

Produksi Asam Levulinat dari Inulin Umbi Dahlia (*Dahlia* sp. L) Menggunakan Katalis Asam Klorida

Rosa Murwindra, Amilia Linggawati, Pepi Helza Yanti, Amir Awaluddin, dan Saryono*)

Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Riau, Pekanbaru 28293

Diterima 08-08-2015 Disetujui 28-02-2016

ABSTRACT

Dahlia is a floriculture plant with tuber that rich of inulin. Inulin is soluble in hot water and it will settle on cool temperature in alcohol. Extraction of result from 100 g dahlia tuber taken from Bukittinggi, West Sumatra is 4% inulin (w/w dahlia tuber). Inulin flour produced is white gray. Qualitative tests with Seliwanoff and Nelson-Somogyi methods shows that inulin positive contained of fructose and reducing sugar. Extracted result of inulin can be converted into levulinic acid using acid catalyst at high temperature. In this experiment, production of levulinic acid will bundle with variate temperature, reaction time and catalyst concentration of hydrochloride acid. The reaction of inulin conversion was done in ampul that burned in oven. Conversion result of 5% inulin to be levulinic acid on heating 150°C hydrochloride acid concentration 0,1 M about 25 minutes was 12,33% (w/w inulin). On heating 170°C hydrochloride acid concentration 0,1 M about 15 minutes is 26,25% (w/w inulin), while on heating 150°C hydrochloride acid concentration 1 M about 15 minutes is 32,28% (w/w inulin). Experiment result showed that concentration of glucose, levulinic acid and formiat acid increase with increasing in reaction reaction temperature while fructose concentration decrease from 55,14 mg/mL to be 0,12 mg/mL. The longer time reaction and the higher concentration of catalyst hydrochloride acid, the lower concentration of glucose and fructose and the larger concentration of levulinic acid and formic acid.

Keywords: Dahlia tuber (*Dahlia* sp. L), inulin, levulinic acid

ABSTRAK

Dahlia merupakan tanaman florikultura yang memiliki umbi yang kaya akan kandungan inulin. Inulin dapat larut dalam air panas dan akan mengendap dalam alkohol pada suhu dingin. Hasil ekstraksi dari 100 g umbi dahlia yang diambil di daerah Bukittinggi Sumatra Barat adalah 4% inulin (b/b umbi dahlia). Tepung inulin yang diperoleh berwarna putih keabu-abuan. Uji kualitatif dengan metode Seliwanof dan Nelson-Somogyi menunjukkan inulin positif mengandung fruktosa dan gula pereduksi. Inulin hasil ekstraksi dapat dikonversi menjadi asam levulinat menggunakan katalis asam pada suhu tinggi. Pada penelitian ini produksi asam levulinat dilakukan dengan memvariasikan suhu, waktu dan konsentrasi katalis asam klorida. Reaksi konversi inulin dilakukan dalam ampul yang dipanaskan dalam oven. Hasil konversi 5% inulin menjadi asam levulinat pada pemanasan 150°C konsentrasi asam klorida 0,1 M selama 25 menit adalah 12,33% (b/b inulin). Pada pemanasan 170°C konsentrasi asam klorida 0,1 M selama 15 menit adalah 26,25% (b/b inulin), sedangkan pada pemanasan 150°C konsentrasi asam klorida 1 M selama 15 menit adalah 32,28% (b/b inulin). Hasil penelitian menunjukkan konsentrasi glukosa, asam levulinat dan asam formiat meningkat seiring dengan meningkatnya suhu reaksi, sedangkan konsentrasi fruktosa menurun dari 55,14 mg/mL menjadi 0,12 mg/mL. Semakin lama waktu reaksi dan semakin tinggi konsentrasi katalis asam klorida maka konsentrasi glukosa dan fruktosa semakin berkurang, sedangkan konsentrasi asam levulinat dan asam formiat semakin meningkat.

Kata Kunci: asam levulinat, Umbi dahlia (*Dahlia* sp. L), inulin

*Telp: +6281378467728

Email: elfina68@yahoo.com

PENDAHULUAN

Biomassa adalah material organik yang tersedia dalam jumlah banyak dan dapat didegradasi baik secara kimia maupun biologis (Kamm *et al.* 2006). Salah satu alternatifnya adalah mengolah biomassa menjadi *platform chemical* yang merupakan senyawa-senyawa yang bertindak sebagai prekursor (*building block*) bagi banyak senyawa kimia penting yang lebih bermanfaat dan memiliki nilai tambah seperti asam levulinat. Asam levulinat dapat digunakan dalam pembuatan berbagai senyawa kimia organik, polimer dan bermanfaat dalam industri farmasi (Bozell *et al.* 2000; Girisuta 2007). Asam levulinat diperoleh dari reaksi hidrolisis karbohidrat seperti selulosa, inulin dan pati menggunakan katalis asam pada suhu tinggi. Polimer gula ini akan terdegradasi menjadi monomernya kemudian terbentuk zat antara *hidroksi metil furfural* (HMF) dan selanjutnya asam levulinat (Girisuta 2007). Salah satu sumber derivat gula fruktosa adalah inulin yang berasal dari umbi tanaman dahlia dan belum dimanfaatkan secara optimal. Oleh karena itu, inulin berpotensi dikembangkan untuk memproduksi asam levulinat.

Penelitian ini diawali dengan ekstraksi inulin dari umbi dahlia yang diperoleh di daerah Sumatra Barat Desa Kamang Hilir Kecamatan Kamang Magek Kabupaten Agam, Bukittinggi. Ekstraksi umbi dahlia dilakukan dengan cara pemanasan pada suhu 80–90°C dan larutan inulin yang terbentuk diendapkan dengan alkohol dingin (Widowati *et al.* 2005). Menurut Robertfroid (2005) inulin hasil ekstraksi dari umbi dahlia memiliki derajat polimerisasi (DP) yang lebih rendah dibandingkan dengan inulin yang diisolasi dari bakteri. Inulin yang diekstraksi dari tanaman memiliki molekul linier dengan DP rata-rata 12, sedangkan inulin yang diisolasi dari bakteri memiliki rantai bercabang dan DP besar dari 1000. Selain itu, inulin lebih rentan mengalami hidrolisis oleh asam dibandingkan dengan karbohidrat lain seperti selulosa dan pati (Barklay *et al.* 2010). Oleh karena itu, inulin hasil ekstraksi dari umbi dahlia relatif lebih mudah dikonversi menjadi asam levulinat. Penelitian ini merupakan penelitian pendahuluan untuk mengkonversi inulin dari umbi dahlia menjadi asam levulinat. Katalis yang digunakan adalah asam klorida (HCl) dengan konsentrasi 0,01 M-1 M. Menurut Yan *et al.* (2008) Reaksi konversi tidak hanya dipengaruhi oleh katalis tetapi juga dipengaruhi oleh suhu dan waktu reaksi. Pada

penelitian ini suhu yang digunakan adalah 130-170°C, sedangkan waktu reaksi dari 5–30 menit.

Tujuan pada penelitian ini adalah ekstraksi inulin dari tanaman umbi dahlia, analisis pengaruh suhu reaksi, waktu reaksi, konsentrasi katalis terhadap konsentrasi glukosa, fruktosa, asam levulinat, asam formiat dan memberikan informasi awal proses produksi asam levulinat dari inulin hasil ekstraksi umbi dahlia menggunakan katalis asam klorida.

BAHAN DAN METODE

Bahan-bahan yang digunakan adalah umbi dahlia, etanol pa 96%, arang aktif, asam klorida (HCl), asam levulinat, asam formiat, glukosa, fruktosa, H₂SO₄, aquabides, air RO (*reverse osmosis*), reagen seliwanoff dan reagen Nelson-Somogyi.

Alat-alat yang digunakan adalah blender, oven, ayakan 100 mesh, termometer, *hot plate Cimarec Bornstead Thermolyne*, timbangan Kern ALJ-220-4, HPLC (Hitachi) yang terdiri dari: pompa L-2130, kolom asam organik Aminex HPX-87H, kolom oven L-2300, *auto sampler* L-2200, detektor refraktif indeks, alat penghilang gas (degasser) Elmasonic S 100H (Elma), penyaring Sartorius Sedim (Biotech) Gettingan Germany, sentrifus mikro, sentrifus IEC Centra CLt International Equipment Company, dan peralatan gelas yang biasa digunakan dalam penelitian.

Umbi dahlia dibersihkan dari tanah yang melekat, dikupas, dicuci, dipotong-potong kecil dan ditimbang. Potongan umbi diblender dengan penambahan air 1:2 (b/v), lalu dipanaskan pada penangas air hingga suhu 80–90°C, selama ±30 menit. Setelah dingin, campuran disaring dengan kain dan diambil filtratnya. Filtrat yang diperoleh diukur volumenya dan ditambahkan etanol 30% sebanyak 40% dari total volume filtrat. Larutan disimpan dalam *freezer* pada suhu ±-4°C selama 18 jam, untuk mengendapkan inulin. Endapan yang terbentuk dikeluarkan dan dibiarkan pada suhu ruang selama ±2 jam. Setelah endapan mencair lalu disentrifugasi 1500 rpm selama 15 menit, sehingga diperoleh endapan inulin. Endapan inulin selanjutnya ditambahkan kembali air dengan perbandingan 1:2 (b/v), kemudian dipanaskan pada penangas air hingga suhu 60–70°C selama ±30 menit. Ke dalam larutan ini ditambahkan karbon aktif sebanyak

1–2% (b/v). Selanjutnya larutan disaring, diukur volumenya dan filtrat yang diperoleh ditambahkan kembali etanol 30% sebanyak 40% dari total volume filtrat, lalu didinginkan dalam *freezer* selama ± 18 jam. Setelah pendinginan tahap II ini, endapan yang terbentuk dikeluarkan dan dicairkan pada suhu ruang ± 2 jam, kemudian disentrifugasi 1500 rpm selama 15 menit. Hasil berupa endapan putih inulin hasil ekstraksi. Endapan ini dikeringkan di udara terbuka, sehingga diperoleh tepung inulin. Selanjutnya inulin kasar yang diperoleh diuji dengan reagen selivanof untuk memastikan adanya gula fruktosa dan Nelson Somogyi untuk memastikan adanya gula pereduksi.

Variasi Suhu Reaksi. Larutan induk substrat inulin dibuat dengan perbandingan zat padat dan zat cair 1:20 (5% substrat) dengan cara melarutkan 1 g inulin dalam 20 mL larutan katalis. Konsentrasi larutan katalis asam klorida dibuat konstan yaitu 0,1 M. Sebanyak 5 buah ampul diisi dengan ± 1 mL larutan substrat. Ujung ampul dibakar sampai tertutup rapat. Masing-masing ampul dipanaskan dalam oven pada variasi suhu yaitu : 130; 140; 150; 160 dan 170°C selama 15 menit. Setiap ampul yang dikeluarkan dicelupkan ke dalam air es untuk menghentikan reaksi. Larutan dikeluarkan dari ampul, dipindahkan ke dalam ependorf dan disimpan dalam pendingin untuk selanjutnya dianalisis dengan HPLC. Larutan sampel sebanyak 200 μ L dimasukkan dalam *micro tube* dan diencerkan dengan menambahkan 1800 μ L air RO (reverse osmosis). Larutan disentifus dengan kecepatan 13000 rpm selama 15 menit. Sebanyak 400 μ L larutan supernatan dipipet ke dalam botol vial kemudian diinjeksikan ke dalam HPLC. Konsentrasi masing-masing sampel dihitung dengan membandingkan luas area yang diperoleh pada kromatogram HPLC dengan kurva standar dari setiap senyawa glukosa, fruktosa, asam levulinat dan asam formiat.

Variasi Waktu Reaksi. Larutan induk substrat inulin dibuat dengan perbandingan zat padat dan zat cair 1:20 dengan cara melarutkan 1 g inulin dalam 20 mL larutan katalis. Konsentrasi larutan katalis asam klorida dibuat konstan yakni 0,1 M. Sebanyak 7 ampul diisi dengan ± 1 mL larutan substrat. Ujung ampul dibakar sampai tertutup rapat. Masing-masing ampul dipanaskan dalam oven pada suhu 150°C. Setiap ampul dikeluarkan setiap variasi waktu 5; 7; 10; 15; 20; 25 dan 30 menit. Setiap ampul

yang dikeluarkan dicelupkan ke dalam air es untuk menghentikan reaksi. Larutan dikeluarkan dari ampul, dipindahkan ke dalam ependorf dan disimpan dalam pendingin untuk selanjutnya dianalisis dengan HPLC. Larutan sampel sebanyak 200 μ L dimasukkan dalam *micro tube* dan diencerkan dengan menambahkan 1800 μ L air RO (reverse osmosis). Larutan disentifus dengan kecepatan 13000 rpm selama 15 menit. Sebanyak 400 μ L larutan supernatan dipipet ke dalam botol vial kemudian diinjeksikan ke dalam HPLC. Konsentrasi masing-masing sampel dihitung dengan membandingkan luas area yang diperoleh pada kromatogram HPLC dengan kurva standar dari setiap senyawa glukosa, fruktosa, asam levulinat dan asam formiat.

Variasi Konsentrasi Katalis Asam Klorida. Larutan induk substrat inulin dibuat dengan perbandingan zat padat dan zat cair 1:20 dengan melarutkan 0,2 g inulin ke dalam 4 mL masing-masing larutan katalis asam klorida. Konsentrasi larutan katalis asam klorida dibuat dengan variasi sebagai berikut: 0,01; 0,05; 0,1; 0,5 dan 1 M. Sebanyak 5 ampul diisi dengan masing-masing ± 1 mL larutan substrat. Ujung ampul dibakar sampai tertutup rapat. Masing-masing ampul dipanaskan dalam oven pada suhu 150°C selama 15 menit. Setiap ampul yang dikeluarkan dicelupkan ke dalam air es untuk menghentikan reaksi. Larutan dikeluarkan dari ampul, dipindahkan ke dalam ependorf dan disimpan dalam pendingin untuk selanjutnya dianalisis dengan HPLC. Larutan sampel sebanyak 200 μ L dimasukkan dalam *micro tube* dan diencerkan dengan menambahkan 1800 μ L air RO (reverse osmosis). Larutan disentifus dengan kecepatan 13000 rpm selama 15 menit. Sebanyak 400 μ L larutan supernatan dipipet ke dalam botol vial kemudian diinjeksikan ke dalam HPLC. Konsentrasi masing-masing sampel dihitung dengan membandingkan luas area yang diperoleh pada kromatogram HPLC dengan kurva standar dari setiap senyawa glukosa, fruktosa, asam levulinat, dan asam formiat.

Data dari hasil uji kualitatif inulin disajikan dalam bentuk tabel. Larutan hasil reaksi konversi inulin pada variasi suhu, waktu dan konsentrasi katalis asam klorida disajikan dalam bentuk foto. Analisis pengaruh variasi suhu, waktu dan konsentrasi katalis asam klorida disajikan dalam bentuk grafik dan diagram. Penentuan konsentrasi asam levulinat sebagai berikut:

$$\text{Kadar asam levulina (\%)} = \frac{\text{Konsentrasi asam levulinat hasil reaksi } \left(\frac{\text{mg}}{\text{mL}}\right)}{\text{Konsentrasi inulin } \left(\frac{\text{mg}}{\text{mL}}\right)} \times 100\%$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ekstraksi dari 100 g umbi dahlia menghasilkan tepung inulin sebanyak 4% berat basah. Inulin diperoleh dengan cara pemanasan parutan umbi dahlia dengan air 1:2 (b/v), suhu 80–90°C selama 30 menit. Pemanasan bertujuan untuk melarutkan inulin yang terkandung di dalam umbi karena inulin bersifat larut dalam air panas dan hanya sedikit larut dalam air dingin atau alkohol (Hariono *et al.* 2009) bahkan dalam air yang bersuhu 55°C jumlah inulin yang larut hanya 5% (Simanjuntak *et al.* 2004). Parutan umbi yang telah dingin disaring dan diperoleh filtrat berwarna coklat gelap. Warna yang terbentuk pada larutan inulin ini terjadi karena adanya reaksi Maillard. Reaksi Maillard adalah reaksi antara karbohidrat (khususnya gula pereduksi) dengan gugus amina primer yang menghasilkan warna coklat. Proses pencoklatan dapat disebabkan karena substrat, enzim, suhu dan waktu. Gula-gula nonreduksi (seperti sukrosa) tidak bereaksi dengan protein pada suhu rendah, tetapi pada suhu tinggi terjadi pemecahan ikatan glikosidik dari sukrosa yang menghasilkan glukosa dan fruktosa. Glukosa dan fruktosa tersebut memiliki sifat pereduksi sehingga dapat melangsungkan reaksi Maillard (Widowati *et al.* 2005). Sedangkan sukrosa tidak memiliki sifat pereduksi (Winarno 1997).

Etanol digunakan sebagai pelarut karena lebih selektif, netral dan dapat bercampur dengan air. Disamping itu, selain dapat mengendapkan inulin dari larutan, etanol juga dapat menyebabkan protein dan zat-zat warna ikut terekstrak. Filtrat yang telah dipresipitasi dengan etanol, disimpan pada suhu rendah. Menurut Rahayuningsih dan Purnawati (1993) bila larutan tersebut disimpan pada suhu rendah $\pm -4^\circ\text{C}$ selama 18 jam, akan membentuk endapan putih yang disebut sebagai inulin. Untuk memisahkan endapan tersebut, filtrat yang telah dipresipitasi dan didinginkan, dibiarkan mencair pada suhu ruang selama

± 2 jam kemudian disentrifugasi. Endapan hasil sentrifus ini berwarna putih kecoklatan (inulin).

Endapan kemudian dipanaskan kembali dengan air 1:2 (b/v), suhu 60–70°C selama 30 menit. Pemanasan ulang bertujuan agar inulin dapat terlarut kembali dalam air serta dapat mendenaturasi protein yang dapat menyebabkan reaksi pencoklatan (*browning*). Setelah proses pemanasan ulang, larutan inulin ditambahkan arang aktif yang berfungsi sebagai *bleaching agent* untuk mengurangi warna coklat yang terbentuk. Pada penelitian yang dilakukan oleh Andyani (2001), penambahan arang aktif sebanyak 1–2% (b/v) mempengaruhi perbedaan penampakan warna inulin. Inulin yang diekstraksi dengan penambahan arang aktif berwarna lebih putih daripada inulin yang tidak ditambahkan arang aktif. Hal ini karena pada saat pemucatan semua komponen warna seperti tannin, serta komponen karbonil yang sangat berperan dalam reaksi pencoklatan (*browning*) terikat dalam arang aktif, sehingga komponen pemberi warna dalam larutan dapat diminimalisir (Andyani 2001). Setelah arang aktif ditambahkan, larutan didinginkan, kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh ditambahkan etanol 30% sebanyak 40% dari total volume filtrat dan didinginkan kembali. Proses pemisahan inulin dengan cara sentrifugasi diulangi kembali sehingga didapat endapan yang lebih bersih (inulin hasil ekstraksi). Endapan ini kemudian dikeringkan di udara terbuka lalu dihaluskan sampai berbentuk bubuk.

Inulin yang dihasilkan dari proses ekstraksi umbi dahlia berwarna putih abu-abu. Pada tepung inulin dilakukan uji Seliwanoff dan Nelson-Somogyi (Tabel 1). Berdasarkan uji Seliwanoff terhadap inulin hasil ekstraksi umbi dahlia memperlihatkan perubahan warna yang begitu cepat dari bening menjadi merah bata setelah dipanaskan dalam air mendidih. Hal ini mengindikasikan bahwa inulin yang diekstraksi dari umbi dahlia pada penelitian ini adalah

Tabel 1 Uji Seliwanoff dan Nelson-Somogyi tepung inulin

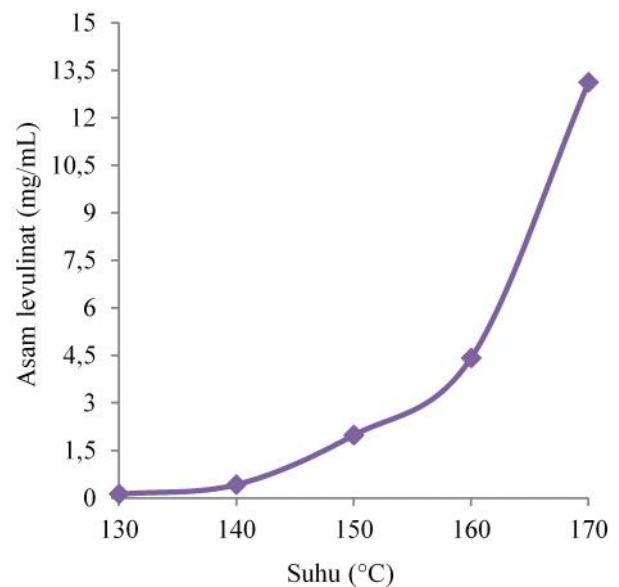
Jenis uji	Warna larutan inulin	Warna inulin + reagen	Hasil uji
Seliwanoff	Bening	Merah jingga	Fruktosa (+)
Nelson-Somogyi	Bening	Biru	Gula pereduksi (+)

positif merupakan polifruktosa. Pada penentuan gula reduksi dengan metode Nelson-Somogyi dilakukan dengan menambahkan reagen Nelson-Somogyi dan dipanaskan dalam air mendidih selama 20 menit memberikan warna merah bata, kemudian ditambahkan reagen Arsenomolibdat membentuk kompleks *molibden blue* yang berwarna biru. Hal ini mengindikasikan bahwa inulin yang diekstraksi dari umbi dahlia positif mengandung gula-gula pereduksi.

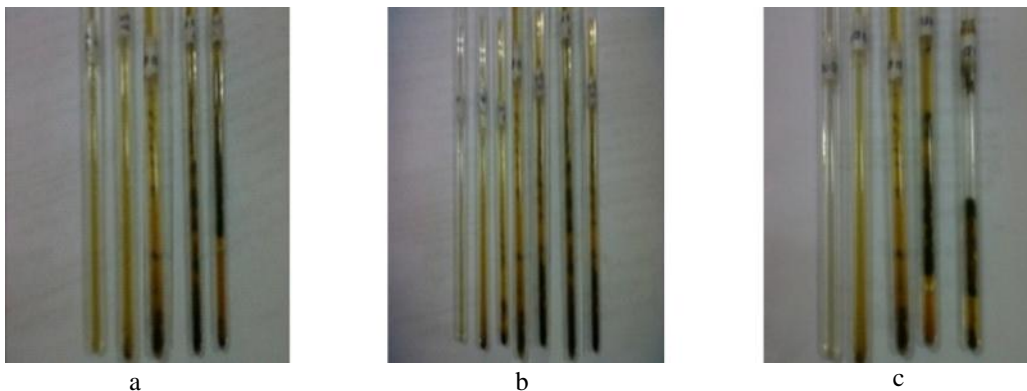
Produksi asam levulinat dilakukan dengan mengkonversi inulin menggunakan HCl pada variasi suhu, waktu dan konsentrasi katalis asam klorida. Analisis HPLC dilakukan terhadap larutan hasil konversi inulin yang menghasilkan glukosa, fruktosa, HMF, asam formiat dan asam levulinat. Tepung inulin yang dipanaskan dalam oven pada variasi suhu, waktu dan konsentrasi katalis asam klorida dapat dilihat pada Gambar 1. Berdasarkan gambar tersebut semakin tinggi suhu, waktu dan konsentrasi katalis asam klorida maka larutan yang semula berwarna putih keabuan akan berubah menjadi kuning muda. Warna kuning akan berubah menjadi lebih pekat mendekati orange dan semakin pekat lagi menjadi kecoklatan yang disertai dengan terbentuknya endapan hitam (humin).

Variasi Suhu Reaksi. Suhu merupakan salah satu faktor yang penting untuk mengkonversi senyawa-senyawa yang berasal dari biomassa menjadi asam levulinat (Yan *et al.* 2008). Semakin tinggi suhu maka konversi akan semakin besar pula. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi suhu reaksi maka gerakan molekul-molekul substrat akan semakin kuat, sehingga tumbukan sering terjadi dan kecepatan reaksi pun semakin cepat.

Girisuta (2007) melaporkan bahwa suhu reaksi produksi asam levulinat dari bahan baku fruktosa berkisar antara 100–162°C, namun berdasarkan pengamatan awal penelitian ini, pada suhu 100–120°C tidak terjadi reaksi di dalam ampul (perubahan warna) sehingga variasi suhu dimulai dari 130–170°C. Pengaruh variasi suhu reaksi dari 130–170°C selama 15 menit dan konsentrasi asam klorida 0,1 M terhadap senyawa asam levulinat pada Gambar 2. Berdasarkan Gambar 2, pada suhu 140°C konsentrasi asam levulinat yang diperoleh masih sangat sedikit. Hal ini disebabkan karena pada waktu reaksi 15 menit, fruktosa hasil hidrolisis baru terkonversi menjadi HMF dan masih sedikit sekali yang terkonversi menjadi asam levulinat.



Gambar 2 Hasil konversi inulin menjadi asam levulinat setelah pemanasan pada variasi suhu reaksi

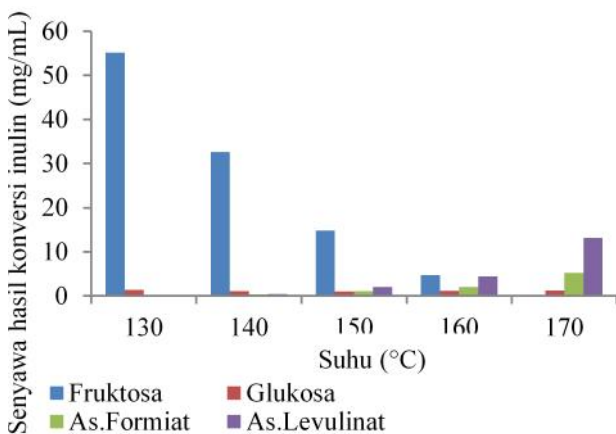


Gambar 1 a. Pemanasan sampel selama 15 menit dengan konsentrasi HCl 0,1 M pada variasi suhu reaksi (kiri ke kanan: 130, 140, 150, 160, dan 170°C). b. Pemanasan sampel pada suhu 150°C dengan konsentrasi HCl 0,1 M pada variasi waktu reaksi (kiri ke kanan: 5, 7, 10, 15, 20, 25 dan 30 menit). c. Pemanasan sampel pada suhu 150°C selama 15 menit pada variasi konsentrasi asam klorida (kiri ke kanan: 0,01; 0,05; 0,1; 0,5; 1 M).

Namun, pada suhu reaksi 150°C dianggap memberikan energi yang cukup untuk mengkonversi HMF menjadi asam levulinat. Konsentrasi asam levulinat yang diperoleh dari suhu 140–170°C berkisar antara 0,85% hingga 26%. Perolehan konsentrasi asam levulinat tersebut dianggap masih rendah. Jika suhu dinaikkan di atas 170°C kemungkinan perolehan konsentrasi asam levulinat akan terus meningkat. Akan tetapi, karena keterbatasan peneliti suhu reaksi tertinggi yang digunakan untuk memproduksi asam levulinat pada penelitian ini hanya sampai 170°C. Pengaruh suhu reaksi terhadap konsentrasi masing-masing senyawa glukosa, fruktosa, asam levulinat, dan asam formiat dapat dilihat pada Gambar 3.

Variasi Waktu Reaksi. Semakin lama waktu reaksi, maka reaksi konversi semakin tinggi. Semakin lama waktu reaksi, maka akan meningkatkan konversi fruktosa dan glukosa menjadi asam levulinat dan asam formiat. Peningkatan ini terjadi karena kesempatan bertumbukan antara molekul-molekul zat pereaksi semakin besar. Namun, pada waktu tertentu bertambahnya waktu reaksi tidak lagi menyebabkan kenaikan hasil asam levulinat yang signifikan bahkan waktu yang terlalu lama dapat menyebabkan terjadinya reaksi sampingan seperti degradasi produk (Yan *et al.* 2008).

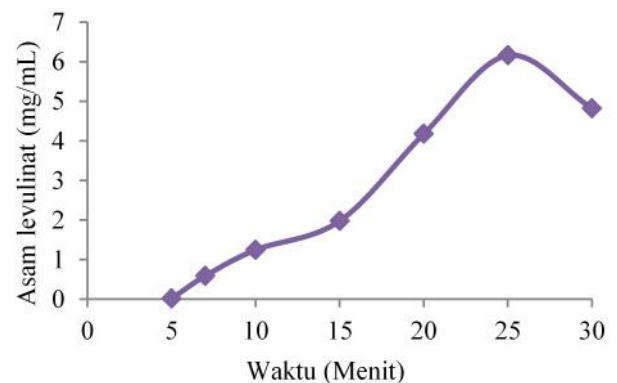
Amarasekara *et al.* (2008) melaporkan bahwa waktu reaksi untuk memproduksi HMF adalah 0-35 menit, namun berdasarkan pengamatan awal penelitian ini waktu 0-4 menit tidak terjadi reaksi di dalam ampul (perubahan warna). Oleh karena itu, dilakukan variasi waktu 5–30 menit. Pengaruh



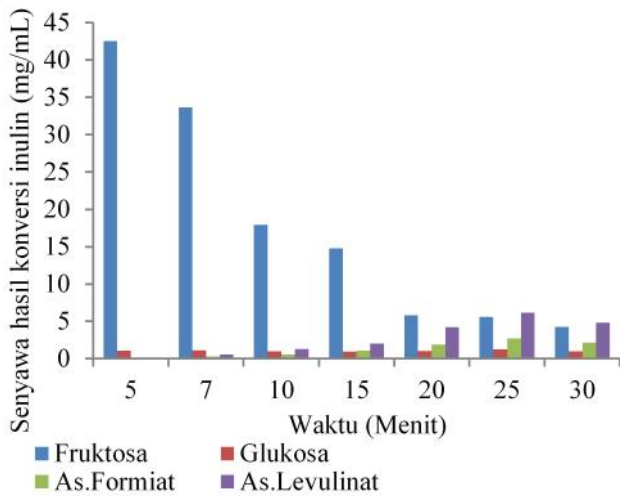
Gambar 3 Diagram konsentrasi masing-masing senyawa hasil konversi inulin pada variasi suhu reaksi selama 15 menit dengan konsentrasi HCl 0,1 M

variasi waktu reaksi dari 5–30 menit dengan konsentrasi asam klorida 0,1 M dan suhu 150°C terhadap masing-masing senyawa asam levulinat pada Gambar 4. Berdasarkan Gambar 4, waktu reaksi 5 menit, suhu 150°C konsentrasi asam levulinat yang diperoleh sebesar 0,06%. Hal ini menunjukkan bahwa selama waktu 5 menit, kemungkinan inulin telah terhidrolisis menjadi monomernya yaitu fruktosa dan glukosa, bahkan fruktosa telah ada yang terkonversi menjadi HMF. Hal ini disebabkan karena fruktosa lebih cepat terkonversi menjadi HMF daripada glukosa (Nguyen 2008). Menurut Barklay *et al.* (2010), inulin apabila dihidrolisis dengan air atau asam akan mengalami pemotongan pada ikatan glikosidik. Ikatan glukosa-fruktosa inulin 4–5 kali lebih tahan terhadap hidrolisis asam daripada ikatan fruktosa-fruktosa, sehingga fruktosa lebih dahulu lepas daripada glukosa. Selain itu, bila dibandingkan dengan stabilitas glukosa, fruktosa 40 kali lebih rentan terhadap degradasi asam encer pada suhu tinggi dan hampir 90% degradasi fruktosa menghasilkan HMF, asam levulinat dan asam formiat. Konsentrasi asam levulinat maksimum diperoleh pada waktu reaksi 25 menit yaitu sebesar 12,33%, sedangkan waktu reaksi 30 menit perolehan konsentrasi asam levulinat menurun menjadi 9,6%. Pengaruh waktu reaksi terhadap konsentrasi masing-masing senyawa glukosa, fruktosa, asam levulinat dan asam formiat dapat dilihat pada Gambar 5.

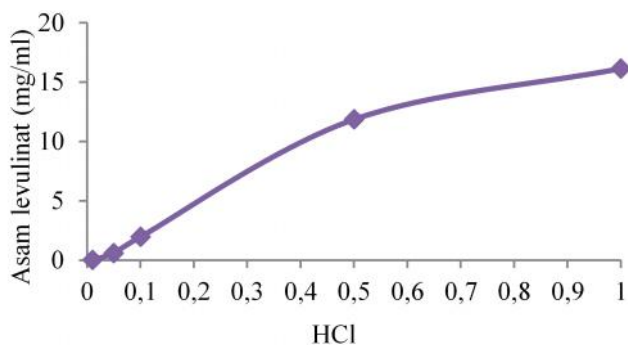
Variasi Konsentrasi Katalis Asam Klorida. Faktor berikutnya yang mempengaruhi reaksi adalah katalis. Katalis memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat atau reaksi dapat berlangsung pada suhu lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi. Katalis mengurangi energi yang dibutuhkan untuk berlangsungnya



Gambar 4 Hasil konversi inulin menjadi asam levulinat pada variasi waktu reaksi



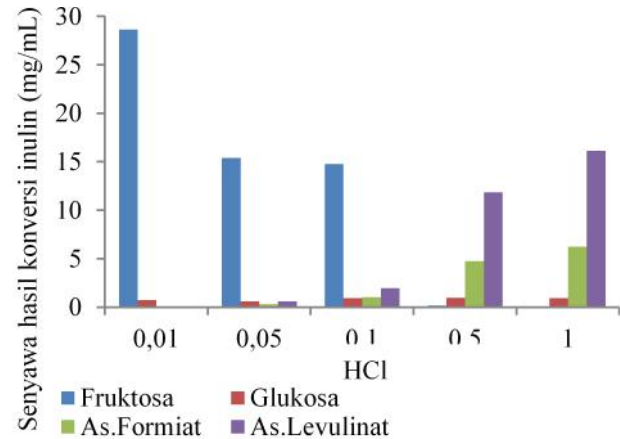
Gambar 5 Diagram konsentrasi masing-masing senyawa hasil konversi inulin pada variasi waktu reaksi dengan pemanasan 150°C konsentrasi HCl 0,1 M



Gambar 6 Hasil konversi inulin menjadi asam levulinat pada variasi konsentrasi asam klorida

reaksi. Pada konversi glukosa dan fruktosa menjadi asam levulinat dan asam formiat, adanya katalis akan memberikan energi pengaktifan yang lebih rendah bila dibandingkan tanpa katalis, dengan adanya katalis akan meningkatkan laju reaksi. Katalis melakukan fungsinya dengan cara membentuk ikatan dengan reaktan-reaktan dan membiarkannya bereaksi membentuk produk, kemudian produk berpisah dari katalis dan meninggalkannya tanpa perubahan untuk digunakan pada reaksi berikutnya.

Pada penelitian ini katalis yang digunakan adalah asam klorida (HCl). Pemilihan HCl sebagai katalis berdasarkan pada kajian literatur yang melaporkan bahwa produksi asam levulinat dari berbagai sumber biomassa menghasilkan *yield* yang tinggi (40-50%) jika dibandingkan dengan katalis asam yang lain ($\leq 5\%$) (Girisuta 2007). Menurut Tabaranko *et al.* (2006) dan Yan *et al.* (2008)



Gambar 7 Diagram konsentrasi masing-masing senyawa hasil konversi inulin pada variasi konsentrasi asam klorida selama 15 menit pada suhu 150°C

konsentrasi katalis yang diperlukan untuk memproduksi asam levulinat berkisar antara 0,01 M-1 M. Pengaruh variasi konsentrasi asam klorida dari 0,01-1 M selama 15 menit pada suhu 150°C terhadap senyawa asam levulinat hasil konversi inulin pada Gambar 6. Berdasarkan Gambar 6, semakin tinggi konsentrasi asam klorida maka konsentrasi asam levulinat yang dihasilkan semakin meningkat. Hal ini disebabkan karena semakin tingginya konsentrasi H^+ dalam larutan, maka akan semakin sering terjadi kontak dengan substrat sehingga substrat akan bereaksi dengan cepat menghasilkan produk akhir asam levulinat dan produk samping asam formiat. Perolehan konsentrasi asam levulinat meningkat dari konsentrasi asam 0,01 M-1 M. Hal ini dapat disimpulkan bahwa dengan substrat inulin 5% selama 15 menit dan suhu reaksi 150°C konsentrasi asam levulinat mencapai maksimum pada konsentrasi asam klorida 1 M. Pengaruh konsentrasi asam klorida terhadap konsentrasi masing-masing senyawa glukosa, fruktosa, asam levulinat dan asam formiat dapat dilihat pada Gambar 7.

SIMPULAN

Kadar inulin yang diperoleh dari 100 g umbi dahlia segar sebesar 4% (b/b umbi dahlia). Kadar asam levulinat yang diperoleh menggunakan substrat inulin 5% pada pemanasan 150°C konsentrasi asam klorida 0,1 M selama 25 menit adalah 12,33% (b/b inulin). Pada pemanasan 170°C konsentrasi asam klorida 0,1 M selama 15 menit adalah 26,25% (b/b inulin), sedangkan pada pemanasan 150°C

konsentrasi asam klorida 1 M selama 15 menit adalah 32,28% (b/b inulin). Produksi asam levulinat sangat dipengaruhi oleh faktor suhu dan konsentrasi asam klorida.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Bapak Prof. Dr. Saryono, M.Si dan Bapak Prof. Dr. Amir Awaluddin, M.Si atas dana yang diberikan dalam penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

- Amarasekara, A.S., William, L.D & Ebede, C.C.** 2008. Mechanism of the dehydration of d-fructose to 5-hydroxymethylfurfural in dimethyl sulfoxide at 150°C: an nmr study. *Carbohydrate Research* **343(18)**: 3021–3024.
- Andyani, N.F.** 2001. Produksi sirup fruktosa dari inulin *dahlia pinnata cav.* secara hidrolisis asam. *Skripsi*. Jurusan Teknologi Industri Pertanian. FATETA-IPB.
- Barklay, T., Markovic, M.G., Cooper, P & Pertovsky, N.** 2010. Inulin-A versatile polysaccharide with multiple pharmaceutical and food chemical uses. *J Excipient and Food Chem* **1(3)**: 27–50.
- Bozell, J.J., Moens, L., Wang, Y., Neuenswander, G.G., Fitzpatrick, S.W., Bilski, R.J & Jarnefeld, J.L.** 2000. The Use of Renewable Feedstocks for the Production of Chemicals and Materials. *National Renewable Energy Laboratory 1617 Cole Boulevard Golden, CO 80401*.
- Girisuta, B.** 2007. *Levulinic Acid from Lignocellulosic Biomass*. University of Groningen. ISBN 978-90-367-3228-4.
- Hariono, M., Akbar, M.F., Sularsih, I., Najihah, L., Purwadi, S & Nugrahani, A.W.** 2009. Extraction, identification and acetylation of inulin from Dahlia tuber (*dahlia pinata cav.*). *The 9th National Symposium on Polymeric Materials NSPM*.
- Kamm, B., Kamm, M., Gruber, P.R & Kromus, S.** 2006. Biorefinery Systems-An Overview. In *Biorefineries-Industrial Processes and Products: Status Quo and Future Directions Volume 1*. Wiley-VCH : Weinheim.
- Nguyen, S.K.** 2008. Hydrolytic Methods for the Quantification of Fructose-Equivalents in Herbaceous Biomass. *Tesis*. Oregon State University.
- Rahayuningsih, M & R. Purnawati.** 1993. *Perbaikan Konversi Mikrobial Inulin menjadi Fruktosa*. di dalam Susdiana, Y. 1997. Ekstraksi dan karakterisasi inulin dari umbi dahlia (*Dahlia pinnata Cav*). *Skripsi, unpublished*. Fakultas Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor.
- Robertfroid, M.B.** 2005. Introducing inulin-type fructans. *British Journal of Nutrition* **93(1)**: S13–S25.
- Simanjuntak., Rachmat & Rosalinda, J.N.** 2004. Tumbuhan indonesia sebagai sumber inulin. pusat penelitian bioteknologi-LIPI. *alchemy*. **3(1)**: 8–14.
- Tabarangko, V.E., Chernyak, M.YU., Nepomnyashchiy & Smirnova, M.A.** 2006. High Temperature 5-Hydroxymethylfurfural Synthesis in Flow Reactor. *Chemistry of Sustainable Development* **(14)**: 49–53.
- Widowati, Sunarti, T.C & Zaharani, A.** 2005. Ekstraksi, karakterisasi dan kajian potensi inulin dari umbi dahlia (*Dahlia pinnata L.*). *Makalah Seminar Rutin Puslitbang Tanaman Pangan*, Bogor, 16 Juni 2005.
- Winarno, F.G.** 1997. *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta : PT. Gramedia Pustaka Utama.
- Yan, L., Yang, Naikun, Pang, H. & Liao, B.** 2008. Production of Levulinic Acid from Bagasse and Paddy Straw by Liquefaction in the Presence of Hydrochloride Acid. *Research Article. Department of Chemical Physics, Hefei National Laboratory for Physical Science at Microscale, University of Science and Technology of China, Hefei, P. R. China* **36(2)**: 158–163.