



Optimasi kondisi proses pemurnian (*Degumming*- netralisasi) minyak nyamplung dengan *response surface methodology*

Ika Amalia Kartika*, Muhamad Ryan Pratama

Teknologi Industri Pertanian, Institut Pertanian Bogor, Bogor, Indonesia

Article history

Diterima:

2 Agustus 2022

Diperbaiki:

27 September 2022

Disetujui:

13 Oktober 2022

Keyword

Calophyllum;

oil;

optimization;

refining;

response surface

method;

ABSTRACT

Calophyllum seeds produce high-yielding non-edible oils, so Calophyllum plants have great potential as a source of biofuels. To meet biofuel quality standards, crude Calophyllum oil must first be refined. This study investigated the temperature and time optimization in refining crude Calophyllum oil extracted using a binary solvent, i.e., n-hexane and methanol. The experiment was performed in a central composite design using independent variables temperature (70-90°C) and time (10-30 minutes) with 11 runs, and the optimization was performed in response surface method. The best model for optimizing oil yield was the second-order polynomial model, with optimal oil yield (44.62%) obtained at a temperature of 81.4°C and a time of 19.9 minutes. When the oil yield was optimized with the acid value of the oil as the boundary condition, the optimum oil yield and acid values were 44.44% and 2.43 mg KOH/g, obtained at a temperature and time of 83.4°C and 19.7 minutes. Model validation at this optimum purification condition resulted in the actual oil yield (46.40%) conformed passably to its prediction. In addition, the purified oil obtained from this model validation had good characteristics and matched the predicted results.



This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License.

* Penulis korespondensi

Email : ikaamalia@apps.ipb.ac.id

DOI 10.21107/agrointek.v17i4.15975

PENDAHULUAN

Kebutuhan energi berbasis bahan bakar minyak bumi yang tinggi dalam kehidupan sehari-hari menyebabkan ketersediaan energi tersebut semakin terbatas. Selain itu, harga bahan bakar yang tersedia di pasaran selalu meningkat setiap tahunnya. Oleh karena itu, perlu adanya peningkatan penggunaan energi alternatif dari sumber daya alam yang terbarukan.

Tanaman nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) merupakan tanaman hutan dengan potensi sangat besar untuk dimanfaatkan sebagai bahan bakar nabati (BBN). Hal itu karena tanaman nyamplung mampu memproduksi minyak dengan rendemen tinggi dari bagian biji buahnya (Leksono et al. 2014). Metode ekstraksi minyak dari biji nyamplung yang telah dikembangkan baru-baru ini adalah ekstraksi menggunakan pelarut biner berupa campuran pelarut n-heksan dan alkohol (Kartika et al. 2017; Amalia Kartika et al. 2018; Kartika et al. 2019; Kartika et al. 2021). Metode ekstraksi ini mampu menghasilkan rendemen minyak yang lebih tinggi (50-65%) dibandingkan metode ekstraksi secara mekanik (30-50%). Selain itu, minyak yang diperoleh lebih baik mutunya dan berwarna kuning jernih karena kandungan resin dan pengotor lainnya rendah.

Selain rendemen tinggi, biji buah nyamplung memproduksi minyak dengan kadar asam lemak bebas, kekentalan, dan kandungan resin yang tinggi, serta kandungan senyawa pengotor lainnya sehingga minyak nyamplung kasar tidak dapat berfungsi optimal ketika digunakan untuk bahan bakar nabati (BBN) (Kartika et al. 2010). Oleh karena itu, diperlukan proses lanjutan berupa pemurnian minyak nyamplung kasar sehingga mutu minyak yang dihasilkan dapat memenuhi kriteria sesuai standar minyak nabati sebagai BBN.

Proses pemurnian minyak nyamplung bertujuan meningkatkan mutu minyak, menurunkan kadar asam lemak bebas, serta menghilangkan senyawa pengotor seperti gum dan resin. Berdasarkan hasil studi dari Kartika et al. (2010), pemurnian minyak nyamplung kasar agar sesuai dengan standar bahan bakar nabati dapat dilakukan melalui kombinasi proses *degumming* dan netralisasi. Hasil studi tersebut menunjukkan perlakuan terbaik untuk pemurnian minyak nyamplung yaitu dengan penambahan 0,2% (v/b) larutan asam fosfat 20% dan 18 °Be

larutan NaOH pada kondisi temperatur 70 °C dan waktu pengadukan 25 menit dan 15 menit masing-masing untuk proses *degumming* dan netralisasi. Rendemen minyak murni yang dihasilkan sekitar 33-63% dengan mutu yang cukup baik, dan sebagian besar parameter mutunya telah memenuhi standar sebagai bahan bakar nabati. Pada studi tersebut, variabel proses yang dioptimasi adalah konsentrasi NaOH dan asam fosfat, sedangkan suhu dan waktu pemurnian belum dioptimasi. Oleh karena itu, pada penelitian ini suhu dan waktu pemurnian minyak nyamplung kasar dioptimasi untuk mendapatkan mutu minyak yang lebih baik sesuai standar bahan bakar nabati. Optimasi dilakukan menggunakan *response surface method* dengan menganalisis pengaruh temperatur pada proses *degumming* dan waktu pengadukan pada proses netralisasi terhadap rendemen dan mutu minyak murni.

Response surface method banyak digunakan dalam optimasi karena metode ini lebih efisien dengan jumlah satuan percobaan yang dibutuhkan untuk mendapatkan hasil yang secara statistik dapat diterima relatif sedikit. Metode ini telah digunakan dalam berbagai riset tentang optimasi pemurnian minyak nabati, seperti pemurnian minyak kedelai (Ortega-García et al. 2005), minyak ikan tuna (Sadida 2020), dan minyak bunga matahari (Sedaghat Boroujeni et al. 2020).

METODE

Bahan dan Alat

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini minyak nyamplung kasar hasil ekstraksi biji nyamplung dengan pelarut biner (campuran pelarut n-heksan dan metanol), yang merupakan minyak nyamplung yang diperoleh dari penelitian Fataya (2021). Larutan asam fosfat (H_3PO_4) 20%, larutan NaOH konsentrasi 8 °Be dan akuades merupakan bahan kimia utama yang digunakan dalam studi ini, serta bahan kimia lain untuk analisis yang seluruhnya *analytical grade* dan dipasok oleh Sigma-Aldrich. Indonesia.

Magnetic stirrer, pemanas, labu pemisah, oven, viskometer Ostwald, tanur, termometer, spektrometer, piknometer, neraca analitik, gelas piala, gelas ukur dan alat-alat gelas lainnya untuk analisis merupakan peralatan yang digunakan dalam studi.

Pemurnian Minyak Nyamplung

Proses pemurnian minyak nyamplung dilakukan menggunakan metode kombinasi proses

degumming dan netralisasi. Pemanasan minyak nyamplung pada variasi temperatur 70-90°C dilakukan sebelum penambahan 0,2% (v/b) larutan asam fosfat (H₃PO₄) 20%, dan selanjutnya campuran diaduk selama 25 menit. Setelah itu, dilanjutkan dengan proses netralisasi, yaitu minyak dipanaskan dengan menjaga suhu konstan sesuai perlakuan suhu sebelumnya dan dicampur dengan larutan NaOH konsentrasi 8°Be. Campuran diaduk dengan variasi waktu antara 10-30 menit. Selanjutnya, campuran didekantasi untuk memisahkan minyak dari sabun, dan minyak yang terpisah kemudian dicuci menggunakan akuades beberapa kali sampai pH-nya seperti pH akuades yang digunakan dalam pencucian. Setelah itu, minyak nyamplung murni dipanaskan selama 1 jam pada temperatur 105°C untuk menurunkan kadar airnya. Rendemen minyak yang diperoleh dihitung menggunakan rumus berikut,

$$\text{Rendemen} = \frac{W_{\text{minyak murni}}}{W_{\text{minyak kasar}}} \times 100\%$$

Loss minyak dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Loss} = [1 - (\text{bobot minyak murni/bobot minyak kasar})] \times 100\%$$

Minyak nyamplung dikarakterisasi mutunya sebelum dan sesudah dimurnikan. Parameter-parameter mutu yang diuji adalah densitas, viskositas, kadar air, abu, asam lemak bebas dan bahan tak tersabunkan, bilangan iod, penyabunan dan asam, serta uji aktivitas antioksidan. Pengujian parameter-parameter tersebut dilakukan menggunakan prosedur analisis berdasarkan AOAC-2005 (kadar air dan abu), dan SNI 7431-2015 (densitas dan viskositas) dan SNI 01-3555-1998 (bilangan asam, iod dan penyabunan, kadar asam lemak bebas dan bahan tak tersabunkan). Prosedur analisis untuk aktivitas antioksidan mengadopsi metode DPPH dari Nariya et al. (2013).

Optimasi Suhu dan Waktu

Central composite design (CCD) dipilih sebagai rancangan percobaan dalam penelitian ini dengan suhu dan waktu sebagai variabel bebasnya (Tabel 1), sedangkan variabel responnya yaitu rendemen dan mutu minyak. Data hasil percobaan dioptimasi menggunakan *response surface method* (RSM) model CCD untuk menginvestigasi pengaruh dari regresi linier, kuadrat, dan interaksi variabel-variabel bebas

terhadap respon. Percobaan ini berjumlah 11 *run* dengan 3 kali ulangan pada *center point*-nya. *Software Design Expert 11.0 Trial* digunakan untuk melakukan analisis keragaman.

Tabel 1 Hubungan perlakuan dan kodenya

Perlakuan	Kode perlakuan				
	-1,414	-1	0	1	1,414
Suhu (A)	65,86	70	80	90	94,14
Waktu (B)	5,86	10	20	30	34,14

HASIL DAN PEMBAHASAN

Minyak nyamplung kasar yang dimurnikan memiliki karakteristik seperti pada Tabel 2. Bilangan asam minyak nyamplung kasar ini nilainya relatif tinggi (> 40 mg KOH/g), artinya kadar asam lemak bebas dalam minyak nyamplung kasar ini tinggi. Tetapi kadar asam lemak bebas minyak nyamplung kasar ini nilainya lebih rendah (<23% vs 24-38%) daripada yang dihasilkan dengan *screw press* (Kartika et al. 2010). Ini menunjukkan minyak kasar digunakan dalam penelitian ini yang merupakan hasil ekstraksi biji nyamplung dengan pelarut biner mengandung senyawa pengotor seperti resin yang lebih rendah.

Rendahnya kandungan senyawa pengotor resin dalam minyak nyamplung kasar ini juga didukung oleh nilai viskositas (<20 cSt vs >60 cSt) dan kadar abu (<0,05% vs >0,2%) yang lebih rendah daripada minyak nyamplung kasar hasil ekstraksi biji nyamplung secara mekanik (Kartika et al. 2010). Tingginya viskositas minyak nyamplung dapat disebabkan oleh tingginya kandungan senyawa-senyawa dengan berat molekul tinggi seperti resin. Untuk memaksimalkan performa motor pada mesin diesel, BBN harus memiliki viskositas yang rendah. Hal ini karena injektor mesin tidak dapat memperkecil ukuran bahan bakar apabila viskositas bahan bakar tersebut terlalu tinggi sehingga pembakaran dan penguapannya berjalan lambat (Allen et al. 1999).

Kandungan abu yang tinggi dalam minyak dapat disebabkan oleh larutnya senyawa-senyawa logam yang berasal dari bahan baku. Pengaplikasian minyak nabati dengan kadar abu tinggi untuk bahan bakar akan berbahaya karena senyawa-senyawa logam tersebut dapat mengendap dan mengakibatkan mesin berkarat (Kartika et al. 2010). Untuk memaksimalkan

performa motor pada mesin diesel, perlu untuk mengurangi kadar abu BBN sebanyak mungkin. Hal ini karena abu bisa mengikis bagian motor dari injeksi.

Selain kandungan abunya yang rendah, pada penelitian ini minyak nyamplung kasar juga memiliki kandungan air yang rendah. Kadar air adalah satu kriteria kualitas minyak, semakin rendah kandungan air dalam minyak maka semakin baik kualitasnya (Rezki et al. 2017).

Pada penelitian ini minyak nyamplung kasar memiliki bilangan iod lebih rendah (<88 mg iod/100 g vs >106 mg iod/100 g) daripada minyak nyamplung kasar hasil dari ekstraksi biji nyamplung secara mekanik (Kartika et al. 2010), sedangkan bilangan penyabunannya lebih tinggi (280 mg KOH/g vs 133-137 mg KOH/g). Ini

menunjukkan pada penelitian ini minyak nyamplung kasar mengandung asam lemak tak jenuh lebih sedikit, dan lebih banyak mengandung trigliserida dengan asam lemak rantai pendek. Pengaplikasian minyak nabati untuk BBN lebih disukai apabila minyak tersebut memiliki bilangan iod rendah untuk meminimalkan terbentuknya deposit/kerak pada lubang saluran injeksi, piston, dan lainnya. Deposit/kerak dapat terjadi akibat ikatan rangkap dari asam lemak tidak stabil pada suhu tinggi. Oleh karena itu, agar minyak nyamplung yang digunakan dalam penelitian ini dapat digunakan sebagai BBN, maka bilangan iodnya sebaiknya kurang dari 115 g iod/100 g. Selain itu, nilai bilangan penyabunannya yang tinggi menunjukkan kualitas minyak yang semakin baik (Wijayanti et al. 2012), sehingga mendukung aplikasinya tersebut.

Tabel 2 Karakteristik minyak nyamplung kasar hasil ekstraksi dengan pelarut biner

Parameter Uji	Satuan	Nilai
Densitas pada 50 °C	g/cm ³	0,927
Viskositas pada 50 °C	cSt	19,43
Bilangan asam	mg KOH/g	40,67
Kadar asam lemak bebas	%	22,26
Bilangan iod	g iod/100 g	87,15
Bilangan penyabunan	mg KOH/g	279,7
Kadar air	%	0,06
Kadar abu	%	0,04
Kadar bahan tak tersabunkan	%	1,67
Aktivitas antioksidan	mg ekuivalen asam askorbat/g	1,09

Tabel 3 Hasil optimasi suhu dan waktu pada proses pemurnian minyak nyamplung kasar

Suhu (°C)	Waktu (menit)	Rendemen (%)	Densitas pada 50°C (g/cm ³)	Viskositas pada 50°C (cSt)	BA (mg KOH/g)	Kadar Air (%)	Kadar Abu (%)	BI (g iod/100 g)	BP (mg KOH/g)	Aktivitas Antioksidan (mg ekuivalen asam askorbat/g)
70	10	30,29	0,906	20,03	3,21	0,05	0,02	60,50	222,4	0,45
90	10	32,25	0,906	20,14	2,72	0,05	0,04	70,69	253,4	0,44
70	30	32,44	0,907	19,77	2,97	0,05	0,01	51,02	247,5	0,34
90	30	34,05	0,907	20,57	3,71	0,03	0,01	60,63	245,1	0,45
65,86	20	33,86	0,907	18,04	3,63	0,05	0,01	51,05	252,4	0,50
94,14	20	39,20	0,907	17,81	1,75	0,04	0,02	59,55	260,9	0,46
80	5,86	36,06	0,910	18,91	5,57	0,06	0,02	60,24	257,1	0,78
80	34,14	32,87	0,907	18,20	5,19	0,04	0,02	57,36	249,5	0,44
80	20	43,76	0,900	18,50	3,27	0,04	0,04	54,13	241,4	0,50
80	20	45,64	0,894	18,99	2,18	0,05	0,02	62,34	254,3	0,48
80	20	44,16	0,906	19,40	2,20	0,04	0,02	53,27	238,6	0,44

BA, Bilangan Asam; BI, Bilangan Iod; BP, Bilangan Penyabunan

Tabel 4 Hasil analisis parameter-parameter optimasi dengan *response surface method* untuk respon rendemen minyak murni

Model	<i>Sequentiel</i> p-value	<i>Lack of fit</i> p-value	R ²	<i>Adjusted</i> R ²	<i>Predicted</i> R ²	PRESS	Keterangan
Linier	0,8092	0,0205	0,0516	-0,186	-0,524	458,63	
2FI	0,9786	0,0171	0,0517	-0,355	-1,589	779,14	
Kudratik	0,0049	0,0857	0,887	0,775	0,231	231,33	COCOK
Kubik	0,5567	0,0438	0,934	0,746	-3,482	1245,79	

Tabel 5 Hasil analisis keragaman untuk model kuadratik dengan respon rendemen minyak murni

Source	<i>Sum of Squares</i>	df	<i>Mean square</i>	F-value	p-value	
Model	267,124	5	53,4248	7,88584	0,02036	Signifikan
A-Suhu	15,4794	1	15,4794	2,28485	0,19104	
B-Waktu	0,03968	1	0,03968	0,00586	0,94196	
AB	0,03142	1	0,03142	0,00464	0,94834	
A2	130,463	1	130,463	19,2571	0,0071	Signifikan
B2	192,591	1	192,591	28,4276	0,00311	Signifikan

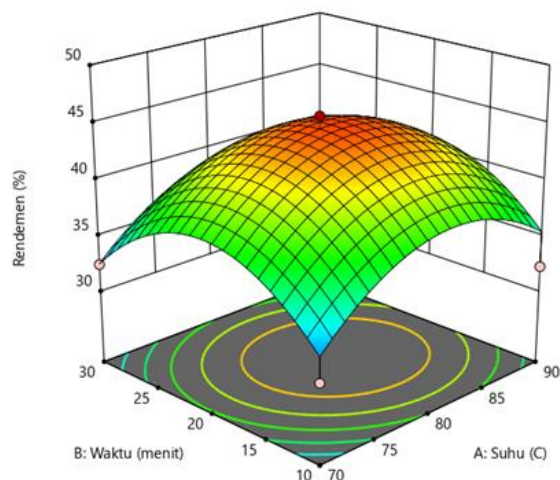
Pada penelitian ini kadar bahan tak tersabunkan minyak nyamplung kasar lebih tinggi daripada minyak hasil ekstraksi biji nyamplung secara mekanik (Kartika et al. 2010). Hal ini menunjukkan minyak nyamplung kasar tersebut mengandung senyawa-senyawa seperti tokoferol, sterol, pigmen, dan vitamin lebih tinggi. Kandungan senyawa-senyawa tersebut dalam minyak nyamplung kasar juga dapat dilihat dari aktivitas antioksidannya karena senyawa-senyawa tersebut dapat berfungsi sebagai antioksidan sehingga adanya senyawa-senyawa tersebut dalam minyak nyamplung sangat menguntungkan untuk aplikasinya sebagai bahan bakar nabati. Optimasi suhu pada proses *degumming* dan waktu pengadukan pada proses netralisasi memberikan hasil seperti yang disajikan pada Tabel 3. Rendemen minyak yang diperoleh pada proses pemurnian minyak nyamplung kasar berkisar antara 30-46%. Hal ini berarti *loss* minyak yang tinggi terjadi selama proses *degumming* dan netralisasi, yaitu sekitar 54-70%.

Loss minyak yang dihasilkan pada penelitian ini lebih tinggi (>50% vs 34-67%) dibandingkan dengan penelitian sebelumnya (Kartika et al. 2010). *Loss* minyak selama proses netralisasi sangat dipengaruhi oleh tinggi rendahnya konsentrasi larutan NaOH yang ditambahkan.

Sabun akan terbentuk ketika larutan NaOH dicampurkan dengan minyak akibat proses saponifikasi antara minyak dan NaOH. Dispersi sabun bersama-sama dengan fosfolipid, pigmen dan komponen lainnya ke dalam fase cair dapat menyebabkan *loss* minyak (Dijkstra 2013). Pada penelitian ini konsentrasi larutan NaOH yang ditambahkan adalah 8°Be. Konsentrasi ini lebih rendah dibandingkan dengan yang digunakan oleh Kartika et al. (2010), yaitu 14-18°Be. Suseno et al. (2014) menyatakan semakin rendah konsentrasi larutan kaustik soda yang ditambahkan pada proses netralisasi, kemungkinan terbentuknya emulsi antara larutan sabun dengan trigliserida juga semakin besar, sehingga dapat menurunkan rendemen minyak dan meningkatkan *loss*.

Hasil optimasi proses pemurnian minyak nyamplung kasar menggunakan RSM dengan respon rendemen minyak (Y) (Tabel 4) menunjukkan bahwa model yang paling cocok untuk mengoptimasi proses pemurnian minyak nyamplung kasar adalah model kuadratik atau polinomial orde ke-2. Persamaannya adalah $Y = -298,86 + 7,85A + 2,4B - 8,86 \times 10^{-4}AB - 4,8 \times 10^{-2}A^2 - 5,84 \times 10^{-2}B^2$ (signifikansi pada $p < 0,05 = 0,020$; *lack of fit* pada $p < 0,05 = 0,086$; $R^2 = 0,887$; *adjusted-R*² = 0,775; *predicted-R*² = 0,231; *adequate precision* = 6,27). Perbedaan

antara nilai *adjusted-R²* dan *predicted-R²* yang diperoleh dari model ini lebih besar dari 0,2. Hal ini mengindikasikan kemungkinan adanya masalah dengan model dan/atau data. Namun demikian nilai *adequate precision*-nya lebih besar dari 4. Hal ini menunjukkan rasio sinyal terhadap *noise* yang memadai sehingga model ini dapat digunakan untuk mengoptimasi rendemen minyak.



Gambar 1 Respon permukaan 3D dan kontur untuk pengaruh suhu dan waktu terhadap rendemen minyak murni

Hasil analisis keragaman (Tabel 5) menunjukkan bahwa pengaruh kuadrat suhu (A^2) dan waktu (B^2) terhadap rendemen minyak

(Y) lebih signifikan dibandingkan dengan pengaruh liniernya dan juga pengaruh interaksinya. Selain itu, pengaruh kuadrat dari suhu dan waktu ini juga sifatnya negatif, artinya rendemen minyak nyamplung murni akan meningkat ketika besaran suhu dan waktu diturunkan. Ditinjau dari aspek biaya produksi, hal ini tentunya menguntungkan karena rendemen minyak murni yang tinggi dapat diperoleh pada kondisi proses pemurnian dengan suhu rendah dan waktu singkat. Rendemen minyak optimal berdasarkan model kuadratik tersebut adalah 44,62%, yang didapatkan pada 81,4°C dan 19,9 menit (Gambar 1).

Pengaruh linier suhu (A) dan waktu (B) adalah positif pada rendemen minyak. Semakin tinggi suhu dan waktu pemurnian akan meningkatkan rendemen minyak, namun peningkatan rendemen minyak yang dihasilkan tidak signifikan ($p > 0,05$). Fenomena ini juga teramati oleh Rudyanti (2012) dimana ketika suhu dan waktu reaksi semakin tinggi maka tumbukan efektif yang terbentuk pun semakin banyak. Oleh sebab itu rendemen yang diperoleh pun semakin besar, namun nilainya tidak signifikan. Pengaruh interaksi suhu dan waktu (AB) adalah negatif terhadap rendemen minyak, artinya rendemen minyak akan menurun ketika interaksi suhu dan waktu pemurnian ditingkatkan, namun penurunan rendemen minyak yang dihasilkan tidak signifikan.

Tabel 6 Hasil analisis parameter-parameter optimasi dengan *response surface method* untuk respon bilangan asam

Model	<i>Sequentiel p-value</i>	<i>Lack of fit p-value</i>	R ²	<i>Adjusted R²</i>	<i>PredictedR²</i>	PRESS	Keterangan
Linier	0,8105	0,1610	0,0512	-0,186	-0,993	28,60	
2FI	0,6660	0,1399	0,0779	-0,317	-1,120	30,42	
Kudratik	0,03881	0,3039	0,749	0,497	-0,524	21,89	COCOK
Kubik	0,5214	0,1821	0,837	0,457	-6,084	101,77	

Tabel 7 Hasil analisis keragaman untuk model kuadratik dengan respon bilangan asam

Source	Sum of Squares	df	Mean square	F-value	p-value	
Model	10,741	5	2,14819	2,97773	0,12813	Tidak signifikan
A-Suhu	0,72896	1	0,72896	1,01046	0,36093	
B-Waktu	0,00529	1	0,00529	0,00734	0,93506	
AB	0,38343	1	0,38343	0,53149	0,49868	
A ²	0,12786	1	0,12786	0,17724	0,69124	
B ²	8,06558	1	8,06558	11,1801	0,02047	Signifikan

Tabel 8 Perbandingan mutu minyak nyamplung murni hasil prediksi model dan validasi pada kondisi proses pemurnian optimum (suhu 83,4°C dan waktu 19,7 menit)

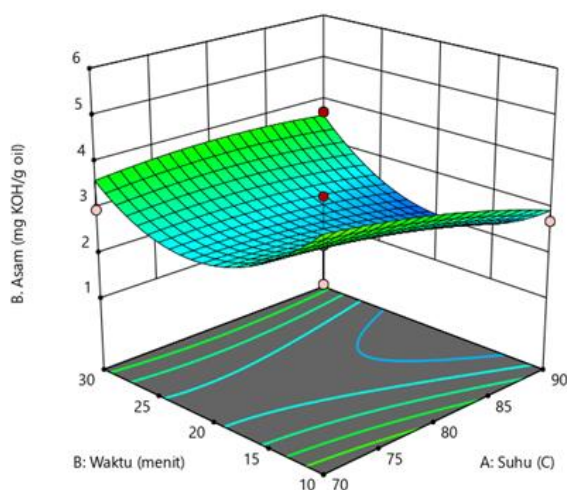
Parameter	Satuan	Prediksi Terendah	Prediksi Optimum	Prediksi Tertinggi	Hasil Aktual	Perbedaan (%)
Rendemen	%	38,42	44,44	50,63	46,40	4,41
Densitas (50°C)	g/cm ³	0,890	0,900	0,909	0,906	0,67
Viskositas (50°C)	cSt	17,53	19,12	20,72	19,67	2,88
Bilangan asam	mg KOH/g	0,555	2,43	4,542	2,39	1,65
Bilangan iod	g iod/100 g	55,75	59,69	63,66	53,23	10,82
Bilangan penyabunan	mg KOH/g	240,1	249,3	258,5	247,5	0,72
Kadar bahan tak tersabunkan	%-berat	-	-	-	1,75	-
Kadar fosfor	mg/kg	-	-	-	0	-
Kadar belerang	%-berat	-	-	-	0,029	-
Kadar air	%-berat	0,038	0,044	0,055	0,042	4,55
Kadar abu	%-berat	0,012	0,027	0,040	0,027	0
Titik nyala	°C	-	-	-	234	-
Titik kabut	°C	-	-	-	13	-
Nilai kalor	cal/g	-	-	-	9392	-
Aktivitas antioksidan	mg ekuivalen asam askorbat/g	0,40	0,48	0,59	0,53	10,42

Minyak nyamplung murni memiliki densitas pada 50°C sebesar 0,89-0,91 g/cm³, bilangan iod sekitar 51-71 g iod/100 g, viskositas pada 50°C sekitar 18-21 cSt, kadar air dan sedimen < 0,05% (*trace*), kadar abu ≤ 0,04%, kadar air ≤ 0,06%, kadar bahan tak tersabunkan < 1,7%, bilangan asam sekitar 1,75-5,57 mg KOH/g, bilangan penyabunan sekitar 222-261 mg KOH/g, dan aktivitas antioksidan sekitar 0,3-0,8 mg ekuivalen asam askorbat/g. Dibandingkan dengan standar mutu BBN dari jenis minyak nabati murni (SNI 7431:2015), mutu minyak nyamplung murni yang didapatkan dari kondisi proses optimum berdasarkan respon rendemen minyak telah memenuhi syarat kecuali bilangan asamnya masih ada yang bernilai > 4 mg KOH/g, khususnya untuk perlakuan suhu 80°C dan waktu < 10 menit serta perlakuan suhu 80°C dan waktu > 30 menit. Ini berarti asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak nyamplung kasar belum secara optimal ternetralisasi oleh larutan NaOH konsentrasi 8°Be sehingga larutan NaOH yang ditambahkan dalam proses netralisasi perlu ditingkatkan konsentrasinya. Hasil studi sebelumnya (Kartika et al. 2010) menunjukkan bahwa penurunan bilangan asam dan kadar asam lemak bebas minyak nyamplung murni teramati ketika konsentrasi larutan NaOH meningkat. Dalam

pengaplikasian minyak nyamplung sebagai BBN, bilangan asam dan kadar asam lemak bebas adalah parameter mutu yang sangat penting. Menurut Knothe (2006), bahan bakar untuk mesin diesel harus memiliki asam lemak bebas atau bilangan asam seminimal mungkin. Ini karena bahan bakar yang mempunyai keasaman tinggi akan menyebabkan korosi dan menimbulkan deposit pada mesin. Bahan bakar juga sebaiknya memiliki bilangan iod rendah untuk menghindari terbentuknya kerak/ deposit pada piston, lubang saluran injeksi, dan lainnya akibat oksidasi ikatan rangkap asam lemak oleh panas atau suhu tinggi. Oleh karena itu bahan bakar yang berasal dari minyak nabati harus memiliki bilangan iod kurang dari 115 g iod/100 g, dan minyak nyamplung murni yang dihasilkan dari penelitian ini mempunyai bilangan iod < 71 g iod/100 g.

Hasil minimasi bilangan asam minyak nyamplung murni menggunakan RSM (Tabel 6) menunjukkan model yang paling sesuai untuk meminimasi bilangan asam adalah model polinomial orde ke-2 atau kuadratik. Persamaannya adalah $Y = 5,01 + 1,49 \times 10^{-1}A - 7,23 \times 10^{-1}B + 3,1 \times 10^{-3}AB - 1,5 \times 10^{-3}A^2 + 1,2 \times 10^{-2}B^2$ (signifikansi pada $p < 0,05 = 0,128$; *lack of fit* pada $p < 0,05 = 0,304$; $R^2 = 0,749$; *adjusted-R*² = 0,497; *predicted-R*² = -0,524; *adequate precision*

= 5,03). Perbedaan antara nilai *adjusted-R*² dan *predicted-R*² yang diperoleh dari model ini lebih besar dari 0,2, dan *predicted-R*² menunjukkan nilai negatif. Hal ini menyiratkan bahwa nilai respon (bilangan asam) rata-rata (3,31 mg KOH/g) mungkin merupakan prediktor yang lebih baik daripada respon (bilangan asam) yang dihitung dari model kuadrat ini. Nilai *adequate precision* dari model ini lebih besar dari 4. Hal ini menunjukkan rasio sinyal terhadap *noise* yang memadai sehingga model ini dapat digunakan untuk mengoptimasi bilangan asam.



Gambar 2 Respon permukaan 3D dan kontur untuk pengaruh suhu dan waktu terhadap bilangan asam minyak murni

Hasil analisis keragaman (Tabel 7) menunjukkan hanya kuadrat waktu (B^2) yang berpengaruh secara signifikan terhadap penurunan bilangan asam. Berdasarkan model kuadrat tersebut, bilangan asam terendah (2,07 mg KOH/g) didapatkan pada 90°C dan 18,6 menit (Gambar 2). Bilangan asam terendah ini sudah memenuhi standar BBN dari jenis minyak nabati murni (SNI 7431:2015), yaitu maksimum 4 mg KOH/g.

Pengaruh linier suhu (A), interaksi suhu dan waktu (AB), dan kuadrat waktu (B^2) adalah positif terhadap respon bilangan asam minyak murni, artinya peningkatan variabel-variabel tersebut dapat meningkatkan bilangan asam, namun peningkatannya tidak signifikan. Pengaruh linier waktu (B) dan kuadrat suhu (A^2) adalah negatif terhadap respon bilangan asam minyak murni, artinya peningkatan variabel-variabel tersebut di atas dapat mengurangi bilangan asam, namun penurunannya tidak signifikan.

Optimasi rendemen minyak dengan pembatas bilangan asamnya diperoleh kondisi proses optimum pada suhu 83,4°C dan waktu 19,7 menit. Rendemen minyak optimal pada kondisi proses optimum tersebut diprediksi sebesar 44,44%, dengan mutu minyak murni diprediksi seperti pada Tabel 8. Suhu pemurnian hasil optimasi tersebut sangat cocok dengan yang diperoleh oleh Kartika et al. (2010) dimana proses *degumming* dan netralisasi minyak nyamplung optimal dilakukan pada sekitar 80°C. Penerapan suhu dan waktu untuk proses netralisasi minyak perlu ditentukan secermat mungkin supaya sabun hasil reaksi saponifikasi antara minyak dan NaOH dapat terpisahkan dan terendapkan dengan cepat sehingga *loss* minyak akibat terjerap oleh sabun dapat dihindari.

Hasil optimasi berdasarkan kriteria (Tabel 9) dan prediksi model ini tentunya perlu divalidasi terlebih dahulu keakuratannya melalui eksperimen pemurnian minyak nyamplung pada kondisi proses pemurnian optimum tersebut. Hasil validasi rendemen dan mutu minyak menunjukkan rendemen dan mutu minyak nyamplung murni yang diperoleh dari hasil validasi model nilainya tidak jauh berbeda dengan hasil prediksi model. Perbedaannya kurang dari 5%, kecuali untuk parameter bilangan iod dan aktivitas antioksidan (Tabel 8). Semakin kecil perbedaan antara hasil prediksi dengan validasi maka nilai validasi tersebut semakin mendekati nilai prediksinya. Selain sesuai dengan nilai prediksinya, mutu minyak nyamplung murni yang diperoleh dari hasil validasi ini juga telah sesuai dengan standar mutu bahan bakar nabati (SNI 7431:2015). Minyak nyamplung murni juga mempunyai kadar fosfor dan belerang yang rendah, titik nyala dan kabut yang tinggi, serta nilai kalor yang relatif tinggi. Hal ini tentunya sangat menguntungkan untuk aplikasinya sebagai BBN.

Dibandingkan dengan mutu minyak nyamplung kasar, proses pemurnian berhasil menurunkan bilangan asam, kadar abu dan air. Gum dan senyawa-senyawa pengotor lainnya, serta asam lemak bebas berhasil dikurangi kandungannya dengan mengkombinasikan proses *degumming* dan netralisasi. Namun demikian proses ini juga menurunkan bilangan penyabunan dan aktivitas antioksidan minyak nyamplung. Hal ini berarti selama proses pemurnian trigiliserida dengan asam lemak rantai karbon pendek dan tak jenuh, serta tokoferol dan sterol terjerap sabun yang terbentuk pada proses netralisasi.

Tabel 9 Kriteria optimasi proses pemurnian minyak nyamplung

Komponen variabel dan respon	Target	Batas atas	Batas bawah	Tingkat kepentingan
Suhu (°C)	<i>In range</i>	70	90	3 (+++)
Waktu (menit)	<i>In range</i>	10	30	3 (+++)
Rendemen (%)	<i>Max.</i>	30,29	45,64	3 (+++)
Densitas (g/cm ³)	<i>None</i>	0,894	0,910	-
Viskositas (cSt)	<i>None</i>	17,81	20,57	-
Bilangan asam (mg KOH/g)	<i>Min.</i>	1,75	5,57	3 (+++)
Bilangan iod (g iod/100 g)	<i>None</i>	51,02	70,69	-
Bilangan penyabunan (mg KOH/g)	<i>None</i>	222,4	260,9	-
Kadar air (%)	<i>None</i>	0,03	0,06	-
Kadar abu (%)	<i>None</i>	0,01	0,04	-
Aktivitas antioksidan (mg ekuivalen asam askorbat/g)	<i>None</i>	0,34	0,78	-

KESIMPULAN

Optimasi dengan tujuan maksimasi rendemen minyak murni menghasilkan rendemen sebesar 44,62%, yang dicapai pada 81,4°C dan 19,9 menit. Suhu dan waktu berpengaruh signifikan terhadap rendemen minyak namun tidak berpengaruh signifikan terhadap mutu minyak. Optimasi rendemen minyak murni dengan pembatas mutu minyak (bilangan asam) menghasilkan rendemen sebesar 44,44% yang dicapai pada 83,4°C dan 19,7 menit. Rendemen dan mutu minyak hasil validasi model memiliki kesesuaian yang baik dengan hasil prediksinya dengan perbedaan kurang dari 5% dan telah memenuhi standar mutu bahan bakar nabati (BBN).

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih penulis ucapkan kepada Deputi Bidang Penguatan Riset dan Pengembangan Kementerian Riset dan Teknologi-Badan Riset dan Inovasi atas bantuan dana (Hibah Kompetitif Penelitian Terapan) untuk pelaksanaan studi ini sesuai dengan Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Penelitian Tahun 2021 Nomor: 1/E1/KP.PTNBH/2021 tanggal 8 Maret 2021.

DAFTAR PUSTAKA

Allen, C.A.W., Watts, K.C., Ackman, R.G., Peggy, M.J., 1999. Predicting the viscosity

of biodiesel fuel from their fatty acid ester composition. *Fuel* 7, 1319–1326.

- Amalia Kartika, I., Cerny, M., Vandenbossche, V., Rigal, L., Sablayrolles, C., Vialle, C., Suparno, O., Ariono, D., Evon, Ph., 2018. Direct *Calophyllum* oil extraction and resin separation with a binary solvent of n-heksan and methanol mixture. *Fuel* 221, 159–164.
- Dijkstra, A.J., 2013. *Edible Oil Processing from a Patent Perspective*. Springer, New York.
- Fataya, I., 2021. Optimasi proses ekstraksi minyak dan resin biji nyamplung (*Calophyllum inophyllum* L.). Skripsi. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Kartika, I.A., Fathiyah, S., Desrial, Purwanto, Y.A., 2010. Pemurnian minyak nyamplung dan aplikasinya sebagai bahan bakar nabati. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian* 20, 122–129.
- Kartika, I.A., Sari, D.D.K., Pahan, A.F., Suparno, O., Ariono, D., 2017. Ekstraksi minyak dan resin nyamplung dengan campuran pelarut heksan-etanol. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian* 27, 161–71.
- Kartika, I.A., Bernia, O.T.O., Sailah, I., Prakoso, T., Purwanto, T.P., 2019. A binary solvent for the simultaneous *Calophyllum* oil-resin extraction and purification. *Research in Agricultural Engineering* 65, 63–69.
- Kartika, I.A., Cerny, M., Vandenbossche, V., Evon, Ph., Trisunaryanti, W., Mukti, R.R.,

- Hartati, Yuliana, N.D., Sailah, I., 2021. Optimization of concurrent *Calophyllum* oil-resin extraction and separation. *Research in Agricultural Engineering* 67, 84–91.
- Knothe, G., 2006. Analyzing biodiesel: Standards and other methods. *J. Am. Oil. Chem. Soc.* 83, 823–833.
- Leksono, B., Hendrati, R.L., Windyarini, E., Hasnah, T., 2014. Variation of biofuel potential of 12 *Calophyllum inophyllum* populations in Indonesia. *Indonesian Journal of Forestry Research* 1, 127–138.
- Nariya, P.B., Bhalodia, N.R., Shukla, V.J., Acharya, R., Nariya, M.B., 2013. *In vitro* evaluation of antioxidant activity of *Cordia dichotoma* (Forst f.) bark. *AYU* 34, 124–128.
- Ortega-García, J., Medina-Juárez, L.A., Gámez-Meza, N., Noriega-Rodriguez, J.A., 2005. Optimisation of bleaching conditions for soybean oil using response surface methodology. *Food Sci. Tech. Int.* 11, 443–449.
- Rezki, Musta, R., Haetami, A., 2017. Biodiesel hasil transesterifikasi minyak biji nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) dengan etanol. *Ind. J. Chem. Res.* 4, 406–412.
- Rudyanti, L.P., 2012. Pengaruh temperatur dan waktu reaksi terhadap rendemen sintesis polioliol berbasis minyak biji karet. Skripsi. Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- Sadida, S., 2020. Optimasi pemurnian minyak ikan tuna dengan NaCl dan suhu menggunakan *response surface methodology*. Skripsi. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Sedaghat Boroujeni, L., Ghavami, M., Vanak, Z.P., Pirbalout, A.G., 2020. Optimization of sunflower oil bleaching parameters using response surface methodology (RSM). *Food Science and Technology* 40, 322–330.
- Suseno, S.H., Tambunan, J., Ibrahim, B., Saraswati, Hayati, S., Izaki, A.F., 2014. Optimization of sardine (*Sardinella sp.*) oil refining using response surface method (RSM). *Pakistan Journal of Biotechnology* 11, 41–51.
- Wijayanti, H., Nora, H., Amelia, R., 2012. Pemanfaatan arang aktif dari serbuk gergaji kayu ulin untuk meningkatkan kualitas minyak goreng bekas. *Konversi* 1, 27–33.