

ISSN 1978 - 4163  
Vol. 8 No. 2 Desember 2014

# REKAPANGAN

JURNAL TEKNOLOGI PANGAN

---



Diterbitkan oleh:  
**PROGRAM STUDI TEKNOLOGI PANGAN**  
**FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI - UPN VETERAN JAWA TIMUR**  
Bekerjasama dengan  
**Gabungan Pengusaha Makanan dan Minuman seluruh Indonesia**  
**(GAPMMI)**

**REKAPANGAN**  
**JURNAL TEKNOLOGI PANGAN**  
**ISSN 1978-4163; Vol. 8 No.2 Desember 2014**

**PENERBIT**

Program Studi Teknologi Pangan  
Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur

**KETUA REDAKSI**

Dr. Dedin Finatsiyatull Rosida, STP, MKes

**DEWAN REDAKSI**

Ir. Sudaryati, MP  
Ir. Ulya Sarofa, MM  
Drh. Ratna Yulistiani, MP  
Ir. Rudi Nurismanto, MSi

**PRODUKSI DAN DISTRIBUSI**

Ir. Tri Mulyani, MS  
Ir. Eny Karti BS, MP  
Ir. Sri Djajati, MPd

**ALAMAT REDAKSI**

Kantor Redaksi REKAPANGAN  
Program Studi Teknologi Pangan  
UPN "Veteran" Jawa Timur  
Jl. Raya Rungkut Madya Gunung Anyar Surabaya  
Telp. (031) 8782179; Fax.(031) 8782257  
Email: [jrekapangan@gmail.com](mailto:jrekapangan@gmail.com)

**PERCETAKAN**

Mitra Jasa , Surabaya

Jurnal REKAPANGAN memuat tulisan hasil penelitian yang berisi hasil penelitian yang termasuk dalam lingkup disiplin ilmu pengetahuan yang terkait dengan Ilmu dan Teknologi Pertanian guna menunjang pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi. Harga langganan per tahun (2 nomor) Rp. 300.000,- (termasuk ongkos kirim). Pembelian per nomor harap menghubungi bagian produksi dan distribusi.

**Tim Mitra Bestari pada Jurnal Rekapangan :**

Dr. Ir. Chusnul Hidayat, MSc

Dr. Ir. Teti Estiasih

Dr. Ir. Dwi Setyaningsih, MS

Dr. Painsi Sri Widyawati

# REKAPANGAN

**JURNAL  
TEKNOLOGI PANGAN**

ISSN 1978-4163  
Vol. 8. No. 2 Desember 2014

---

## DAFTAR ISI

- KARAKTERISTIK *EDIBLE FILM* DARI PATI UBI JALAR DAN GLISEROL**  
Enny Karti Basuki S, Jariyah dan Dhenok Dwi Hartati ..... 128 - 135
- PENGEMBANGAN USAHA KELOMPOK PERAJIN TEMPE DI KECAMATAN CANDI KABUPATEN SIDOARJO**  
Jariyah, Tri Mulyani, Sudaryati HP dan Suwarno ..... 136- 140
- IDENTIFIKASI PORANG GLUKOMANAN HASIL OPTIMASI EKSTRAKSI MENGGUNAKAN FTIR, SEM DAN NMR**  
Anni Faridah ..... ✓ ..... 141 - 148
- PEMBUATAN ASAM CUKA PISANG KEPOK (*Musaparadisiaca L.*) DENGAN KAJIAN LAMA FERMENTASI DAN KONSENTRASI INOKULUM (*Acetobacteracetii*)**  
Rudi Nurismanto, Tri Mulyani dan Duwi Indra Ning Tias ..... 149 - 155
- KARAKTERISTIK FISIKO KIMIA DAN AKTIFITAS ANTIOKSIDAN TAUCO LAMTORO GUNG (*Leucaena leucocephala*) ANGKAK**  
Dedin F. Rosida, Sudaryati HP dan Nur Apriliyanti F ..... 156 - 164
- PEMURNIAN SIRUP GLUKOSA MENGGUNAKAN MEMBRANE ULTRAFILTRATION**  
Sudaryati HP, Jariyah, Tri Mulyani Setiyowati ..... 165 - 170
- PEMBUATAN ROTI MANIS (KAHIAN SUBSTITUSI TEPUNG TERIGU DAN KULIT MANGGIS DENGAN PENAMBAHAN GLUTEN**  
Ulya Sarofa, Sri Djajati dan Siti Nur Cholifah ..... 171- 178

## IDENTIFIKASI PORANG GLUKOMANAN HASIL OPTIMASI EKSTRAKSI MENGGUNAKAN FTIR, SEM DAN NMR

*(Identification Porang Glucomannan Optimization of Extraction used FTIR, SEM and NMR)*

Anni Faridah

Fakultas Teknik Universitas Negeri Padang  
faridah.anni@gmail.com

### ABSTRACT

The purpose of this study was to identify porang glucomannan result of optimization of extraction used FTIR, SEM,  $^1\text{H-NMR}$  and  $^{13}\text{C-NMR}$  to determine the microstructure, functional groups, and molecular structure of tubers porang glucomannan. Glucomannan extraction optimization using response surface method with ethanol. The identification results showed that the functional groups of glucose-mannose has extracted spectrum wave numbers, ie from 810.05 to 894.91  $\text{cm}^{-1}$ . While asetilnya functional groups, namely the 1730.03  $\text{cm}^{-1}$  wave numbers, type vibration field C = O. In type vibration COC field has wave numbers, ie 1249.79  $\text{cm}^{-1}$  mannose glucose spectrum of functional groups will be more sharply with the high levels of glucomannan. Micro granule structure extraction results had higher levels of hygiene or components fewer and fewer impurities.  $^1\text{H-NMR}$  spectra clearly that had glucose-mannose groups with chemical shifts ranged from  $\delta$  3.29 to 4.45, while the  $^{13}\text{C NMR}$  showed the presence of several groups of glucose and mannose. Acetyl group chemical shift 181.4 ppm and 23.1 ppm on the C-6 glucose or mannose residues. Identification of flour porang with NMR strengthen the results of FTIR identification

Keywords : porang glucomannan, identification, FTIR, SEM, NMR

### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi porang glukomanan hasil optimasi ekstraksi menggunakan FTIR, SEM, spektrum  $^1\text{H-NMR}$  dan  $^{13}\text{C-NMR}$  untuk mengetahui mikrostruktur, gugus fungsi, dan struktur molekul glukomanan dari umbi porang. Optimasi ekstraksi glukomanan menggunakan metode respon permukaan dengan pelarut etanol. Hasil identifikasi menunjukkan bahwa gugus fungsi glukosa-manosa hasil ekstraksi mempunyai spektrum bilangan gelombang, yaitu 810,05 – 894,91  $\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan gugus fungsi asetilnya, yaitu pada bilangan gelombang 1730,03  $\text{cm}^{-1}$  tipe getaran bidang C=O. Pada tipe getaran bidang C-O-C mempunyai bilangan gelombang, yaitu 1249,79  $\text{cm}^{-1}$  Spektrum gugus fungsi glukosa manosa akan semakin tajam dengan semakin tingginya kadar glukomanan. Mikro stuktur granula hasil ekstraksi memiliki tingkat kebersihan yang semakin tinggi atau komponen pengotor semakin sedikit. Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  jelas yaitu memiliki gugus glukosa-manosa dengan pergeseran kimia berkisar  $\delta$  3,29 – 4,45, sedangkan  $^{13}\text{C NMR}$  menunjukkan adanya beberapa gugus glukosa dan manosa. Gugus asetil pergeseran kimia 181,4 ppm dan 23,1 ppm pada C-6 residu glukosa atau manosa. Identifikasi tepung porang dengan NMR memperkuat hasil dari identifikasi FTIR.

Kata kunci : porang glukomanan, identifikasi, FTIR, SEM, NMR

### PENDAHULUAN

Umbi porang (*Amorphophallus muelleri*) memiliki kandungan glukomanan yang besar dengan kadar mencapai 6,25-6,45% b/b (Anonim, 2006). Glukomanan merupakan polisakarida larut air yang bersifat hidrokoloid kuat, dapat membentuk gel, berviskositas tinggi, rendah kalori, sehingga berpotensi tinggi untuk dikembangkan pada industri pangan dan non pangan (Kohyama et

al, 1993). Glukomanan adalah polisakarida hidrokoloid yang terdiri dari residu D-glukosa dan D-mannosa yang diikat bersama-sama dalam ikatan  $\beta$ -1,4 (Gao and Nishinari, 2004; Yang et al, 2006).

Menurut Xu et al., (2009) pita pada 808  $\text{cm}^{-1}$  dan 875  $\text{cm}^{-1}$  pada spektra FTIR menandakan manosa dan glukosa pada glukomanan memberikan bentuk  $\beta$  pyranosa.

Hasil penelitian Yu *et al.*, (2007) menunjukkan glukomanan mempunyai tipe getaran bidang gugus OH dengan pita melebar, dan terjadi pada kisaran 3336  $\text{cm}^{-1}$ ; 3396  $\text{cm}^{-1}$  (Zhang *et al.*, 2001) pita pada 2922, 1376 dan 1062  $\text{cm}^{-1}$  berdasarkan getaran bidang gugus  $-\text{CH}_2$ ; 2933  $\text{cm}^{-1}$  (Zhang *et al.*, 2001); pita pada 1735  $\text{cm}^{-1}$  berdasarkan gugus  $\text{C}=\text{O}$ ; 1730  $\text{cm}^{-1}$  gugus  $\text{C}=\text{O}$  berada pada gugus asetil dari konjak mannan (Wen *et al.*, 2009; Zhang *et al.*, 2001; Takigami, 2000) dan 1151 dan 1027  $\text{cm}^{-1}$  berdasarkan getaran pada bidang C-O-C yang menggambarkan gugus asetil rantai utama glukomanan. Zhang *et al.*, (2001) menyatakan pita pada 1647  $\text{cm}^{-1}$  berdasarkan getaran molekul air.

Penggunaan SEM pada tepung konjak komersial yang belum dan setelah diekstraksi dengan alkohol memperlihatkan bahwa permukaan granula glukomanan hasil ekstraksi lebih cerah, bersih dan bentuk sisiknya lebih kelihatan (permukaan yang belum dicuci lebih licin) (Takigami, 2000).

Jenie dkk, (2006) melaporkan bahwa spektrum  $^1\text{H-NMR}$  dapat memberikan informasi : seperti adanya gugus – gugus fungsi yang dinyatakan dalam bentuk khas seperti jumlah dan posisi gugus fungsi dengan melihat nilai pergeseran kimia dan konstanta koplingnya. Jumlah proton dapat dilihat dari hasil integrasinya. Pengukuran spectrum  $^{13}\text{C NMR}$ , DEPT (*Distortionless Enchancement of NMR Signals by Polarization Transfer*) dapat memberikan jenis karbon primer, sekunder, tersier, dan kwartener, ( $\text{CH}_3$ ,  $\text{CH}_2$ ,  $\text{CH}$ ,  $\text{C}$ ,  $\text{O-C}$ ,  $\text{C} = \text{O}$ ,  $\text{H-C}=\text{O}$ ,  $-\text{CONH}$ ,  $-\text{COOH}$  dan  $-\text{COOR}$ ) dengan melihat nilai pergeseran kimianya.

Karbohidrat terlarut dalam  $\text{D}_2\text{O}$  untuk melepaskan proton dari senyawa fungsional seperti hidroksil atau amida untuk menyederhanakan spektra. Secara tradisional sejumlah residu monosakarida diduga berdasarkan 1D. Resonansi proton anumerik ditemukan pada ring 5 ppm dan proton ring pada range 3,3 – 4,1 ppm (Jacobse, 2007). Glukomanan telah diketahui senyawanya, maka cukup dianalisa dengan data spektrum  $^1\text{H-NMR}$  atau  $^{13}\text{C NMR}$ .

Proton gugus glukosa dan manosa ( $\text{H}_2 - \text{H}_6$ ) terjadi pada pergeseran kimia pada  $\delta$  3,3 – 4,1 ppm, sedangkan karbon anumerik ( $\text{C}_1$ ) mempunyai proton pada pergeseran kimia sekitar 5 ppm (Jacobsen, 2007). An *et al.* (2011) menemukan pergeseran kimia spektrum  $^1\text{H NMR}$  *Amorphophallus corrugatus* berkisar pada 3,9 – 4,6 ppm untuk  $\text{H}_2 - \text{H}_6$ , pergeseran kimia pada  $\text{H}_1$  berkisar pada 5 – 5,9 ppm. Teleman, Nordstrom, Tenkanen, Jacobs and Dahliman (2003) menyebutkan

bahwa spektrum proton glukomanan berkisar pada pergeseran kimia 3,3 – 5,5 ppm.

Spektroskopi  $^{13}\text{C NMR}$  resolusi tinggi merupakan teknik yang dapat memberikan informasi mengenai komposisi dan posisi dari glukosa-manosa pada pembentukan glukomanan (Katsuraya *et al.* 2003; Vieira and Gil, 2005). Menurut Katsuraya *et al.*, (2003) rasio unit manosa : glukosa adalah 2 :1 dengan drajat cabang kira-kira 8% yang dianalisa menggunakan spektroskopi  $^{13}\text{C NMR}$ . Hal ini berdasarkan pada deteksi ikatan  $\beta$  dari karbon C-1 dan C-6 pada unit glukosil.

Optimasi ekstraksi glukomanan menggunakan metode respon permukaan telah dilakukan dengan pelarut etanol (Faridah, 2012). Hasil yang telah didapatkan adalah waktu ekstraksi 4.16 (jam), kadar glukomanan 80,17%, viskositas 9733,33 kadar oksalat 0,077 (Faridah, 2012). Hal ini sangat menguntungkan, namun perlu untuk mengetahui mikrostruktur, gugus fungsi, dan struktur molekul glukomanannya menggunakan SEM-EDX, FT-IR,  $^1\text{H NMR}$  dan  $^{13}\text{C NMR}$ . Teknik ini juga telah digunakan untuk mengidentifikasi konjak glukomanan.

## METODOLOGI

Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah tepung porang dan porang glukomanan hasil optimasi ekstraksi (Faridah, 2012). Optimasi ekstraksi dilakukan menggunakan respon permukaan (Faridah, 2012). Peralatan yang digunakan FTIR (FTIR-8400S) dan SEM-EDX (JSM T-100, JEOL, Jepang), dan *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) ECA 500. Penelitian dilaksanakan di laboratorium kimia Universitas Brawijaya (FTIR), SEM-EDX dilakukan di Universitas Negeri Malang dan NMR dilakukan di LIPI PUSPIPTEK, Serpong.

### Identifikasi glukomanan menggunakan SEM-EDX, FTIR dan NMR

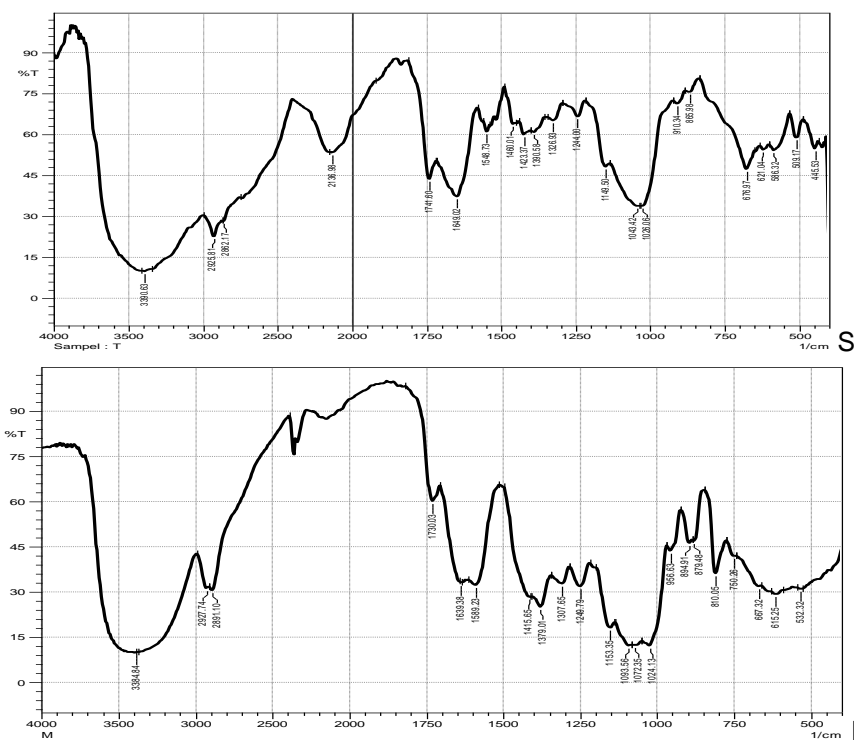
Tepung porang dan porang glukomanan dianalisa menggunakan *Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) (*Instruction Manual FEI type Inspect S50*) dan gugus fungsional dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) (*Instruction Manual IR Prestige-21*, 2002), dan *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) (*Instruction Manual Joel ECA 500 Hz*). Jenis sampel yang digunakan pada analisa SEM dan FTIR, yaitu tepung porang (sampel) sebelum diekstraksi dan porang glukomanan hasil ekstraksi. Analisa NMR hanya dilakukan pada porang glukomanan hasil ekstraksi (sampel sebelum

diekstraksi tidak dapat dilakukan karena kadar glukomanan masih rendah).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR)

Gambar 1 menunjukkan spektrum dari tepung porang (sampel) dan porang glukomanan hasil ekstraksi, sedangkan analisa gugus fungsionalnya disajikan pada Tabel 1.



Gambar 1. Perbandingan Spektrum FTIR Tepung Porang Sampel (S) dan Optimasi Ekstraksi (K),

Spektrum glukomanan pada tepung porang atau sampel menunjukkan pita pada  $3390,63 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan jenis getaran OH stretch; pita pada  $1460,01 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan pita  $\text{CH}_2$  bend; pita pada  $1741,60 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan jenis getaran  $\text{C}=\text{O}$  stretch sym; dan pita pada  $1026,06$ ;  $1043,42 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan jenis getaran  $\text{C}-\text{O}-\text{C}$  stretch eter siklis. Spektrum glukomanan pada hasil ekstraksi mengalami pergeseran pada semua jenis vibrasi dibanding dengan spektrum pada sampel.

Menurut Huiqun *et al.* (2007), didalam glukomanan terdapat bilangan gelombang  $3336 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan jenis getaran  $-\text{OH}$ ; bilangan gelombang  $2922$ ,  $1376$ ,  $1062 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan jenis getaran  $-\text{CH}_2-$ ; bilangan gelombang  $1735 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan jenis getaran  $\text{C}=\text{O}$  dan bilangan gelombang  $1151$ ,  $1027 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan jenis getaran  $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ . Gugus fungsi glukomanan juga terdapat bilangan gelombang  $3400 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan jenis getaran  $-\text{OH}$ ; bilangan gelombang  $2887$ ,  $1376$ ,  $1062 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan jenis getaran  $-\text{CH}_2$  (Yu *et al.*, 2007). Bilangan gelombang

$1736 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan jenis getaran  $\text{C}=\text{O}$  (Wen *et al.*, 2009) bilangan gelombang  $1647 \text{ cm}^{-1}$  merupakan pembentukan molekul  $\text{H}_2\text{O}$  (Zhang *et al.*, 2001) dan bilangan gelombang  $1020 \text{ cm}^{-1}$  berdasarkan jenis getaran  $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ .

Spektrum inframerah pada Gambar 1. menunjukkan bahwa glukomanan pada hasil ekstraksi maserasi mempunyai beberapa jenis vibrasi yang sama dengan sampel (tepung porang). Spektrum glukomanan yang didominasi tipe getaran gugus OH dengan tipe melebar terjadi pada kisaran  $3384,84 \text{ cm}^{-1}$  untuk hasil ekstraksi, dan  $3390,63 \text{ cm}^{-1}$  untuk tepung porang. Zhang *et al.* (2001) menyatakan bahwa spektrum glukomanan didominasi dengan tipe getaran bidang gugus OH dengan pita melebar yang terjadi pada bilangan gelombang sekitar  $3396 \text{ cm}^{-1}$ .

Perbedaan yang terlihat pada grafik FTIR (Gambar 1 dan Tabel 1), yaitu terjadi pergeseran bilangan gelombang pada masing-masing getaran dan semakin tinggi kadar glukomanan (hasil ekstraksi), maka semakin tajam peak penanda glukosa-manosa, yaitu

bilangan gelombang 810,05; 894,91 cm<sup>-1</sup> (hasil ekstraksi), 865,98; 910,34 (sampel). Dengan perkataan lain spektrum penanda glukomanosa pada hasil ekstraksi sangat jelas, dibandingkan dengan spektrum pada sampel (tepung porang). Spektrum inframerah pita pada 810,05 dan 894,91 cm<sup>-1</sup> berdasarkan getaran C-H bend kel. bid. merupakan polisakarida yang menunjukkan glukomanan pembentuk ikatan glikosidik tipe  $\beta$ . Menurut Xu *et al.* (2007), pita pada 894 cm<sup>-1</sup> menandakan adanya ikatan glikosidik tipe  $\beta$  pada polisakarida dan pita ini merupakan karakteristik pita karbohidrat. Sedangkan Widjanarko *et al.* (2011) mengemukakan bahwa manosa dan glukosa pada glukomanan pada bilangan gelombang 808,12 dan 875,62

cm<sup>-1</sup> memberikan bentuk  $\beta$  pyranosa yang ditandai oleh jenis getaran C-H bend.

Perbandingan antara tepung porang dan hasil ekstraksinya ditunjukkan pada Gambar 1 dan Tabel 1, bahwa gugus fungsi ester pada bilangan gelombang 1741,60 (tepung porang) dan 1730,03 cm<sup>-1</sup> (hasil ekstraksi) dengan jenis vibrasi C=O. Huiqun *et al.* (2007) mengemukakan bahwa bilangan gelombang 1735 cm<sup>-1</sup> merupakan jenis vibrasi C=O didalam konjak glukomanan. Sedangkan Chen, Liu, and Zhuo (2005) meneliti mengenai sintesis dan sifat sistem hidrogel pada konjak glukomanan yang dibuat untuk kecernaan obat pada usus besar. Hasil penelitian menunjukkan bahwa bilangan gelombang 1742 cm<sup>-1</sup> merupakan jenis vibrasi C=O pada karbonil.

**Tabel 1. Analisis Gugus Fungsional Tepung Porang dan Glukomanan Porang Hasil Ekstraksi Maserasi**

Jenis Vibrasi	Sampel atau Tepung Porang (S)	Hasil Ekstraksi (M) <sub>2</sub>
	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )
CH bend kel. bid.	865,98; 910,34	810,05; 894,91;
C-O-C stretch eter siklis	1026,06 ; 1043,42	1024,13
C-OH stretch	1149,50	1072,35; 1093,56; 1153,35
C-O-C stretch alkil-aril eter	1244,00	1249,79
CH <sub>2</sub> bend	1460,01	1415,05
C=O stretch sym	1741,60	1730,03
OH stretch	3390,63	2891,10; 2927,74; 3384,84

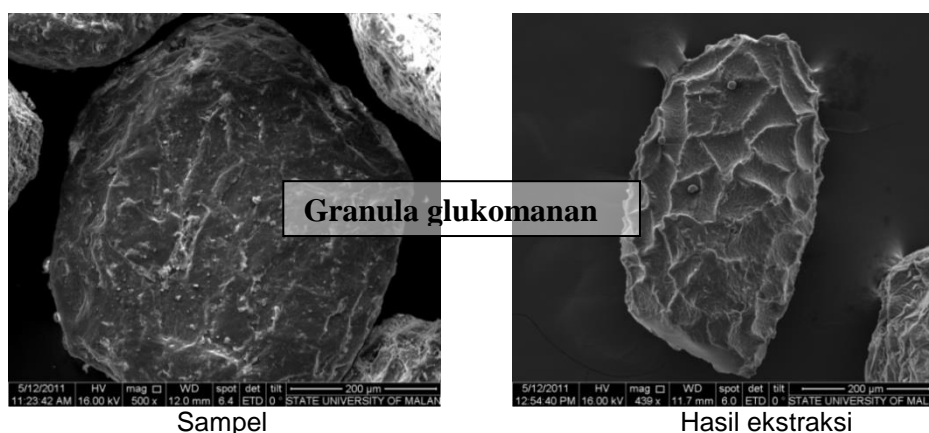
Hasil penelitian Yu *et al.* (2007) menunjukkan bahwa glukomanan mempunyai tipe getaran bidang C-O-C pada glukomanan murni yang menggambarkan gugus asetil rantai utama glukomanan. Sedangkan Huiqun *et al.* (2007) menyatakan bahwa bilangan gelombang 1735 cm<sup>-1</sup> berdasarkan jenis getaran C=O stretching merupakan glukomanan murni yang menggambarkan gugus asetil rantai utama glukomanan.

Gambar 1 dan Tabel 1 memperlihatkan pada hasil ekstraksi penanda gugus asetil pada bilangan gelombang 1249,79 cm<sup>-1</sup> dan bilangan gelombang 1730,03 cm<sup>-1</sup>. Yu *et al.* (2007) melaporkan gugus asetil pada glukomanan, yaitu pada tipe getaran bidang C-O-C dan Huiqun *et al.* (2007) juga pada tipe getaran C=O bilangan gelombang 1735 cm<sup>-1</sup>, serta bilangan gelombang 1093,56 cm<sup>-1</sup> berdasarkan jenis getaran C-OH stretch.

#### Pengamatan dengan SEM-EDX

Pada Gambar 2 menunjukkan bahwa ukuran granula pada tepung porang kasar (sampel) maupun optimasi tepung porang hasil ekstraksi metode maserasi dan maserasi ultrasonik memiliki ukuran granula yang relatif sama dan bentuk utuh dan seragam. Takigami (2000) dan Cheng *et al.* (2007) menyatakan bahwa bentuk granula tepung konjak glukomanan adalah utuh, tidak beraturan. Pengukuran lebih lanjut secara acak terhadap lima granula menghasilkan rerata ukuran granula glukomanan pada tepung porang berkisar antara 332,8 – 400,8 ( $\pm 28,78$ )  $\mu\text{m}$ . Liu *et al.* (2010) menyebutkan bahwa ukuran granula konjak glukomanan 50 – 150  $\mu\text{m}$ . Kecepatan daya larut porang glukomanan hasil ekstraksi 812 detik dan pada tepung porang selama 1205 detik.



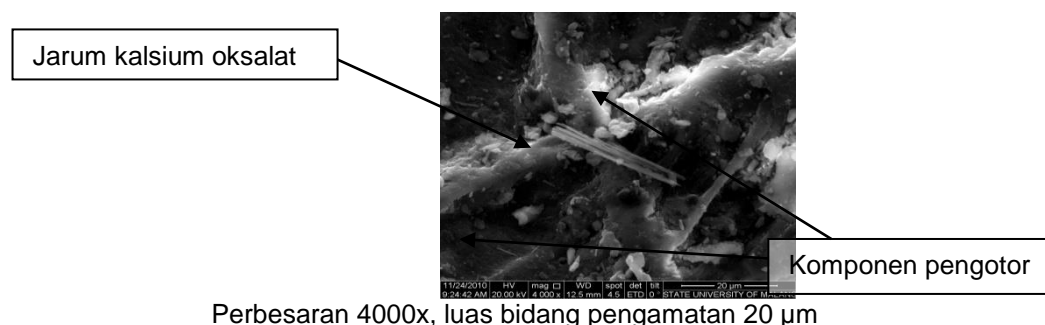


**Gambar 2.. Granula Glukomanan Hasil Optimasi, Pengamatan SEM dengan Perbesaran 500 x**

Pada Gambar 2 juga memperlihatkan bahwa granula tepung hasil ekstraksi lebih bersih (bentuk sisik jelas) dibandingkan granula tepung porang atau sampel (permukaan licin/tidak terlihat sisiknya). Hasil penelitian Takigami (2000) juga menunjukkan bahwa permukaan granula glukomanan setelah dilakukan ekstraksi lebih bersih dan bentuk sisiknya lebih kelihatan (permukaan granula yang belum dicuci lebih licin).

Tepung porang hasil ekstraksi menunjukkan permukaan yang lebih bersih,

sehingga semakin terlihat tekstur permukaan granula yang kasar dan bergelombang. Sedangkan tepung porang atau sampel masih tampak banyak pengotor di permukaan granula, bahkan tampak kristal kalsium oksalat berbentuk jarum yang masih menempel (Gambar 3). Takigami *et al.* (1997) dan Sengbusch (2008) juga menemukan kristal asam oksalat pada umbi konjak berbentuk jarum.



Perbesaran 4000x, luas bidang pengamatan 20  $\mu\text{m}$

**Gambar 3. Pengamatan SEM Kristal Asam oksalat Berbentuk Jarum**

### 3 Identifikasi $^1\text{H}$ NMR dan $^{13}\text{C}$ NMR

Spektrum  $^1\text{H}$  NMR memperlihatkan adanya gugus glukosa dan manosa. Proton gugus glukosa dan manosa (H2 – H6) terjadi pada pergeseran kimia pada  $\delta$  3,29 – 4,04 (Tabel 3) untuk porang glukomanan hasil ekstraksi maserasi. Proton gugus glukosa (H1) hanya terlihat pada pergeseran kimia  $\delta$  4,45 ppm. Proton gugus manosa (H1) tidak terlihat, kemungkinan tumpang tindih dengan signal air (Tabel 3 dan 4). Gottlieb *et al.* (1997) dan Jenie *et al.* (2006) menyebutkan bahwa pelarut  $\text{D}_2\text{O}$  menunjukkan signal proton pada pergeseran kimia pada  $\delta$  4,8, sehingga bahan alam yang larut air sering tertutup signal protonnya pada daerah ini.

Hampir semua karbon gugus glukosa-manosa mempunyai proton (H2 – H6) dengan pergeseran kimia berkisar  $\delta$  3,3 – 4,1 ppm, sedangkan karbon anumerik (C1) mempunyai proton pada pergeseran kimia sekitar 5 ppm (Jacobsen, 2007). An *et al.* (2010) menyatakan bahwa pergeseran kimia proton gugus glukosa manosa (H2 – H6) pada glukomanan dari *Amorphophallus paeoniifolius* pada 3,2 – 3,7 dan proton glukosa/manosa (H1) pada pergeseran kimia 4,99/5,05. Hua *et al.*, (2004) menyatakan bahwa pergeseran kimia proton gugus glukosa manosa (H2 – H6) pada glukomanan dari *Dendrobium officinale* pada 3,3 – 4 dan proton glukosa/manosa (H1) pada pergeseran kimia 4,4/4,6.

**Tabel 2.**  $^1\text{H}$  and  $^{13}\text{C}$  NMR data Pergeseran Kimia ( $\delta$  ppm) dari Tepung Porang Hasil Ekstraksi Maserasi

Signal s	Mannose		Glucose	
	$^1\text{H}$	$^{13}\text{C}$	$^1\text{H}$	$^{13}\text{C}$
H1/C1	a	100.21; 100.15; 100.11	4.45	102.72; 102.49; 102.39
H2/C2	3.29 – 4.04	71.00; 70.77; 70.48	3.29 – 4.04	71.58
H3/C3		72.93; 72.79		73.94; 73.13;
H4/C4		76.77; 76.42; 76.00		78.47; 78.42; 78.29
H5/C5		75.45; 75.20; 75.03;		74.95; 74.86; 74.67
H6/C6		60.50; 60.28		61.01

Keterangan : a. tidak terlihat kemungkinan tumpang tindih dengan signal air pada daerah 5 ppm.

Hasil pengukuran  $^{13}\text{C}$  NMR menunjukkan adanya beberapa gugus glukosa dan manosa. Nilai geseran kimia pada  $\delta$  (102.72; 102.49; 102.39) resonansi residu  $\beta$  D glukosa dan  $\delta$  (100.21; 100.15; 100.11) resonansi residu D-manosa, menunjukkan gugus anomerik karbon dari glukosa dan manosa (Tabel 2). Hal ini masih sesuai dengan pernyataan Jacobsen, (2007) bahwa karbon anomerik glukosa, memiliki pergeseran kimia  $^{13}\text{C}$  di kisaran 90-110 ppm, sedangkan Katsuraya *et al.*, (2003) melaporkan karbon tetangganya (C2-C6) berkisar 60-80 ppm, 61,4 – 79,6 ppm pada konjak glukomanan. Capek (2009) menyebutkan bahwa pengukuran  $^{13}\text{C}$  NMR menunjukkan signal karakteristik anomerik glukomanan dari *Salvia officinalis* pada pergeseran kimia  $\delta$  103,4 resonansi residu  $\beta$  D-glukosa dan 100,6 ppm resonansi residu D-manosa. Sedangkan Katsuraya *et al.* (2003) konjak glukomanan karakteristik anomerik (C1) pada pergeseran kimia pada  $\delta$  104,1; 103,9 ppm residu  $\beta$  D-glukosa dan 101,2 ppm residu  $\beta$  D-manosa dan (Vieira and Gill, 2005)  $\delta$  101,6 ppm residu  $\beta$  D glukosa dan 99,1 ppm residu  $\beta$  D-manosa.

Pergeseran kimia C4 untuk unit glukosa dan manosa yang terlibat dalam ikatan glikosidik muncul di 78,47; 78,42; 78,29 ppm dan 76,77; 76,42; 76,00 ppm, yang relatif *downfield* (medan rendah) (Tabel 2). Glukomanan dari *Amorphophallus panomensis* juga mempunyai pergeseran kimia C4 pada unit glukosa manosa yang hampir sama, yaitu pada 79,87 dan 79,56 ppm (An *et al.*, 2010). Konjak glukomanan pergeseran kimia C4 pada unit glukosa/manosa, yaitu 77,5/75,5 (Viera and Gil, 2005) dan pada 79,6; 79,3/77 ppm (Katsuraya *et al.*, 2003).

Tepung hasil ekstraksi mempunyai resonansi pergeseran kimia pada ppm (75,45; 75,20 75,03), (72,93; 72,79), (71; 70,77; 70,48) berturut-turut C5, C3 dan C2 residu manosa

serta karakteristik resonansi C5, C3 dan C2 pada residu  $\beta$  1-4 glukosa masing-masing ada pada (74,95; 74,86; 74,67), (73,94; 73,13), 71,58 ppm (Tabel 2). An *et al.* (2010) menemukan resonansi pergeseran kimia masing-masing C5, C3 dan C2 pada 74,33, 72,70 dan 71,51 residu manosa, pada 74,88, 73,37 dan 70,27 ppm  $\beta$  1-4 residu glukosa.

Sinyal dalam medan magnet tinggi pada (60,5; 60,28)/61,01 ppm yang dihasilkan oleh resonansi C6 dari residu manosa/glukosa. Resonansi C6 dari residu manosa-glukosa untuk glukomanan dari *A. paeoniifolius* pergeseran kimianya pada 60,77/61,14 ppm (An *et al.*, 2010), 60,9/60, 7 ppm (Hua *et al.*, 2004); 60,5 ppm residu manosa/glukosa overlap (Viera and Gil, 2005).

Selain itu, sinyal intensitas rendah kemungkinan pada pergeseran kimia 181,4 ppm dan 23,1 ppm gugus asetil pada C-6 residu glukosa atau manosa. Hua *et al.* (2004) menemukan bahwa gugus kelompok asetil pada pergeseran kimia 20,6–21 ppm and 173.2–173.8 ppm. Dengan demikian, struktur linear glukomanan terdiri dari unit  $\beta$  1,4 D-mannosa dan D-glukosa dengan rantai cabang asetil.

## KESIMPULAN

Tepung porang (sampel) dan hasil ekstraksi mempunyai gugus fungsi yang identik, hanya terjadi pergeseran bilangan gelombang dan ketajaman grafik pada gugus fungsi penanda glukomanan. Semakin tajamnya grafik penanda glukomanan, maka semakin tingginya kadar glukomanan.

Gugus fungsi glukosa-manosa hasil ekstraksi mempunyai spektrum bilangan gelombang, yaitu 810,05 – 894,91  $\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan gugus fungsi asetilnya, yaitu pada bilangan gelombang 1730, 03  $\text{cm}^{-1}$  tipe getaran bidang C=O. Pada tipe getaran bidang C-O-C mempunyai bilangan gelombang, yaitu

1249,79 cm<sup>-1</sup> Spektrum gugus fungsi glukosa manosa akan semakin tajam dengan semakin tingginya kadar glukomanan pada porang glukomanan.

Mikro stuktur granula tepung porang (sampel), porang glukomanan hasil ekstraksi memiliki tingkat kebersihan yang semakin tinggi atau komponen pengotor semakin sedikit.

Porang glukomanan hasil optimasi ekstraksi menunjukkan hasil spektrum yang jelas yaitu memiliki gugus glukosa-manosa yang mempunyai proton (H) dengan pergeseran kimia berkisar  $\delta$  3,29 – 4,45. Hasil pengukuran <sup>13</sup>C NMR pada porang glukomanan menunjukkan adanya beberapa gugus glukosa dan manasa. Gugus asetil porang glukomanan pergeseran kimia 181,4 ppm dan 23,1 ppm pada C-6 residu glukosa atau manosa. Identifikasi tepung porang dengan NMR memperkuat hasil dari identifikasi FTIR.

## PUSTAKA

- An N.T., D.T. Thien, N.T. Dong, P.L. Dung, and N.V. Du. 2010. Characterization of glucomannan from some *Amorphophallus* species in Vietnam. *Carbohydrate Polymers*, **80** : 308–311.
- \_\_\_\_\_. 2011. Isolation and Characteristics of polysaccharide from *Amorphophallus corrugatus* in Vietnam, *Carbohydrate Polymers*, **84** : 64–68.
- Anonymous. 2006. What is Konjac Flour. [http://www.konnyaku.com/e\\_data/konjac2.html](http://www.konnyaku.com/e_data/konjac2.html). 6 Juni 2009
- Capek, P. 2009. A water soluble glucomannan isolated from an immunomodulatory active polysaccharide of *Salvia officinalis* L, *Carbohydrate Polymers*, **75** : 356–359.
- Chen, L.G, Z.L. Liu, and R.X. Zhuo. 2005. Synthesis and properties of degradable hydrogels of konjac glucomannan grafted acrylic acid for colon-specific drug delivery, *Polymer*, **46** : 6274–628.
- Cheng. L.H., A.A. Karim, C.C. Seow. 2007. Effects of acid modification on physical properties of konjac glucomannan (KGM) films. *J. Food Chemistry*, **103** : 994 – 1002.
- Faridah, 2012. *Optimasi pemurnian glukomanan dari umbi porang (Amorphophallus muelleri) dan aplikasinya pada pembuatan mi komposit*. Disertasi. Teknologi Hasil Pertanian. Universitas Brawijaya. Malang
- Gao, S.J and K. Nishinari. 2004. Effect of degree of acetylation on gelation of konjac glucomannan, *Biomacromolecules*, **5**: 175-185.
- Gottlieb H.E, V. Kotlyar and A. Nudelman. 1997. NMR chemical shifts of common laboratory solvents as trace impurities, *J. Org. Chem.*, **62**: 7512-7515.
- Hua, Y.F., M. Zhang, C.X. Fu, Z.H. Chen and G.Y.S. Chan. 2004. Structural characterization of a 2-O-acetylglucomannan from *Dendrobium officinale* stem, *Carbohydrate Research*, **339** : 2219–2224.
- Huiqun, Y., H. Yihong, Y. Hou and X. Chaobo. 2007. Preparation and Characterization of a Quaternary Amonium Derivative of Konjac Glucomannan, *Carbohydrate Polymers*, **69**: 29-40.
- Jacobsen, N.E. 2007. NMR Spectroscopy Explained. John Wiley & Sons. Canada.
- Jenie, U.A., L.B.S. Kardono, M. Hanafi, R.J. Rumampuk and A. Darmawan. 2006. Teknik Modern Spektroskopi NMR. LIPI Press. Jakarta.
- Katsuraya, K., K. Okuyama, K. Hatanaka, K. Oshima, T. Sato and K. Matsuzaki. 2003. Contitution of konjac glucomannan: chemical analysis and <sup>13</sup>C NMR spectroscopy, *Carbohydrate polymers*, **53**:183-189
- Kohyama, K., H. Lida and K. Nishinari. 1993. A mixed system composed of different molecular weights konjac glucomannan and kappa carrageenan: large deformation and dynamic viscoelastic study, *Food Hydrocolloids*, **7** (3): 213-226.
- Liu, F, X. Luo and X. Lin. 2010. Adsorption of tannin from aqueous solution by deacetylated konjac glucomannan, *Journal of Hazardous Materials*, **178** : 844–850.

- Sengbusch, P.V. 2008. Crystalline Inclusions. [www.biologie.uni-humburg.de/b-online/e04/kristall.htm](http://www.biologie.uni-humburg.de/b-online/e04/kristall.htm). 14 Juni 2009.
- Takigami, S. 2000. Handbook of Hydrocolloids; Konjak Mannan, CRC Press. Washington DC.
- Takigami, S., T. Takiguchi and G.O. Phillips. 1997. Microscopical studies of the tissue structure of konjac tubers, *Food Hydrocolloids*, **11** (4): 479-484.
- Teleman A., M. Nordstrom, M. Tenkanen, A. Jacobs and O. Dahlman. 2003. Isolation and characterization of O-acetylated glucomannans from aspen and birch wood, *Carbohydrate Research*, **338** : 525–534.
- Vieira, M.C. and A.M. Gil. 2005. A solid state NMR study of locust bean gum galactomannan and konjac glucomannan gels, *Carbohydrate Polymers*, **60** : 439–448.
- Wen X., X. Cao, Z. Yin, T. Wang and C. Zhao. 2009. Preparation and characterization of konjac glucomannan–poly(acrylic acid) IPN hydrogels for controlled release, *Carbohydrate Polymers*, **78** : 193–198.
- Widjanarko, S.B., A. Nugroho and T. Estiatih. 2011. Functional Interaction Components of Protein Isolates and Glucomannan in Food Bars by FTIR and SEM Studies, *African Journal of Food Science*, **5** (1): 12 – 21.
- Xu, Z., Y. Sun, Y. Yang, J. Ding and J. Pang. 2007. Effect  $\gamma$ -irradiation on some physicochemical properties of konjac glucomannan, *Carbohydrate Polym.*, **70**: 444-450.
- Xu, C., X. Luo, X. Lin, X. Zhuo and L. Liang. 2009. Preparation and characterization of polylactide/thermoplastic konjac glucomannan blends, *Polymer*, **50** : 3698–3705.
- Yang, X. H., W.L. Zhu and J.F. Yan. 2006. A time-temperature rheological study of konjac glucomannan hydrocolloid, *Journal of Biomaterial Science*, **17** (1-2): 53–59
- Yu, H., Y. Huang, H. Ying and C. Xiao. 2007. Preparation and characterization of a quaternary ammonium derivative of konjac glucomannan, *Carbohydrate Polym.*, **69**: 29-40.
- Zhang, H., M. Yoshimura, K. Nishinari, M.A.K. Williams, T.J. Foster and I.T. Norton. 2001. Gelation behaviour of konjac glucomannan with different molecular weights, *Biopolymer*, 59:38-50.