



INTISARI

Mikroalga *Spirulina platensis* yang telah terekstrak kandungan lemaknya yang disebut residu *Spirulina platensis* (SPR) dipelajari sebagai bahan baku karena kandungan karbohidratnya yang mampu dikonversi menjadi produk *levulinic acid* (LA). *Levulinic acid* (LA) adalah salah satu bahan kimia paling menjanjikan yang dapat berfungsi sebagai *building block* berbagai bahan kimia. Keberadaan 2 gugus fungsional reaktif (karbonil dan karboksil) yang membuat LA mudah terkonversi menjadi produk turunan pada berbagai aplikasi, diantaranya: herbisida, aditif bahan bakar, kosmetik, *plasticizer*, pelarut, agen penyedap makanan, farmasi dan resin.

Penelitian sintesis LA dari SPR dipelajari dan dilakukan secara bertahap. Tahap awal penelitian dimulai dengan melakukan karakterisasi bahan baku SPR. Analisis proksimat dan metode *National Renewable Energy Laboratory* (NREL) digunakan untuk mengetahui kandungan polisakarida dan monosakarida penyusunnya, terutama untuk mengetahui monosakarida gula C6 yang memiliki rute menjadi LA. Sebagai percobaan pendahuluan, dilakukan juga sintesis LA berbahan baku monosakarida gula C6 (glukosa dan galaktosa), untuk mempelajari rute reaksi sintesis LA dari senyawa murni. Selanjutnya, tahap sintesis LA berbahan baku SPR dengan bantuan katalis asam sulfat. Reaksi pembentukan LA dari SPR merupakan serangkaian reaksi yang kompleks karena melewati beberapa tahapan reaksi hidrolisis dan dehidrasi-hidrasi, serta adanya reaksi samping. Pengaruh parameter proses terhadap reaksi dekomposisi SPR menjadi LA dipelajari pada rentang suhu 140-200°C, variasi konsentrasi katalis asam sulfat 0,25-1,5M dan rasio padat-cair pada rentang 1-10% (b/v). Selanjutnya distribusi *yield* dimodelkan secara matematis untuk menentukan parameter kinetika reaksinya. Model kinetika yang telah disederhanakan, dikembangkan untuk menggambarkan biomassa SPR yang dikonversi menjadi LA dengan pendekatan 2 Skenario, yaitu: (1) Skenario I, model kinetika reaksi homogen orde satu *irreversible*, (2) Skenario II, kombinasi model kinetika reaksi heterogen (*shrinking core model*) dan homogen orde satu *irreversible*.

Berdasarkan hasil percobaan dekomposisi SPR menjadi LA dapat diamati pengaruh kondisi operasi pada *yield* LA. Parameter suhu dan konsentrasi asam yang semakin tinggi akan menghasilkan *yield* LA yang semakin tinggi pada waktu reaksi yang lebih cepat, akan tetapi jika waktu reaksi diperpanjang *yield* LA mengalami penurunan. Hal ini karena ada reaksi lanjut baik dari suhu dan konsentrasi katalis asam yang tinggi. Sedangkan untuk parameter rasio padat cair, *yield* LA yang lebih tinggi dicapai pada rasio padat cair yang lebih rendah. *Yield* LA tertinggi sebesar 29% dicapai pada kondisi operasi: suhu 180°C, konsentrasi asam sulfat 1 M, dan rasio padat cair 1%.

Sintesis LA melalui hidrolisis dengan katalis asam sulfat berbahan baku SPR dapat didekati model Skenario I ($R^2 = 0,941$) dan model reaksi Skenario II ($R^2 = 0,938$). Rute reaksi utama sintesis LA dari SPR yang dikatalisasi asam sulfat berupa reaksi konsekutif: [polisakarida SPR] \rightarrow [glukosa] \rightarrow [HMF] \rightarrow [LA], dengan tahap reaksi dekomposisi polisakarida SPR menjadi glukosa sebagai tahap yang mengontrol. Konstanta laju reaksi utama pembentukan LA maupun pembentukan produk samping meningkat dengan kenaikan parameter suhu dan konsentrasi asam, sedangkan parameter rasio padat cair tidak memberikan pengaruh. LA baru terdekomposisi secara signifikan pada kondisi operasi ekstrim ($T > 190^\circ\text{C}$ dan $C_H > 1,5\text{M}$). Energi aktivasi tertinggi kedua Skenario pada tahap laju reaksi dekomposisi LA (E_6) (Skenario I = 181,68kJ/mol Skenario I dan Skenario II = 235,18kJ/mol).

Kata kunci: *Spirulina platensis* residue, gula C6 heksosa, *levulinic acid*, kinetika reaksi



ABSTRACT

*Levulinic acid (LA), one of the most promising chemicals that can function as building blocks, can be produced through the conversion of carbohydrates contained in *Spirulina platensis* residue (SPR). SPR from microalgae *Spirulina platensis* lipid extraction has been studied as a raw material. The conversion depends on two reactive functional groups (carbonyl and carboxyl) and makes LA usable for various applications, including herbicides, fuel additives, cosmetics, plasticizers, solvents, food flavoring agents, pharmaceuticals, and resins.*

This study aimed to synthesize LA from SPR in steps. The first step was characterizing SPR raw materials. Proximate analysis and the National Renewable Energy Laboratory (NREL) method were performed to determine which C6 sugar monosaccharide has a route to LA. The preliminary experiment was synthesizing LA made from C6 sugar monosaccharides (glucose and galactose) to find the reaction route in the synthesis of LA from pure compounds, followed by synthesizing LA from SPR using sulfuric acid as the catalyst. The formation of LA from SPR is a series of complex reactions involving hydrolysis and dehydration-hydration reactions, with the presence of side reactions. The effect of process parameters on the SPR-to-LA decomposition reaction was studied at a temperature range of 140-200°C, with sulfuric acid concentrations of 0.25-1.5M and a solid-liquid ratio range of 1-10% (w/v). Furthermore, the yield distribution was modeled mathematically to determine the kinetic parameters of the reaction. A simplified kinetic model was developed to describe the SPR biomass converted to LA using two scenarios: (1) Scenario I: first-order homogeneous irreversible kinetic model, (2) Scenario II: a combination of heterogeneous (shrinking core) and homogeneous reaction kinetics models.

SPR-to-LA decomposition described how the operating conditions influenced the LA yielded. Higher temperature and acid concentration could produce more LA yield in a shorter reaction time. However, when the reaction time was extended, the yield decreased due to further reactions triggered by higher temperatures and higher catalyst concentrations. Meanwhile, the lower the solid-to-liquid ratio, the higher the LA yield. The highest LA yield of 29% was achieved at operating conditions: a temperature of 180°C, sulfuric acid concentration of 1 M, and a solid-to-liquid ratio of 1%.

The synthesis of SPR-based LA via hydrolysis under the catalyzation of sulfuric acid could be approximated by the Scenario I reaction model ($R^2 = 0.941$) and the Scenario II reaction model ($R^2 = 0.938$). The main route for the synthesis of LA from SPR under the catalyzation of sulfuric acid constituted consecutive reactions, namely [SPR polysaccharide] \rightarrow [glucose] \rightarrow [HMF] \rightarrow [LA], with the controlling step being the decomposition of SPR polysaccharides to glucose. The main reaction rate constants for the formation of LA and side products increased with increasing temperature and acid concentration; while the solid-to-liquid ratio had no effect. LA had significant degraded at harsh condition ($T > 190^\circ\text{C}$ dan $C_H > 1,5\text{M}$). The highest values of activation energy achieved at LA decomposition route (E_6) (Scenario I = 181.68kJ/mol and Scenario II = 235.18kJ/mol)

Kata kunci: *Spirulina platensis* residue, C6 sugar, levulinic acid, kinetic