomass with strong potential as a sustainable source of cellulose for advanced material applications, particularly regenerated cellulose (RC). A major challenge in RC production lies in achieving controlled and uniform particle size. This research aims to synthesize size-controlled regenerated cellulose from corn cob using a Deep Eutectic Solvent (DES)-based extraction method (choline chloride–glycerol) combined with Re-precipitation, and to investigate the effects of cellulose concentration, solvent characteristic (pH), and precipitation temperature on the resulting RC particle size.

Cellulose extraction was conducted using DES with a 1:5 choline chloride-to-glycerol ratio. Chemical composition analysis using the Chesson method showed significant changes in the lignocellulosic fractions, including a decrease in lignin content from 8.91% to 6.64% and an increase in cellulose content from 28.99% to 34.78%. The extraction process yielded 88.77% b/b cellulose. FTIR characterization supported these results, indicated by the decrease in the intensity of lignin-specific aromatic bands at 1601–1514 cm^{-1} and the reduced intensity of hemicellulose C=O stretching at 1723–1724 cm^{-1} . The enhanced –OH stretching band at 3200–3400 cm^{-1} further confirmed the formation of hydrogen-bonding networks and the successful fractionation achieved by DES.

The extracted cellulose was dissolved in two solvent systems, NaOH/Glycerol and H_2SO_4 /Glycerol, followed by regeneration through the Re-precipitation method. In the NaOH/Glycerol system, increasing cellulose concentration from 1% to 4% resulted in particle size growth from 356.8 nm to 475.07 nm, accompanied by a reduction in PDI to 0.246, indicating improved dispersion homogeneity. In contrast, the H_2SO_4 /Glycerol system exhibited non-linear particle size responses due to protonation-driven dissolution and partial hydrolysis, which altered the precursor chain length during regeneration.

Temperature variation during precipitation (25–65 °C) showed an increase in particle size from 475 nm at 25 °C to 487 nm at 50 °C and 578 nm at 65 °C, which occurs because hydrogen-bond reconstruction proceeds more rapidly during regeneration at higher temperatures. The Arrhenius analysis confirmed the relationship between particle size and temperature and provided an estimate of the activation energy for regenerated cellulose particle growth. The calculated activation energy was 3.673 kJ/mol, indicating a low value and suggesting that particle formation in the NaOH/glycerin system proceeds with minimal energetic barriers.

Overall, the findings highlight that cellulose concentration, solvent characteristics, and precipitation temperature are key parameters governing RC particle size. The integration of DES extraction and re-precipitation offers an effective, environmentally friendly, and tunable approach for producing regenerated cellulose with controlled and stable particle characteristics.

Keyword: Size Controlled, Regenerated cellulose; Deep eutectic solvent (DES); Re-precipitation; Corn cobs