

OPTIMASI PROSES *WINTERIZING OLEIC ACID* DENGAN MENGUNAKAN METODE *RESPONSE SURFACE*

Hazimah¹ dan Evanto Ginting²

^{1,2} Program Studi Teknik Industri Universitas Putera Batam

email : hazimahima1987@gmail.com

Abstract

Winterizing is a limited form separation of saturated fatty acids and unsaturated fatty acids, to remove wax and fat has a higher boiling point. To obtain the product specifications, parameters must be control is cloud point ≤ 7 °C. Response surface method use as a tool to determine the optimum operating conditions in the process of winterizing, the control parameter C16 feed composition, temperature, time. Feed C16 varied 19%, 20%, 21%, temperature varied 10 °C, 10 °C, 11 °C, time varied 14 hours, 14,5 hours, 15 hours for order I and central composite disgn in order II. The results showed feed C16 and temperature are significantly influence the cloud point. Model is $Y = 6.920 + 1,429X1 + 0,636X2 + 1,030X22 + 1,080X12 - 0,650X1X2$. Winterizing process optimization point C16 feed obtained 19.20% and temperature 9.93 °C.

Keywords: *Response surface, cloud point, C16 feed, temperature.*

1. Pendahuluan

Semakin meningkatnya jumlah produksi *oleic acid* seiring dengan peningkatan permintaan dari pelanggan, sedangkan industri sejenis sudah mulai dikembangkan di dalam negeri maupun di luar negeri. Hal itu yang memicu adanya persaingan yang sangat ketat dalam hal pemasaran produk *oleic acid*. Produk dengan kualitas kemurnian yang tinggi menjadi syarat mutlak untuk bisa dipasarkan kepada pelanggan, dan hal ini menjadi fokus utama dari pihak produsen agar dapat memenangkan persaingan dalam pasar global. Untuk mendapatkan produk dengan kemurnian yang tinggi, *oleic acid* ini harus melalui beberapa tahapan proses, diantaranya melalui proses kristalisasi yaitu proses pemisahan *oleic acid* dengan asam lemak jenuh. *Fatty acid* dibuat dari minyak sawit (CPKO) melalui *hydrolysis, distillation, winterizing* (Ritonga, M.Y., 2010).

Dalam proses kristalisasi secara *steady state*, terdapat beberapa aspek yang harus diperhatikan untuk kontrol kolom kristalizer yang beroperasi secara kontinyu. Desain *winterization* proses, laju pendinginan, temperature kristalisasi, pengadukan berperan signifikan dalam pemisahan antara *oleic acid* dengan asam lemak jenuh lainnya. Parameter untuk kondisi ini harus ditentukan secara terpisah untuk masing-masing produk untuk pengendalian proses (O'Brien, R. D., 2009). Disamping kemurnian yang tinggi, salah satu spesifikasi yang menjadi tuntutan pelanggan dari produk *oleic acid* ini adalah *cloud point*. *Cloud point* adalah suhu di mana awan atau kabut kristal muncul ketika asam lemak didinginkan, dan ada korelasinya dengan derajat asam lemak tidak jenuh, semakin tinggi nilai *cloud point* menunjukkan semakin tinggi kandungan asam lemak jenuh

atau sebaliknya semakin rendah nilai *cloud point* menunjukkan semakin rendah kandungan asam lemak jenuh (Ritonga, M.Y., 2010). Kualitas produk *oleic acid* hasil dari proses *winterizing* mengalami kenaikan kadar *cloud point* selama satu bulan. Kondisi ini terjadi sebagai akibat dari perubahan parameter yaitu kandungan feed C16 yang bervariasi, suhu pendinginan yang tinggi dan waktu kristalisasi yang bervariasi. Penelitian ini bertujuan menentukan mengetahui nilai optimum parameter *feed C₁₆*, *final temperature* dan waktu kristalisasi pada proses *winterizing oleic acid*.

2. Landasan Teori

2.1. Winterizing

Wintering merupakan bentuk terbatas dari pemisahan asam lemak jenuh maupun asam lemak tidak jenuh. Proses ini digunakan untuk menghilangkan *wax* dan asam lemak yang mempunyai titik didih lebih tinggi, khususnya untuk minyak nabati. Contohnya minyak bunga matahari dan minyak jagung yang hanya sedikit mengandung *wax*, jika didinginkan akan berubah bentuk seperti awan putih atau mulai membeku (Grandison, A.S. and M.J. Lewis, 2006).

Lain halnya dengan *cottonseed oil* yang kaya akan kandungan asam lemak jenuh. Tanpa melalui proses *wintrizing* asam lemak yang mempunyai titik didih tinggi tidak akan terpisahkan, hal ini dapat mengakibatkan pembekuan pada proses penyimpanan di tanki, *cottonseed oil* akan membeku pada suhu 10-15 °C. Sekarang ini *winterisation cottonseed oil* dilakukan pada suhu dingin, sejumlah *stearin* akan terbentuk (Grandison, A.S. and M.J. Lewis, 2006). Proses pengolahan pada *winterizing* terdiri dari beberapa langkah-langkah yaitu *feed oil heating*, *crystal formation under controlled cooling*, *crystal growth*, *crystal maturation*, *filtrasi*, *storage*.

2.2. Reaksi Esterifikasi

Esterifikasi adalah proses untuk mengubah asam lemak bebas atau *fatty acid* menjadi alkil ester atau *biodiesel*. Esterifikasi dapat dilakukan dengan katalis asam seperti HCl dan H₂SO₄, dengan pertimbangan kemudahan pemisahan dan ekonomis maka alternatif lain dapat menggunakan katalis *heterogen*. Katalis *heterogen* yang dapat digunakan dalam pembuatan *biodiesel* seperti *clay* dan *zeolit* (Viele, E.L dkk, 2013).

Tipe *zeolit* yaitu H-ZSM-5, *zeolit* Y, dan *zeolit* beta sebagai katalis untuk esterifikasi asam laurat (*dodecanoic acid*) dengan *2-etilheksanol* dihasilkan konversi lebih tinggi 1-4% dibandingkan tanpa katalis. *Zeolit* ZSM-5 (HMFI) dan *mordenit* (HMOR) sebagai katalis esterifikasi untuk mengkonversi asam oleat menjadi *biodiesel* dengan konversi 80%. Menggunakan katalis *zeolit* Al-MCM-41 *mesopori* untuk reaksi esterifikasi asam palmitat dengan metanol menghasilkan metil palmitat dengan konversi 79% (Kartika, D. dan Senny, W., 2012).

2.3. Fatty Acid

Komponen utama yang terkandung dalam lemak dan minyak nabati adalah trigliserida. Kandungan terkecil termasuk monogliserida dan digliserida, *free fatty acid*, *pospatides*, *sterol*, lemak larut dalam vitamin, tokoperol, *pigment*, *wax*, dan *fatty alcohol*. Trigliserida terdiri dari *fatty acid* yang melekat pada molekul gliserol (Strayer, D., 2006). Kandungan trigliserida didominasi oleh *fatty acids* dalam bentuk ester gliserol. Seratus gram *fat* atau *oil* akan menghasilkan lebih kurang 95 gram *fatty acid*. Karakteristik kimia dan fisika *fatty acid* sangat dipengaruhi oleh komponen-komponen yang terkandung di dalamnya. *Fatty acid* didominasi oleh asam lemak jenuh dan asam lemak tidak jenuh dengan jumlah atom karbon genap (Strayer, D., 2006).

Minyak nabati hanya mengandung sedikit jumlah atom yang bercabang dan melingkar, jumlah atom karbon ganjil umumnya ditemukan pada minyak hewan. *Fatty acid* dibedakan menjadi asam lemak jenuh dan asam lemak tidak jenuh, kedua jenis ini mempunyai sifat fisik dan kimia yang berbeda. Jumlah atom karbon pada asam lemak berkisar antara 4 sampai 22 atom karbon yang dibagi ke dalam rantai karbon pendek, rantai karbon medium, rantai karbon panjang (Strayer, D., 2006).

2.4. Cloud Point

Cloud point (titik awan) adalah *temperature* pada keadaan tertentu membentuk titik awan, sampel yang awalnya berwarna bening berubah menjadi titik embun putih mendekati tahap pembekuan. *Cloud point* merupakan parameter fisik yang sering digunakan, ini bertujuan untuk menentukan stabilitas penyimpanan pada suhu rendah (Khalid, K., et al, 2011).

2.5. Response surface methodology (RSM)

RSM adalah kumpulan teknik statistik dan matematika yang digunakan untuk mengembangkan, meningkatkan, dan mengoptimalkan proses. *RSM* juga dapat diaplikasikan dalam desain, pengembangan, dan formulasi produk baru, serta dalam perbaikan desain produk yang ada (Myers, R. and Montgomery, D., 2009). Lebih luas *RSM* sering digunakan pada dunia industri, terutama dalam situasi dimana terdapat beberapa variabel input yang berpotensi mempengaruhi pengukuran kinerja atau karakteristik kualitas dari suatu produk atau proses.

Hubungan antara respon Y dan variabel X adalah (Myers, R. and Montgomery, D., 2009):

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_k) + \varepsilon \quad (1)$$

dimana:

Y = variabel respon

X_i = variabel bebas/ faktor ($i = 1, 2, 3, \dots, k$)

ε = error

Karakteristik ukuran kinerja atau kualitas ini disebut respon, sedangkan variabel inputnya sering disebut sebagai variabel independen. Dalam aplikasinya RSM ini akan melibatkan lebih dari satu respon. Ukuran performa atau karakteristik kualitas disebut respons, yang diukur dalam skala berkelanjutan. Pada contoh gambar 2.3 (a) di bawah ini menunjukkan grafik hubungan antara variabel respon *yield* (Y) dalam proses kimia dengan dua variabel proses (atau variabel independen) yaitu waktu reaksi (X_1) dan suhu reaksi (X_2).

3. Metodologi Penelitian

3.1 Teknik Pengumpulan Data

Penelitian ini menggunakan metode analisis deskriptif kuantitatif dan pengambilan sampel dilakukan secara observasi langsung. Sampel yang digunakan terbatas pada *wintering oleic acid* pada *feed* C16. Jumlah pengambilan sampel sebanyak 20 buah dari setiap pengamatan. Pada penelitian ini ada tiga (3) variabel yang digunakan yakni variabel *dependen* (terikat), variabel *independent* (bebas) dan variabel kontrol. Variabel terikat yakni *cloud point*, sedangkan variabel bebasnya adalah Komposisi *feed* C₁₆, *final temperatur* dan waktu kristalisasi.

3.2 Metode Analisis

Langkah-langkah dalam metode *Response Surface* dapat dijelaskan sebagai berikut sebagai berikut

- a) Tahap 1
Memilih variabel-variabel faktor yang mempengaruhi respon.
- b) Tahap 2
Menentukan apakah himpunan variabel-variabel faktor menghasilkan nilai variabel respon yang mendekati optimal.
- c) Tahap 3
Membentuk model regresi orde satu dan orde dua.
- d) Tahap 4
Mencari titik stasioner dari model regresi orde II. Titik stasioner digunakan untuk mendapatkan kombinasi nilai variabel-variabel input yang menghasilkan respon optimal.
- e) Tahap 5
Mementukan keadaan optimal dari suatu sistem. Maksudnya akan ditentukan apakah nilai respon optimal yang diperoleh adalah nilai respon maksimal atau nilai respon minimal.

Titik optimum ditentukan dari persamaan mode orde II, koefisien masing-masing variabel dalam persamaan tersebut diubah ke dalam bentuk matriks (Myers, R and Montgomery, D, 2009).

$$b = \begin{vmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \end{vmatrix} \quad (2)$$

$$B = \begin{vmatrix} \beta_{11} & 1/2\beta_{12} \\ 1/2\beta_{12} & \beta_{22} \end{vmatrix} \quad (3)$$

Penentuan nilai masing-masing faktor (x) dihitung dengan persamaan berikut ini.

$$X = \left(-\frac{1}{2}\right) B^{-1} x b \quad (4)$$

Setelah titik level masing-masing faktor diketahui, maka selanjutnya adalah menentukan setting optimum dari faktor tersebut yang ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut:

$$X = \frac{\text{faktor optimum-faktor tengah}}{\text{half of range}} \quad (5)$$

4. Pembahasan

4.1. Persamaan Orde Pertama

Penelitian ini menggunakan desain eksperimen 2^k yang menghendaki adanya level rendah dan level tinggi pada faktor yang diteliti. Level tinggi dari masing-masing faktor disimbolkan dengan angka 1, sedangkan level rendah dalam masing-masing faktor disimbolkan -1.

Tabel 1. Pengkodean level orde satu

Variabel	Faktor	-1	0	+1
X1	Komposisi <i>feed</i> C16	19	20	21
X2	<i>Temperature</i>	10	10.5	11
X3	<i>Time</i>	14	14.5	15

Dari hasil perhitungan data eksperimen orde I, didapatkan bahwa faktor temperatur berpengaruh secara signifikan terhadap jumlah *cloud point*.

Tabel 2. Koefisien faktor model orde pertama

<i>Term</i>	<i>Coef</i>	<i>SE Coef</i>	<i>T-value</i>	<i>P-value</i>
<i>Constant</i>	7,4091	0,1248	59,3720	0,000
<i>Feed C16</i>	0,9800	0,1148	8,5370	0,000
<i>Temperature</i>	0,5400	0,1148	4,7040	0,001
<i>Time</i>	-0,0800	0,1148	-0,6970	0,5020

Model orde I dirumuskan menjadi $Y = 7,4091 + 0,9800X_1 + 0,5400X_2$

4.2. Persamaan Orde Kedua

Eksperimen orde II ini dilakukan sebanyak 13 perlakuan dengan rincian : 4 perlakuan berasal *cube points*, 4 perlakuan dari *axial points* dan 5 perlakuan dari *center points in cube*.

Tabel 3. Koefisien faktor model orde II

<i>Term</i>	<i>Coef</i>	<i>SE Coef</i>	<i>T-value</i>	<i>P-value</i>
<i>Constant</i>	6,920	0,121	57,234	0,000
<i>Feed C16</i>	1,429	0,135	10,572	0,000
<i>Temperature</i>	0,636	0,135	4,704	0,002
<i>Feed C16*Feed C16</i>	1,080	0,205	5,268	0,001
<i>Temperature*Temperature</i>	1,030	0,205	5,024	0,002
<i>Feed C16*Temperature</i>	-0,650	0,270	-2,404	0,047

Tabel 3 di atas memperlihatkan koefisien masing-masing faktor dan interaksinya, faktor dan juga interaksinya telah dikatakan signifikan yang ditunjukkan dari nilai P_{value} lebih kecil dari $\alpha = 0.05$. Persamaan model orde II ini dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$Y = 6,920 + 1,429X_1 + 0,636X_2 + 1,080X_1^2 + 1,030X_2^2 - 0,650X_1X_2$$

4.3. Menentukan Titik Optimum

Titik optimum untuk masing-masing faktor akan dijabarkan pada perhitungan dibawah ini:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{12}X_1X_2$$

$$Y = 6,920 + 1,429X_1 + 0,636X_2 + 1,080X_1^2 + 1,030X_2^2 - 0,650X_1X_2$$

$$b = \begin{vmatrix} 1,429 \\ 0,636 \end{vmatrix}$$

$$B = \begin{vmatrix} 1,080 & -0,325 \\ -0,325 & 1,030 \end{vmatrix}$$

$$X = \left(-\frac{1}{2}\right) B^{-1} x b$$

$$B^{-1} = \frac{1}{(1,080 \cdot 1,030) - (-0,325 \cdot -0,325)} \begin{vmatrix} 1,030 & 0,325 \\ 0,325 & 1,080 \end{vmatrix}$$

$$B^{-1} = \frac{1}{1,006} \begin{vmatrix} 1,030 & 0,325 \\ 0,325 & 1,080 \end{vmatrix}$$

$$B^{-1} = \begin{vmatrix} 0,972 & 0,323 \\ 0,323 & 1,074 \end{vmatrix}$$

$$\begin{vmatrix} X_1 \\ X_2 \end{vmatrix} = (-1/2) \begin{vmatrix} 0,972 & 0,323 \\ 0,323 & 1,074 \end{vmatrix} x \begin{vmatrix} 1,429 \\ 0,636 \end{vmatrix}$$

$$\begin{vmatrix} X_1 \\ X_2 \end{vmatrix} = (-1/2) \begin{vmatrix} 1,595 \\ 1,145 \end{vmatrix}$$

$$\begin{vmatrix} X_1 \\ X_2 \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} -0,798 \\ -0,573 \end{vmatrix}$$

Titik level masing-masing faktor diketahui, dan untuk menentukan *setting* optimasi dari faktor tersebut yang ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut :

$$X = \frac{\text{feed c16} - \text{faktor tengah}}{\text{half of range}}$$

Nilai optimum untuk variabel *feed* C16 (X_1):

$$X_1 = \frac{\text{feed c16} - \text{faktor tengah}}{\text{half of range}}$$

$$-0,798 = \frac{\text{feed c16} - 20}{1}$$

$$\text{Feed C16} = 20 - 0,798$$

$$\text{Feed C16} = 19,202$$

Dari perhitungan di atas didapatkan titik optimum untuk variable *feed* C16 adalah 19,20%. Nilai optimum untuk variabel *temperature* (X_2):

$$X_2 = \frac{\text{Temperature} - \text{faktor tengah}}{\text{half of range}}$$

$$-0,573 = \frac{\text{Temperature} - 10.5}{0,5}$$

$$\text{Temperature} = 10.5 - 0,573$$

$$\text{Temperature} = 9,927$$

Dari perhitungan di atas didapatkan titik optimum untuk variable temperatur adalah 9,93 °C.

5. Kesimpulan dan Saran

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan dari hasil penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Dari hasil uji ANOVA orde I, didapatkan hasil bahwa variabel *time* tidak berpengaruh secara signifikan terhadap respon *cloud point* dengan nilai *p-value* sebesar 0,5020. Variabel yang berpengaruh signifikan adalah *feed* C16 dan *temperature* dengan nilai *p-value* sebesar 0.000 dan 0,001.
2. Hasil penentuan nilai optimum masing-masing variabel sebagai berikut : Titik optimasi untuk variabel *feed* C16 adalah 19.20 %. Sedangkan untuk variabel *temperature* sebesar 9.93 °C

5.2 Saran

Berkaitan dengan hasil penelitian ini, maka peneliti mengajukan saran-saran sebagai berikut:

1. Eksperimen pada penelitian ini berbasis pada laju alir umpan sebesar 8000 kg/jam, sehingga kemungkinan akan menghasilkan model dan titik optimum yang berbeda jika basis laju alir umpan dan konsentrasi berubah.

2. Perusahaan bisa menerapkan parameter proses *winterizing* sesuai dengan hasil perhitungan titik optimum di atas apabila kapasitas proses *winterizing* 8000 kg/jam.

Daftar Pustaka

- Grandison, A.S. and M.J. Lewis. 2006. *Separation Processes In The Food And Biotechnology Industries*. First Edition.
- Kartika Dwi and Senny Widyaningsih. 2012. Konsentrasi Katalis dan Suhu Optimum Pada Reaksi Esterifikasi Menggunakan Katalis Zeolit Alam (ZAH) dalam Pembuatan Biodisel dari Minyak Jelantah, *Jurnal Natur Indonesia*. 14(3).
- Khalid, K., Mushaireen, M., Kamaruzaman, J., Rahman, A., Zetty, M., and Azlina, S. 2011. Lowering of Palm Oil Cloud Point by Enzymatic acidolysis, *World Applied Journal*. 28 (31).
- Myers, R. and Montgomery, D. 2009. *Response Surface Methodology Process and Product Optimization Using Designed Experiments*. Third Edition. A John Wiley & Son, Inc. Canada.
- O'Brein, Richard, D. 2009. *Fats and Oils: Formulating and Processing for Applications*, Third Edition. CRC pres. United State of America. https://books.google.co.id/books?id=3wpHj3mvra8C&pg=PA540&lpg=A540&dq=process+winterizing+oils&source=bl&ots=c4GBVkJcEd&sig=Z9Nh2LhkIXPHaTmcmXOfpl74A&hl=en&sa=X&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false
- Ritonga Muhammad Yusuf. 2010. Optimization Of Palmitic Acid Composition In Crude Oleic Acid To Provide Specifications Of Titer And Cloud Point Of Distillate Oleic Acid Using Flash Distiller, *The Journal For Thecnology And Science*. 21 (4):1.
- Strayer Dennis. 2006. *Food Fats And Oils*, Nine Edition. Institute of Shortening and Edible Oils, Inc. Washington.
- Viele, E.L., Chukwuma, F.O. and Uyigue, L. 2013. Esterification of High Free Fatty Acid Crude Palm Oil As Feedstock for Base-Catalyzed Transesterification Reaction, *International Journal of Application or Innovation in Engineering & Management*. 2 (12).