

## Research Article

## Penentuan pH dan Suhu Optimum Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

*Determination of Optimum Isomerization pH and Temperature of Fructose Syrup Production from Onggok Hydrolyzate using Mg/Al Catalyst*

**Keryanti<sup>1\*</sup>, Ayu Ratna Permanasari<sup>1</sup>, Resti Nurul Hidayah<sup>1</sup>, Rizkiya Hasanah<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Politeknik Negeri Bandung, Jurusan Teknik Kimia, Indonesia

\*correspondence email: [keryanti@polban.ac.id](mailto:keryanti@polban.ac.id)

Received: 25 August 2021;

Revised: 31 January 2022;

Accepted: 12 February 2022;

doi: [10.25273/cheesa.v5i1.10243.1-12](https://doi.org/10.25273/cheesa.v5i1.10243.1-12)

### Abstrak

Onggok merupakan limbah padat yang dihasilkan dari industri tepung tapioka yang masih mengandung karbohidrat dalam bentuk pati sebesar 70,37%, amilosa 17,22% dan amilopektin 53,15%. Onggok berpotensi untuk diolah menjadi sirup fruktosa melalui proses hidrolisis pati yang dilanjutkan dengan isomerisasi gula hidrolisat. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan pH dan suhu optimum isomerisasi pembuatan sirup fruktosa dari hidrolisat onggok melalui eksperimen dan analisis *Response Surface Methodology (RSM)*. Proses hidrolisis untuk memecah pati menjadi glukosa dilakukan secara enzimatis, sedangkan isomerisasi untuk mengubah glukosa menjadi fruktosa dilakukan menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al yang disintesis sendiri. Variasi pH dan suhu isomerisasi ditentukan menggunakan desain eksperimen RSM. Dari percobaan didapatkan bahwa kondisi optimum isomerisasi yaitu pada pH 7 dan suhu 120 °C dengan *yield* sebesar 36,19% dan selektivitas sebesar 25,88%. Selanjutnya, melalui *contour plot* dan *surface plot* dari analisis RSM dapat diprediksi bahwa *yield* dan selektivitas fruktosa dapat mencapai masing-masing sebesar 17,87% dan 35,07% pada pH 6,58 dan suhu 126,2 °C.

**Kata kunci:** hidrotalsit Mg/Al; isomerisasi; metode permukaan respon; onggok; sirup fruktosa

### Abstract

Onggok is a solid waste produced from the tapioca flour industry which still contains carbohydrates in the form of starch of 70.37% with amylose 17.22% and amylopectin 53.15%. Because of the starch content, onggok is still possible to be processed into fructose syrup through a hydrolysis process followed by the isomerization of sugar. This study aims to determine the optimum pH and temperature isomerization to obtain the highest yield and selectivity of fructose syrup production from onggok hydrolyzate based on the experiment and the analysis of *Response Surface Methodology (RSM)*. The hydrolysis process breaks down starch into simpler monomers such as glucose, which is carried out by enzymatically, while the isomerization process to convert glucose into fructose is carried out using hydrotalcite Mg/Al catalyst. Variation of pH and temperature isomerization is given by using response surface experimental design. From the experiment it was found that the optimum condition of isomerization is produced at pH 7 and temperature 120 °C with a yield of 36.19% and selectivity of 25.88%. Furthermore, through *contour plot* and *surface plot* of RSM it can be predicted that the yield and selectivity of fructose can reach 17.87% and 35.07% at pH 6.58 and 126 °C respectively.

**Keywords:** fructose syrup; hydrotalcite Mg/Al; isomerization; onggok; response surface methodology

## Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

### 1. Pendahuluan

Industri tepung tapioka menghasilkan limbah padat atau biasa disebut dengan onggok sebesar 2/3 bagian dari ubi kayu yang diolah menjadi tepung [1]. Onggok dalam keadaan kering maupun basah mengeluarkan bau yang tidak sedap sehingga dapat berpotensi menjadi polutan yang dapat menimbulkan masalah di lingkungan sekitar industri [2]. Onggok mengandung karbohidrat dalam bentuk pati sebesar 76,06% dengan kadar amilosa 15,84% dan kadar amilopektin 60,12% yang dapat dihidrolisis menjadi gula [3].

Gula rafinasi pada industri makanan, minuman, dan farmasi di Indonesia akan mengalami peningkatan dan pada tahun 2024 kebutuhan gula rafinasi diperkirakan sebesar 4.196.528 ton/tahun [4]. Menurut data dari Kementerian Perindustrian [5], Indonesia telah mengalokasikan gula rafinasi sebesar 3,1 juta ton per tahun 2021 untuk kebutuhan industri makanan dan minuman dengan mengimpor 1,9 juta ton gula rafinasi untuk memenuhi kebutuhan gula rafinasi di semester pertama tahun 2021. Gula rafinasi yang diproduksi umumnya adalah gula sukrosa dan sirup jagung tinggi fruktosa (HFCS/*high fructose corn syrup*).

Fruktosa adalah bahan pemanis yang banyak digunakan dalam industri pangan khususnya dalam pembuatan minuman kemasan karena fruktosa memiliki tingkat kemanisan 1,8 kali lebih tinggi dibandingkan dengan gula pasir. Selain itu, fruktosa mempunyai kestabilan yang lebih baik [6]. Pada umumnya pembuatan sirup fruktosa dilakukan dari bahan yang mengandung pati dengan proses isomerisasi. Proses isomerisasi bisa dilakukan dengan katalis berupa hidrotalsit Mg/Al [3,6,7], enzim glukoisomerisasi

[3,8,9], zeolit [10], dan resin penukar kation [11,12].

Proses isomerisasi merupakan reaksi reversibel sehingga akan dipengaruhi oleh kondisi operasi seperti pH, suhu, waktu dan penggunaan katalis [3]. Pada penelitian ini proses isomerisasi dilakukan dengan menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al, karena pada penggunaan hidrotalsit Mg/Al waktu reaksi yang terjadi lebih cepat, rentang suhu yang digunakan dapat lebih banyak, masa pakai katalis lebih lama, dan menghasilkan pengotor lebih sedikit [3,6]. Menurut Permanasari *dkk.* [3], proses isomerisasi menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al menghasilkan konsentrasi fruktosa lebih tinggi daripada isomerisasi menggunakan enzim atau biokatalis.

Sintesis hidrotalsit Mg/Al umumnya menggunakan metode kopresipitasi yaitu pengendapan garam anorganik dalam media alkali baik pada pH konstan maupun pH yang meningkat. Morfologi dan distribusi ukuran partikel bergantung pada supersaturasi dari sintesis larutan. Biasanya supersaturasi dicapai dengan evaporasi (metode fisik) atau variasi pH (metode kimia) [13]. Metode kopresipitasi memiliki beberapa kelebihan seperti dapat dilakukan pada suhu kamar (25 °C), peralatan yang digunakan cukup sederhana, lebih ekonomis, dan rendemen yang dihasilkan lebih memadai [14].

Pada penelitian Yu *dkk.* [6], diamati pengaruh temperatur isomerisasi glukosa menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al. Pada penelitian tersebut diperoleh *yield* fruktosa tertinggi sebesar 34,6% pada suhu 80 °C, tetapi tidak diamati pengaruh pH. Pada penelitian Permanasari *dkk.* [3], dilakukan perbandingan isomerisasi gula hidrolisat dari onggok dengan menggunakan enzim glukoisomerase dan katalis hidrotalsit Mg/Al. Penelitian

## Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

tersebut menghasilkan produktivitas isomerisasi fruktosa tertinggi sebesar 39,287 g/L.jam menggunakan hidrotalsit Mg/Al dan menghasilkan *yield* isomerisasi fruktosa tertinggi pada isomerisasi menggunakan enzim glukoisomerase sebesar 6,18%. Menurut Li *dkk.* [7], proses isomerisasi termasuk ke dalam reaksi endoterm, sehingga *equilibrium yield* fruktosa meningkat seiring meningkatnya suhu reaksi dan dari hasil penelitiannya didapatkan bahwa proses isomerisasi berjalan lebih baik pada suhu >80 °C. Sementara pada penelitian Yu *dkk.* [6], isomerisasi glukosa dilakukan pada suhu operasi variasi 70 – 110°C selama 5 jam, *yield* fruktosa tertinggi didapatkan sebesar 34,6% pada suhu operasi 80°C. Seiring meningkatnya suhu operasi, konversi glukosa akan semakin tinggi tetapi akan menurunkan selektivitas fruktosa karena terdapat degradasi produk samping yang menyebabkan *yield* fruktosa dihasilkan mengalami penurunan [6,15].

Peningkatan pH sejalan dengan munculnya asam laktat sebagai *by-product* yang akan menghilangkan  $Mg^{2+}$  pada katalis. Munculnya asam laktat ini akan menghalangi bagian permukaan katalis sehingga menutupi sisi aktif katalis, akibatnya terjadi penurunan selektivitas fruktosa yang terbentuk [16]. Dari isomerisasi yang dilakukan menggunakan substrat lignoselulosa didapatkan hasil bahwa proses isomerisasi yang dilakukan pada pH asam (pH=2) dapat menghilangkan aktivitas katalis hidrotalsit, karena anion dalam struktur hidrotalsit yaitu ion  $OH^-$  ternetralisis oleh ion  $H^+$  dari asam sulfat sehingga dapat menurunkan konversi glukosa yang terjadi [15].

Proses isomerisasi hidrolisat onggok menggunakan hidrotalsit Mg/Al sudah pernah dilakukan sebelumnya oleh

Permanasari *dkk.* [3], tetapi belum mempertimbangkan adanya pengaruh suhu dan pH terhadap kondisi operasi proses isomerisasi. Penelitian ini dilakukan untuk melanjutkan penelitian tersebut dengan tujuan untuk menentukan pH dan suhu optimum isomerisasi pembuatan sirup fruktosa dari hidrolisat onggok melalui eksperimen dan analisis *Response Surface Methodology (RSM)*.

## 2. Metode Penelitian

### 2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini berupa gelas kimia 2.000 mL, *hotplate*, *magnetic stirrer*, termometer, *oilbath*, labu leher 4, pengaduk jangkar, gelas ukur, corong kaca, labu erlenmeyer, oven, *furnace*, stop kontak *timer*, cawan petri, pompa vakum, corong *buchner*, serta pH meter digital yang digunakan dalam proses kopresipitasi, hidrolisis, dan isomerisasi. Sementara alat yang digunakan untuk analisis adalah tabung reaksi, gelas kimia 50 mL, pipet ukur (1 mL, 5 mL dan 10 mL), gelas kimia 500 mL, *hotplate*, kuvet dan spektrofotometer *visible*.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tepung onggok dengan konsentrasi 12% (b/v) pada volume kerja 1000 mL yang merupakan limbah tepung tapioka yang sudah dianalisis di laboratorium CV Chemix. Hasil analisis diketahui limbah tepung tapioka mengandung pati 70,37%, amilosa 17,22% dan amilopektin 53,15%. Pada tahap hidrolisis digunakan enzim  $\alpha$ -amilase 0,067% (b/v) dan enzim glukamilase 0,067% (b/v), serta pada tahap isomerisasi digunakan katalis hidrotalsit Mg/Al rasio 3:1 yang disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Untuk kebutuhan analisis digunakan reagen DNS (asam

## Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

dinitrosalisilat), reagen resorsinol dan HCl 1:5.

### 2.2 Rancangan Penelitian

Penelitian dilakukan dengan melalui tiga tahapan utama yaitu sintesis hidrotalsit Mg/Al, hidrolisis enzimatis dari onggok menjadi gula hidrolisat, kemudian dilanjutkan dengan proses isomerisasi dari gula hidrolisat menjadi sirup fruktosa menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al.

Variabel yang diamati dalam penelitian ini ditentukan menggunakan *response surface methodology* (RSM). Metode RSM digunakan untuk menganalisis interaksi antara variabel bebas (*independent variable*) dengan variabel tak bebas (*dependent variable*) dari respon, serta bertujuan untuk memprediksi kondisi optimum respon [17]. Desain eksperimen permukaan respon menggunakan tipe *central composite*, yaitu desain faktorial yang tersusun dari titik pusat dan ditambah sekelompok titik aksial, yang digunakan untuk mengevaluasi interaksi dan efek kuadrat dari faktor pada respon [18].

Variabel bebas yang digunakan pada penelitian ini yaitu suhu dan pH isomerisasi sedangkan untuk variabel terikat (respon) yaitu *yield* dan selektivitas fruktosa yang dihasilkan. Batas desain eksperimen yaitu pH pada rentang 7–9 dan suhu pada rentang 90–120 °C yang ditentukan berdasarkan hasil studi literatur dari penelitian Li *dkk.* [7] dan Steinbach *dkk.* [15]. Kedua rentang ini kemudian dimasukkan ke desain permukaan respon pada aplikasi Minitab dan didapatkan hasil variasi pH dan suhu yang ditampilkan pada Tabel 1 dengan respon berupa *yield* dan selektivitas.

**Tabel 1.** Desain Eksperimen Permukaan Respon

<i>Std Order</i>	<i>Run Order</i>	<i>Pt Type</i>	<i>Blocks</i>	<i>Suhu (°C)</i>	<i>pH</i>
1	1	1	1	90	7
2	2	1	1	120	7
3	3	1	1	90	9
4	4	1	1	120	9
5	5	-1	1	83,8	8
6	6	-1	1	126,2	8
7	7	-1	1	105	6,6
8	8	-1	1	105	9,4
9	9	0	1	105	8
10	11	0	1	105	8
11	12	0	1	105	8
12	13	0	1	105	8

### 2.3 Sintesis Katalis Hidrotalsit Mg/Al

Sintesis katalis hidrotalsit Mg/Al menggunakan metode kopresipitasi. Digunakan dua buret yang masing-masing berisi larutan A ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  0,06 mol dan  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  0,02 mol) dan larutan B ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,5 N dan NaOH 1 N) yang kemudian diteteskan ke erlenmeyer dan dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 25 °C dan pH 9 – 9,5 selama 18 jam. Kemudian hasil presipitasi disaring dan dikeringkan menggunakan *oven* yang selanjutnya dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 3 jam.

### 2.4 Hidrolisis Onggok Secara Enzimatis

Proses hidrolisis enzimatis dilakukan melalui tiga tahap antara lain gelatinasi, likuifikasi, dan sakarifikasi. Tahap gelatinasi dilakukan dengan memanaskan substrat pati onggok 12% (b/v) pada suhu 58 °C dan pH 6-7. Tahap likuifikasi dilakukan pada suhu 95 °C dan pH 6,5 selama 1 jam. Pada tahap ini juga ditambahkan enzim  $\alpha$ -amilase 0,067% (b/v). Tahap sakarifikasi merupakan tahap lanjutan dari proses likuifikasi. Pada tahap ini ditambahkan enzim glukamilase 0,067% (b/v) pada suhu 60 °C dan pH 4,5 – 6,5 selama 1 jam.

**Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al**

**2.5 Isomerisasi Menggunakan Katalis Mg/Al**

Pada penelitian ini rasio katalis hidrotalsit Mg/Al yang digunakan adalah 1% (b/v). Proses isomerisasi dilakukan pada variasi pH dan suhu yang telah ditentukan pada Tabel 1 menggunakan pemanas *oilbath* dan dilakukan selama 1 jam dengan substrat yang digunakan adalah gula hidrolisat pati onggok.

**2.6 Analisis Glukosa Menggunakan Uji DNS (Asam Dinitrosalisilat)**

Hasil gula hidrolisat dari proses hidrolisis dianalisis menggunakan metode DNS (asam dinitrosalisilat) untuk menguji konsentrasi gula awal (sebelum isomerisasi). Uji DNS ini juga dilakukan untuk menguji konsentrasi gula akhir setelah proses isomerisasi. Proses pengujian dilakukan dengan memanaskan campuran 2 mL gula hidrolisat dengan 3 mL reagen DNS selama lima menit dan akan terjadi perubahan warna, sampel kemudian diukur nilai absorbansi menggunakan spektrofotometer *visible* pada panjang gelombang 540 nm [19–21].

**2.7 Analisis Fruktosa Menggunakan Uji Seliwanoff**

Gula fruktosa hasil proses isomerisasi mengandung gugus keton dan memberi reaksi positif dengan uji Seliwanoff menggunakan reagen resorsinol. Proses analisis gula fruktosa menggunakan metode Seliwanoff dilakukan dengan melarutkan 2 mL sampel dengan 7 mL HCl dan 1 mL reagen resorsinol, larutan kemudian dipanaskan pada suhu 80 °C selama 5 menit yang kemudian didinginkan menggunakan air es. Sampel kemudian dianalisis nilai absorbansi menggunakan spektrofotometer *visible* dengan panjang gelombang 520 nm.

**2.8 Perhitungan Konversi, Yield dan Selektivitas Fruktosa**

Konversi substrat glukosa dihitung berdasarkan persamaan 1 berikut:

$$X_s = \frac{C_{s,o} - C_s}{C_{s,o}} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

Keterangan:

- $X_s$  = Konversi (%)
- $C_{s,o}$  = Glukosa awal (g/L)
- $C_s$  = Glukosa akhir (g/L)

*Yield* fruktosa dihitung berdasarkan persamaan 2 berikut:

$$\frac{Y_p}{s} = \frac{P_t - P_o}{S_o} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

Keterangan:

- $Y_{p/s}$  = *Yield* fruktosa persubstrat (%)
- $P_t$  = Fruktosa yang terbentuk (g/L)
- $P_o$  = Fruktosa awal (g/L) = 0
- $S_o$  = Glukosa awal (g/L)

Selektivitas fruktosa dihitung berdasarkan persamaan 3 berikut:

$$\frac{S_p}{s} = \frac{P_t - P_{i_o}}{S_o - S_t} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

Keterangan:

- $S_{p/s}$  = Selektivitas fruktosa persubstrat (%)
- $P_{i_t}$  = Fruktosa yang terbentuk (mol)
- $P_{i_o}$  = Fruktosa awal (mol)
- $S_t$  = Glukosa akhir (mol)
- $S_o$  = Glukosa awal (mol)

**2.9 Analisis Statistik *Response Surface Methode (RSM)***

Analisis *Response Surface Methode (RSM)* dilakukan dengan menggunakan model regresi linear sebagai model prediksi, ada asumsi klasik sebagai syarat yang harus dipenuhi agar model yang dihasilkan bersifat *Best Linear Unbiased Estimation (BLUE)* yaitu melalui beberapa uji seperti uji linearitas, uji multikolinieritas, dan uji asumsi residual/galat meliputi uji normalitas dan uji identik (uji heteroskedastisitas).

## Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

Uji linearitas digunakan untuk mengetahui adanya hubungan yang linear antara variabel bebas dengan variabel terikat yang diuji dengan uji *lack of fit* (penyimpangan pada model). Uji multikolinieritas dilakukan untuk mengetahui adanya korelasi antara variabel faktor yang dapat dilihat dari *nilai variance inflation factor* (VIF), jika nilai VIF lebih besar dari 10 maka mengindikasikan terjadi multikolinieritas. Uji identik dilakukan untuk mengetahui variansi residual penyebarannya sama (asumsi homoskedastisitas terpenuhi). Homoskedastisitas ialah keadaan saat nilai residual pada setiap nilai prediksi acak dan tidak membentuk pola tertentu. Uji homoskedastisitas dapat ditentukan dengan *scatter plot* antara residual dengan *fitted value* (nilai prediksi). Uji kenormalan dilakukan untuk mengetahui apakah residual berdistribusi normal atau tidak. Uji kenormalan secara dapat ditentukan dengan *plot normal residual* dan untuk lebih memastikan dapat dilakukan uji Kolmogorov-Smirnov dengan melihat nilai *P-value* yang kemudian dibandingkan dengan nilai derajat kepercayaan sebesar 5%.

### 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Hasil Hidrolisis Onggok secara Enzimatis

Konsentrasi gula hidrolisat yang didapatkan dari proses hidrolisis enzimatis adalah 116,18 g/L dengan *yield* hidrolisis sebesar 10,37%. Hasil ini masih lebih rendah jika dibandingkan dengan hasil hidrolisis pati onggok yang dilakukan Permanasari *dkk.* [3] yang mendapatkan konsentrasi gula hidrolisat sebesar 585,082 g/L. Hal tersebut terjadi karena perbedaan kandungan pati pada substrat yang digunakan. Namun, hasil tersebut sudah

cukup baik mengingat substrat yang digunakan berasal dari limbah tepung tapioka sehingga pati yang terkandung merupakan sisa pati yang terjatuh dalam serat limbah tersebut.

#### 3.2 Hasil Isomerisasi Menggunakan Katalis Hidrotalsit Mg/Al

Isomerisasi bertujuan untuk mengubah kandungan glukosa dalam gula hidrolisat menjadi sirup fruktosa dengan bantuan katalis hidrotalsit Mg/Al. Menurut Yu *dkk.* [6], proses isomerisasi glukosa merupakan reaksi paralel yang memiliki dua jalur reaksi utama yaitu isomerisasi dan degradasi. Pada isomerisasi, glukosa akan dikonversi menjadi fruktosa sedangkan pada degradasi, glukosa akan dikonversi menjadi senyawa asam seperti asam laktat, asam gliserat, asam glikolat, dan asam format.

Gula hidrolisat dengan konsentrasi 116,18 g/L dari hasil hidrolisis kemudian dijadikan substrat untuk proses isomerisasi menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al pada variasi pH dan suhu yang telah ditentukan pada Tabel 1. Sirup fruktosa hasil isomerisasi selanjutnya dianalisis menggunakan uji DNS untuk melihat kandungan glukosa akhir pada substrat dan uji Seliwanoff untuk menentukan kandungan fruktosa yang terbentuk dari proses isomerisasi berdasarkan nilai absorbansi yang terbentuk. Hasil kedua uji tersebut ditampilkan pada Tabel 2 yang kemudian dilakukan perhitungan dan didapatkan nilai *yield*, selektivitas dan konversi yang ditampilkan pada Tabel 3. Konsentrasi gula awal pada perhitungan menggunakan konsentrasi gula hidrolisat yang diperoleh dari proses hidrolisis enzimatis, yaitu 116,18 g/L.

## Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

**Tabel 2.** Hasil Uji DNS dan Uji Seliwanoff

Run	Uji DNS		Uji Seliwanoff	
	Absorb.	Kons. Glukosa Akhir (g/L)	Absorb.	Kons. Fruktosa (g/L)
1.	0,656	76,79	0,025	13,72
2.	0,860	101,59	0,082	42,05
3.	0,765	90,04	0,036	19,18
4.	0,791	93,20	0,063	32,60
5.	0,693	81,29	0,016	9,24
6.	0,728	85,60	0,029	15,76
7.	0,718	84,39	0,032	17,19
8.	0,972	115,2	0,031	16,69
9.	0,628	73,39	0,034	18,19
10.	0,619	72,29	0,019	10,73
11.	0,665	77,88	0,026	14,21
12.	0,712	83,60	0,033	17,69

**Tabel 3.** Hasil Isomerisasi Menggunakan Katalis Hidrotalsit Mg/Al pada variasi Suhu dan pH tertentu

Suhu (°C)	pH	Konversi	Yield	Selektivitas
		Glukosa (%)	Fruktosa (%)	Fruktosa (%)
90	7	33,90	11,81	20,06
120	7	12,56	36,19	25,88
90	9	22,50	16,51	34,75
120	9	19,78	28,06	16,53
83,8	8	30,03	7,95	14,43
126,2	8	26,32	13,57	19,59
105	6,6	27,36	14,80	24,39
105	9,4	0,84	14,37	26,28
105	8	36,83	15,66	22,33
105	8	37,78	9,24	11,44
105	8	32,97	12,23	16,11
105	8	28,04	15,23	21,45

Berdasarkan data Tabel 3, pada pH isomerisasi yang sama, semakin tinggi suhu nilai konversi glukosa semakin rendah sedangkan nilai *yield* fruktosa semakin tinggi. Secara teoritis, seharusnya nilai konversi suatu substrat berbanding lurus dengan nilai *yield* pembentukan produk. Namun, fenomena sebaliknya terjadi pada hasil penelitian ini. Hal ini akibat terjadinya pembentukan produk samping sehingga menurunkan nilai perolehan terhadap produk fruktosa [15,16]. Sedangkan nilai *yield* fruktosa berbanding lurus dengan selektivitas fruktosa dan berbanding terbalik dengan konversi glukosa.

Pada penelitian ini penentuan kondisi optimal ditentukan dari variasi percobaan yang memiliki nilai *yield* fruktosa paling tinggi, diikuti dengan nilai selektivitas yang tinggi. Hasil penelitian pada Tabel 3 menunjukkan bahwa sirup fruktosa dengan nilai selektivitas dan *yield* fruktosa tertinggi terjadi pada proses isomerisasi dengan kondisi operasi pH 7 dan suhu 120 °C dengan *yield* fruktosa sebesar 36,19% dan selektivitas fruktosa sebesar 25,88% dan Hasil ini sudah lebih baik dari penelitian Permanasari *dkk.* [3], yang menghasilkan *yield* sebesar 1,94% dengan kondisi substrat yang sama yaitu gula hidrolisat dari pati onggok.

Untuk dapat mengetahui pengaruh kedua variabel (pH dan suhu) terhadap hasil isomerisasi (*yield* dan selektivitas) serta memprediksi kondisi optimum secara statistika dilakukan analisis lebih lanjut menggunakan metode desain permukaan atau *Response Surface Methodology (RSM)*.

### 3.3 Analisis Statistik Hasil Percobaan Menggunakan RSM

Pada percobaan ada dua variabel respon yang diteliti sehingga ada dua persamaan regresi kuadratik, yaitu,

$$\begin{aligned} \%Yield &= -64 + 1,41 \text{ suhu} - 0,4 \text{ pH} - \\ &0,001 \text{ suhu} * \text{suhu} + 0,93 \text{ pH} * \text{pH} - \\ &0,1410 \text{ suhu} * \text{pH} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \%Selektivitas &= -140 + 3,9 \text{ suhu} - 11,3 \text{ pH} - \\ &0,003 \text{ suhu} * \text{suhu} + 3,40 \text{ pH} * \text{pH} - \\ &0,401 \text{ suhu} * \text{pH} \end{aligned}$$

Uji *lack of fit* dilakukan dengan membandingkan nilai *P-value* yang didapat dengan derajat kepercayaan ( $\alpha$ ) sebesar 5%. Hipotesis pengujian model yaitu [22]:

H0 = tidak ada *lack of fit*

H1 = ada *lack of fit*

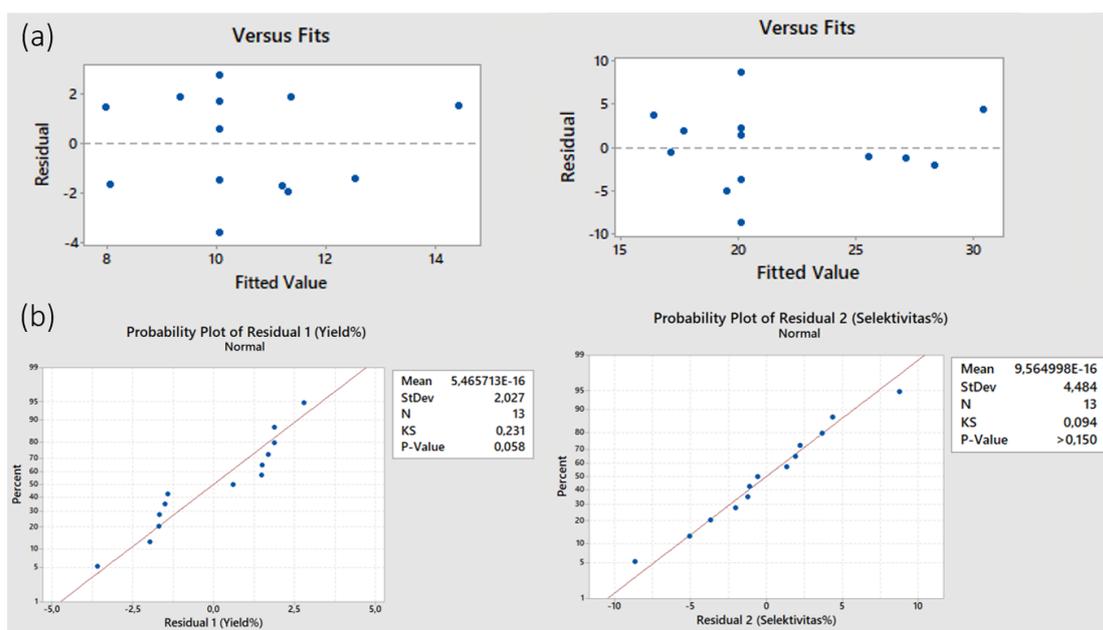
Pada hasil analisis model, *P-value* model respon *yield* 0,423 > 5% dan *P-value* model respon selektivitas 0,683 > 5%

**Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al**

sehingga  $H_0$  diterima maka artinya pada kedua model tidak terdapat penyimpangan yang berarti kedua model yang diperoleh dapat menggambarkan kondisi sebenarnya dengan baik. Nilai VIF pada kedua model nilainya 1 maka pada model regresi tersebut tidak terjadi multikolinearitas.

Uji homoskedastisitas dapat ditentukan dengan diagram pencar atau

*scatter plot* antara residual dengan *fitted value* (nilai prediksi). *Scatter plot* kedua model ditunjukkan oleh Gambar 1(a). Pada diagram titik residual menggambarkan kecenderungan yang acak serta tidak membentuk suatu pola, maka homoskedastisitas terpenuhi [23].



**Gambar 1.** Scatter plot (a), dan Normal probability plot (b)

Uji kenormalan secara subjektif dapat ditentukan dengan plot normal residual yang ditunjukkan pada Gambar 1(b). Titik-titik residual pada *probability plot* mendekati dan mengikuti garis lurus, artinya residual terdistribusi normal. Hipotesis uji kenormalan dengan metode Kolmogorov-Smirnov yaitu:

$H_0$  = penyebaran residual berdistribusi normal.

$H_1$  = penyebaran residual tidak berdistribusi.

Nilai *P-value* pengujian Kolmogorov-Smirnov model respon *yield* lebih besar dibanding nilai  $\alpha$  ( $0,058 > 0,05$ ) dan model respon selektivitas juga lebih besar dibanding nilai  $\alpha$  ( $0,150 > 0,05$ ) maka  $H_0$

diterima, residual terdistribusi normal sehingga nilai residual dalam analisis regresi penelitian ini terpenuhi.

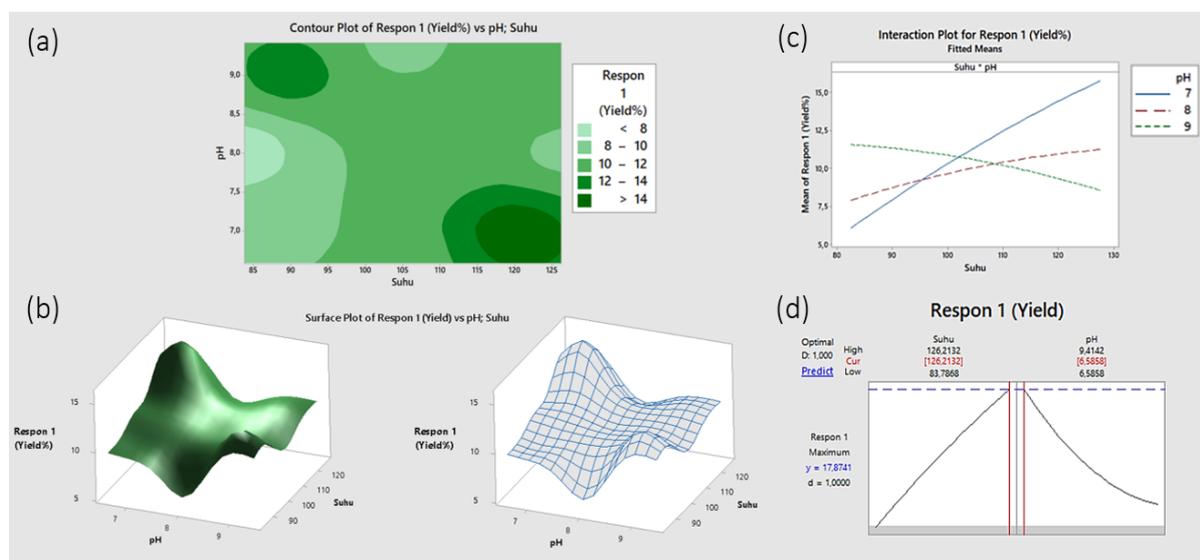
Koefisien determinasi ( $R^2$ ) menggambarkan kontribusi pengaruh yang diberikan variabel bebas secara simultan terhadap variabel respon. Nilai  $R^2$  pada persamaan regresi respon %*yield* adalah 42,22%, artinya sumbangan pengaruh pH dan suhu terhadap %*yield* adalah sebesar 42,22%. Sedangkan nilai  $R^2$  pada persamaan regresi respon %selektivitas adalah 50,52%.

Pengaruh masing-masing variabel faktor terhadap respon diilustrasikan melalui *contour plot*, *surface plot*, dan grafik interaksi variabel bebas. Ilustrasi dua

## Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

dimensi disajikan oleh *contour plot* yang merupakan hasil interpretasi dari *surface plot* untuk memudahkan pembacaan. *Contour plot* menunjukkan tinggi rendahnya respon yang dihasilkan berdasarkan warna. Daerah yang menghasilkan *yield* dan selektivitas terbesar

ditandai dengan warna hijau tua, sedangkan yang rendah ditandai dengan warna hijau muda. Pada *surface plot*, titik optimum berada pada titik puncak tertinggi.



**Gambar 2.** *Contour plot* (a), *surface plot* (b), interaksi suhu dan pH (c), dan titik optimum (d) respon permukaan *yield*

Secara visual pengaruh pH dan suhu terhadap *yield* ditunjukkan oleh *contour plot* dan *surface plot* di Gambar 2(a) dan Gambar 2(b) sedangkan pengaruh interaksi suhu dan pH ditunjukkan pada Gambar 2(c). Isomerisasi termasuk reaksi endoterm, sehingga *equilibrium yield* fruktosa meningkat seiring meningkatnya suhu reaksi dan proses isomerisasi berjalan lebih baik pada suhu di atas 80 °C [16].

Dapat dilihat pada Gambar 2(c) bahwa *yield* tertinggi dihasilkan pada kondisi pH netral dan suhu tinggi. Pada pH 7 dan 8 menunjukkan seiring meningkatnya suhu, *yield* fruktosa semakin tinggi. Namun peningkatan *yield* pada pH 8 tidak setinggi pada pH 7 (netral). Pada pH 9, *yield* fruktosa menurun seiring meningkatnya suhu. Hal ini dapat terjadi akibat terbentuknya produk samping berupa asam

laktat yang dapat menghilangkan  $Mg^{2+}$  dalam hidrolisat Mg/Al [16].

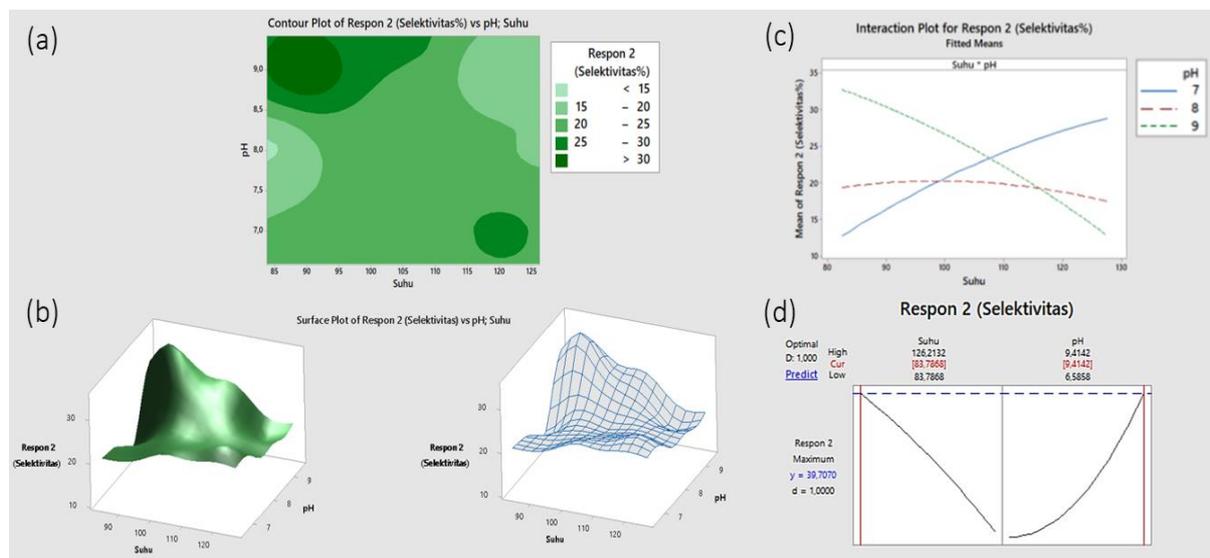
Berdasarkan hasil *optimizer* pada Gambar 2(d), diprediksi titik optimum pada isomerisasi hidrolisat onggok menggunakan hidrolisat Mg/Al yang menghasilkan *yield* terbaik terjadi pada suhu 126,2 °C dan pH 6,58 yang akan dihasilkan *yield* maksimum sebesar 17,87%.

Pengaruh pH dan suhu terhadap selektivitas yang dihasilkan ditunjukkan pada Gambar 3(a) dan Gambar 3(b). Pada grafik interaksi di Gambar 3(c), pH dan suhu terhadap selektivitas yang menghasilkan selektivitas terbaik didapat pada pH 9 di suhu 80 °C. Pada pH 9 seiring meningkatnya suhu, selektivitas yang didapatkan menurun. Seiring meningkatnya suhu operasi, konversi glukosa akan semakin tinggi tetapi akan menurunkan

## Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

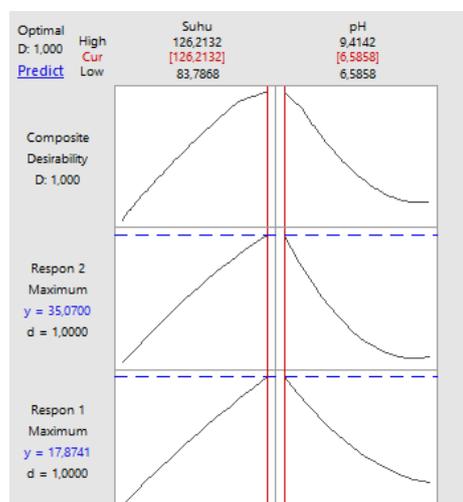
selektivitas fruktosa karena reaksi samping yang menurunkan selektivitas fruktosa [15]. Pada situs basa yang kuat dan suhu tinggi akan terjadi degradasi glukosa menjadi senyawa asam seperti asam laktat, asam gliserat, asam glikolat, dan asam format yang merupakan produk samping [6]. Berdasarkan hasil *optimizer* yang

ditunjukkan pada Gambar 3(d), titik optimum yang menghasilkan selektivitas tertinggi yaitu pada pH 9,4 dan suhu 83,79 °C dengan selektivitas maksimum sebesar 39,7%.



**Gambar 3.** Contour plot (a), surface plot (b), interaksi suhu dan pH (c), dan titik optimum (d) respon permukaan selektivitas

Secara simultan, pH dan suhu yang memberikan selektivitas dan *yield* tertinggi ditunjukkan oleh *optimizer* pada Gambar 4. Hasil *optimizer* menunjukkan titik optimum terdapat pada pH 6,58 dan suhu 126,2 °C dengan prediksi respon maksimum yaitu *yield* sebesar 17,87% dan selektivitas sebesar 35,07%. Penentuan titik optimum yang memberikan hasil terbaik pada kedua respon terdapat pada pH netral dan suhu tinggi karena jika diamati dari grafik interaksi pada Gambar 2(c) dan Gambar 3(c), pada pH netral seiring meningkatnya suhu didapatkan respon yang semakin tinggi.



**Gambar 4.** Prediksi pH dan suhu yang menghasilkan *yield* dan selektivitas tertinggi

## Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

### 4. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa pH dan suhu optimum isomerisasi pada pembuatan sirup fruktosa dari hidrolisat onggok menggunakan katalis hidrotalsit Mg/Al yang menghasilkan selektivitas tertinggi berdasarkan hasil eksperimen secara aktual terjadi pada pH 7 dan suhu 120°C dengan *yield* fruktosa sebesar 36,19% dan selektivitas sebesar 25,88%. Sementara berdasarkan hasil analisis *Response Surface Methodology* (RSM), melalui *contour plot* dan *surface plot* dapat diprediksi bahwa

*yield* dan selektivitas fruktosa dapat mencapai masing-masing sebesar 17,87% dan 35,07% pada pH 6,58 dan suhu 126,2 °C .

### Ucapan Terima kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada P3M Politeknik Negeri Bandung yang telah memberikan bantuan dana penelitian melalui Skema Penelitian Mandiri dengan nomor kontrak 105.57/PL1.R7/PG.00.03/2021.

### Daftar Rujukan

- [1] Asngad, A. (2005). Perubahan Kadar Protein pada Fermentasi Jerami Padi dengan Penambahan Onggok untuk Makanan Ternak. *Jurnal Penelitian Sains & Teknologi*, 6(1), 65–74.
- [2] Musita, N. (2018). Kajian Sifat Fisikokimia Tepung Onggok Industri Besar Dan Industri Kecil. *Majalah Tknologi Agro Industri (Tegi)*, 10(1), 19–24. doi: 10.46559/tegi.v10i1.3990
- [3] Permanasari, A. R., Fauzan, A., Rachmalia, N. L., Elfanti, R., & Wibisono, W. (2020). Fructose syrup production from Onggok with isomerization process by Mg/Al hydrotalcite catalyst and glucose isomerase enzyme. *Journal of Physics: Conference Series*, 1450(1), 1–9. doi: 10.1088/1742-6596/1450/1/012002
- [4] Fajrin, A. E., Hartono, S., & Waluyati, L. R. (2016). Permintaan Gula Rafinasi Pada Industri Makanan Minuman Dan Farmasi Di Indonesia. *Agro Ekonomi*, 26(2), 150. doi: 10.22146/agroekonomi.17267
- [5] Miftahudin, H. (2021). Siaran Pers: Kemenperin Jaga Ketersediaan Bahan Baku Gula untuk Industri Mamin. *Kemenperin*. Retrieved February 10, 2021, from [www.kemenperin.go.id/artikel/22284](http://www.kemenperin.go.id/artikel/22284)
- [6] Yu, S., Kim, E., Park, S., Kyu, I., & Chul, J. (2012). Isomerization of glucose into fructose over Mg – Al hydrotalcite catalysts. *Catalysis Communications*, 29, 63–67. doi: 10.1016/j.catcom.2012.09.015
- [7] Li, C., Wang, Y., Zhang, Y., Wang, M., Sun, X., & Cui, H. (2020). Isomerization Kinetics of Glucose to Fructose in Aqueous Solution with Magnesium-Aluminum Hydrotalcites. *Chemistry Select*, 5, 270–279. doi: 10.1002/slct.201903959
- [8] Mahreni, & Sulistyowati, E. (2004). Pembuatan “ High Fructose Syrup ” Dari Tepung Maizena Secara Enzimatis ( The Making Of High Fructose Syrup From Cornmeal Flour Through Enzymization ). In *Prosiding SNTPK VI 2004* (pp. 7–15).
- [9] Permanasari, A. R., & Yulistiani, F. (2015). Pembuatan Gula Cair Dari Pati Singkong dengan Menggunakan Hidrolisis Enzimatis. *Fluida*, 11(2), 9–14.
- [10] Dwi, D., & Sugiarti, S. (2019). Modifikasi Zeolit Alam Ende dengan Garam Logam serta Potensinya Sebagai Katalis Transformasi Glukosa Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural. *Alchemy Jurnal Penelitian Kimia*, 15(2), 203–218. doi: 10.20961/alchemy.15.2.28180.203-218
- [11] Mun, D., Thanh, N., & Huynh, T. (2017). Facile isomerization of glucose into fructose using anion-exchange resins in organic solvents and application to direct conversion of glucose into furan compounds. *Research on Chemical Intermediates*, 43(10), 5495–5506. doi: 10.1007/s11164-017-2942-3
- [12] Takamine, S., Iida, T., Okuma, K., Shimonishi, T., Izumori, K., & Matsuo, T. (2015). Process of producing sugar composition comprising D- Psicose and D-Allose via strong alkaline isomerization of D-Glucose/D-Fructose or alkaline pre-treatment of D-Glucose/D-Fructose

## Penentuan pH dan Suhu Isomerisasi Pembuatan Sirup Fruktosa dari Hidrolisat Onggok Menggunakan Katalis Mg/Al

---

- followed by isomerization in the presence of a basic ion exchange resin. *United States patent*, US 9,109,266 B2.
- [13] Basahel, S. N., Al-Thabaiti, S. A., Narasimharao, K., Ahmed, N. S., & Mokhtar, M. (2014). Nanostructured mg-al hydrotalcite as catalyst for fine chemical synthesis. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 14(2), 1931–1946. doi: 10.1166/jnn.2014.9193
- [14] Safitri, T., Sulistyaningsih, T., & Kusumastuti, E. (2019). Preparasi Mg/Al/Fe-NO<sub>3</sub> Hidrotalsit Secara Kopresipitasi. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 8(1), 41–46.
- [15] Steinbach, D., Klier, A., Kruse, A., Sauer, J., Wild, S., & Zanker, M. (2020). Isomerization of glucose to fructose in hydrolysates from lignocellulosic biomass using hydrotalcite. *Processes*, 8(6), 1–15.
- [16] Delidovich, I., & Palkovits, R. (2014). Catalytic activity and stability of hydrophobic Mg-Al hydrotalcites in the continuous aqueous-phase isomerization of glucose into fructose. *Catalysis Science and Technology*, 4(12), 4322–4329. doi: 10.1039/c4cy00776j
- [17] Rahmawati, A. Y., & Sutrisno, A. (2015). Hidrolisis tepung ubi jalar ungu (*Ipomea batatas* L.) secara enzimatik menjadi sirup glukosa fungsional: kajian pustaka. *Pangan dan Agroindustri*, 3(3), 1152–1159.
- [18] Leardi, R. (2009). Experimental design in chemistry: A tutorial. *Analytica Chimica Acta*, 652(1–2), 161–172. doi: 10.1016/j.aca.2009.06.015
- [19] Hasanah, N., Saskiawan, I. (2015). Aktivitas selulase isolat jamur dari limbah media tanam jamur merang. In *Prosiding Seminar Nasional Masyarakat Biodiversitas Indonesia*, 1(5), 1110–1115.
- [20] Kusbandari, A. (2015). Analisis kualitatif kandungan sakarida dalam tepung dan pati umbi ganyong (*Canna edulis* Ker.). *Pharmaciana*, 5(1), 35–42. doi: 10.12928/pharmaciana.v5i1.2284
- [21] Pratiwi, Y. H., Ratnayani, O., & Wirajana, I. N. (2018). Perbandingan Metode Uji Gula Pereduksi dalam Penentuan Aktivitas  $\alpha$ -L-Arabinofuranosidase dengan Substrat Jamur Kelapa (*Cocos nucifera*). *Jurnal Kimia*, 134. doi: 10.24843/jchem.2018.v12.i02.p07
- [22] Harlan, J. (2018). *Analisis Regresi Linear*. Depok: Gunadarma
- [23] Foster, J., Barkus, E., & Yavorsky, C. (2006). *Understanding and Using Advanced Statistics*, London: Sage Publications Ltd