Validasi Analisis FFA (Free Fatty Acid) Untuk Mengetahui Validitas Metode Analisis yang Dipergunakan Sebagai Penentu Kualitas Minyak di Pabrik Minyak Kelapa Sawit

Anniy Nurin Najma, ST

Penulis adalah Laboratory Engineer / Head of Laboratory di Industri Hulu Kelapa Sawit, PT. Kharisma Inti Usaha Mill. Penulis telah bekerja di Laboratorium Industri Hilir dan Hulu Kelapa Sawit selama 5 tahun 8 bulan..
buletinppi@ulm.ac.id

Analisis FFA (Free Fatty Acid) merupakan suatu cara untuk mengetahui kualitas dari Produk (CPO) yang dihasilkan dari Pabrik Minyak Kelapa Sawit. Validasi merupakan suatu metode yang dipergunakan untuk mengetahui kesesuaian metode yang diadaptasi dari metode standard yang berlaku. Dari hasil validasi ini dapat disimpulkan bahwa metode yang diadaptasi tetap valid karena $F_{hitung} < F_{tabel}$, $4.2895 < 4.7472$; Metode akurat % Recovery = 101.2422% (Standard, 98 – 102%); Metode Presisi RSD = 0.6592% (Standard, 0 – 2.0%).

www.buletinppi.ulm.ac.id

Pendahuluan

Minyak dan lemak termasuk salah satu anggota dari golongan *lipid*, yaitu merupakan *lipid* netral. *Lipid* itu sendiri dapat diklasifikasikan menjadi 4 kelas, yaitu: 1) *lipid* netral 2) fosfatida 3) *spingolipid* dan 4) *glikolipid*. Semua *lipid* jenis ini banyak terdapat di alam.

Lemak dan minyak yang dapat dimakan (*edible fat*), dihasilkan oleh alam, yang dapat bersumber dari bahan nabati atau hewani. Dalam tanaman atau hewan, minyak tersebut berfungsi sebagai sumber cadangan energi.

Minyak dan lemak dapat diklasifikasikan berdasarkan sumbernya, sebagai berikut :

1. Bersumber dari tanaman
 - a. Biji-bijian palawija: minyak jagung, biji kapas, kacang, *grape seed*, wijen, kedelai, bunga matahari.
 - b. Kulit buah tanaman tahunan: minyak zaitun dan kelapa sawit.
 - c. Biji-bijian dari tanaman tahunan: kelapa, cokelat, inti sawit, babassu, cohune dan sejenisnya.
2. Bersumber dari hewani
 - a. Susu hewan peliharaan : lemak susu
 - b. Daging hewan peliharaan: lemak sapi dan turunannya oleo stearin, oleo oil, dari oleo stock, lemak babi dan mutton tallow.
 - c. Hasil Laut : Minyak ikan sardine, menhaden dan sejenisnya, dan minyak ikan paus (Ketaren, 1986)

Tanaman kelapa sawit (*Elaeis guineensis* Jacq) saat ini merupakan salah satu jenis tanaman perkebunan yang menduduki posisi penting disektor pertanian umumnya, dan sektor perkebunan khususnya, hal ini disebabkan karena dari sekian banyak tanaman yang menghasilkan minyak atau lemak, kelapa sawit yang menghasilkan nilai ekonomi terbesar per hektarnya di dunia. Melihat pentingnya tanaman kelapa sawit dewasa ini dan masa yang akan datang, seiring dengan meningkatnya kebutuhan

penduduk dunia akan minyak sawit, maka perlu dipikirkan usaha peningkatan kualitas dan kuantitas produksi kelapa sawit secara tepat agar sasaran yang diinginkan dapat tercapai

Komposisi atau jenis minyak asam lemak dan sifat psikokimia tiap jenis minyak berbeda-beda, dan hal ini disebabkan oleh perbedaan sumber, iklim, keadaan tempat tumbuh dan pengolahan.

Tanaman kelapa sawit memiliki klasifikasi sebagai berikut:

Kingdom : *Plantae*
Divisi : *Embryophyta Siphonagama*
Kelas : *Angiospermae*
Ordo : *Monocotyledonae*
Famili : *Arecaceae*
Sub famili : *Cocoideae*
Genus : *Elaeis*
Spesies : *E. guineensis*. Jacq, *E. oleifera* (HBK)Cortes, *E. odora* .

Tanaman kelapa sawit dibedakan menjadi tiga jenis berdasarkan tebal tipisnya cangkang dan daging buah tanaman kelapa sawit, yang dijelaskan sebagai berikut:

1. Dura

Jenis dura (Gambar 1) memiliki ciri-ciri yaitu: memiliki cangkang yang tebal, kemudian tidak terdapat lingkaran serabut pada bagian luar cangkang. Pada daging buah relatif tipis, daging biji besar dengan kandungan minyak rendah.

Gambar 1 Buah Kelapa Sawit Jenis Dura

Jenis pisifera (Gambar 2) memiliki ciri-ciri yaitu: tebal cangkangnya sangat tipis (bahkan hampir tidak ada), kemudian daging buah lebih tebal dari pada daging buah jenis Dura, daging biji sangat tipis, tidak dapat diperbanyak tanpa menyilangkan dengan jenis lain, dengan persilangan diperoleh jenis Tenera.

Gambar 2 Buah Kelapa Sawit Jenis Pisifera

Jenis tenera (Gambar 3) ciri-ciri antara lain: tebal cangkangnya tipis 0,5-4 mm, terdapat lingkaran serabut disekeliling tempurung, daging buah tebal, tandan buah lebih banyak (tetapi ukurannya lebih kecil), merupakan hasil persilangan Dura dengan Pisifera. Jenis tenera merupakan yang paling banyak ditanam dalam perkebunan dengan skala besar di sekitar. Umumnya jenis ini menghasilkan lebih banyak tandan buah.

Gambar 3 Buah Kelapa Sawit Jenis Tenera

Banyak pelaku industri dan konsumen yang cenderung menyukai dan menggunakan minyak kelapa sawit. Dari aspek ekonomis, harganya relatif lebih murah dibandingkan minyak nabati lain. selain itu, komponen yang terkandung di dalam minyak kelapa sawit jauh lebih banyak dan beragam sehingga pemanfaatannya lebih beragam (Pahan, Iyang, 2006).

Berikut adalah beberapa keunggulan minyak sawit pada aplikasinya untuk keperluan pangan :

- Produk pangan yang terbuat dari bahan minyak sawit akan mempunyai keawetan yang lebih baik karena minyak kelapa sawit sangat stabil terhadap proses ketengikan dan kerusakan oksidatif lainnya.
- Minyak kelapa sawit memiliki kecenderungan untuk mengalami kristalisasi dalam bentuk Kristal kecil sehingga mampu meningkatkan kinerja creaming jika digunakan pada formulasi cake dan margarine.
- Kandungan asam palmitat minyak sawit sangat baik untuk proses aerasi campuran lemak gula, misalnya pada proses baking.
- Minyak sawit baik digunakan untuk membuat vanaspati atau vegetable ghee, yang mengandung 100% lemak nabati; bisa dipergunakan untuk substitusi mentega susu dan mentega coklat.

- e. Roti yang diproduksi dengan shortening dari minyak sawit mempunyai tekstur dan keawetan yang lebih baik.
- f. Minyak sawit juga banyak dipakai untuk produksi krim biskuit, terutama kandungan padatan dan titik lelehnya cukup tinggi (Heryani, Hesty & Nugroho, 2017)

Tanaman kelapa sawit dapat menghasilkan tandan yang mengandung minyak 25% dan inti sawit 7%. Tandan tersebut harus mendapat perlakuan fisika dan mekanik dalam pabrik sehingga diperoleh minyak dan inti.

proses pengolahan minyak kelapa sawit di pabrik melewati banyak tahapan dan alur proses (alur proses pada Gambar 4)

Gambar 4 *Flow Diaphgram Process* Pengolahan Minyak Kelapa Sawit

Asam Lemak Bebas (ALB)/ *Free Fatty Acid* (FFA) terbentuk karena terjadinya proses hidrolisa minyak menjadi asam-asamnya.

Ukuran untuk mengukur jumlah asam lemak bebas yang terdapat di dalam minyak atau lemak digunakan bilangan asam. Bilangan Asam adalah jumlah milligram Basa (KOH/NaOH) yang dibutuhkan untuk menetralkan asam-asam lemak bebas dari satu gram minyak atau lemak (Ketaren S., 1986)

Dalam menentukan kualitas CPO selama ini Pabrik Minyak Kelapa Sawit menggunakan Standard Method AOCs (*American Oil Chemist Society*) Ca 5a-40, MPOB (*Malaysian Palm Oil Board*) dan SNI (Standard Nasional Indonesia). Untuk itu diperlukan pengujian dengan metode lain untuk mengetahui validasi method standard yang digunakan tersebut. Salah satu metode untuk menentukan kualitas

CPO yang dihasilkan dari Pabrik Minyak Kelapa Sawit adalah dengan menggunakan Analisis FFA (*Free Fatty Acid*).

Hasil Kerja

Uji yang dilakukan adalah metode analisis yang sesuai dengan Reference Standard Method AOCS (*American Oil Chemist Society*) Ca 5a-40 dan metode analisis yang sesuai dengan Instruksi Kerja (*Work Instruction*) IK-SWT.Lab-04/KIU-01.

Sedangkan untuk validasi metode ini menggunakan metode Uji F, serta dilakukan Uji Akurasi & Uji Presisi terhadap hasil analisis dari kedua metode tersebut.

Metode Pengujian

Validasi method ini menggunakan Reference Method AOCS Ca 5a-40 (Gambar 6) dan Instruksi Kerja (Gambar 5)

Gambar 5. Flowchart analisis untuk IK-SWT.LAB-04/KIU-01

Gambar 6. Flowchart Analisis Reference Method AOCS Ca 5a-40

Cara perhitungan analisa FFA

$$\% \text{ FFA} = \frac{N \text{ NaOH} \times V \text{ titrasi NaOH} \times 25.6}{\text{Berat Sample}}$$

Hasil Pengujian

Validasi ini dilakukan dengan cara melakukan analisis FFA dengan sample yang sama, metode analisis yang dipergunakan adalah metode sesuai dengan Instruksi Kerja (*Work Instruction*) IK-SWT.Lab-04/KIU-01 dan Reference Standard Method AOCS (*American Oil Chemist Society*) Ca 5a-40 untuk analisis FFA (*Free Fatty Acid*), dilakukan pengujian terhadap masing-masing metode sebanyak 7 (Tujuh) kali pengulangan (hasil dapat dilihat pada Tabel 1).

Tabel 1. Hasil Analisis FFA menggunakan Reference Method dan sesuai WI (*Work Instruction*).

Metode	Berat Sample (gram)	Titer NaOH (ml)	[NaOH]	Hasil
Reference Method AOCS Ca 5a – 40	7.0041	3.05	0.2516	2.8044
	7.0487	3.07	0.2516	2.8049
	7.0393	3.1	0.2516	2.8361
	7.0605	3.09	0.2516	2.8185
	7.0264	3.08	0.2516	2.8230
	7.0976	3.09	0.2516	2.8038
	7.0166	3.06	0.2516	2.8086
WI IK-SWT.Lab-04/KIU-01	5.3761	5.91	0.1014	2.8536
	5.0250	5.53	0.1014	2.8567
	5.0255	5.53	0.1014	2.8564
	5.0201	5.53	0.1014	2.8595
	5.1357	5.65	0.1014	2.8558
	5.1833	5.69	0.1014	2.8496
	5.1307	5.65	0.1014	2.8586

F hitung = 4.2895
 F table = 4.7472 (F hitung < F tabel)
 % Recovery = 101.2422% (102 – 98 %, metode akurat)
 RSD = 0.006592
 = 0.6592 % (0 – 2.0%, Data Presisi)

Pembahasan

Dari hasil pengujian terhadap kedua metode ini,

a. Hasil Uji F

Uji F merupakan suatu analisis statistic yang menguji perbedaan rata-rata antar kelompok atau jenis perlakuan.

Hasil akhir yang didapatkan adalah nilai F hitung. Nilai tersebut dibandingkan dengan nilai dalam table F pada derajat kebebasan tertentu

Uji F dilakukan dengan membandingkan F hitung dengan F tabel, dengan menggunakan Hipotesa awal $H_1 = H_0$, untuk mengetahui hubungan ini dapat dibandingkan dari nilai F test atau F hitung dengan F tabel. Apabila F hitung < F Test, maka dapat disimpulkan hasil hipotesa diterima karena $H_1 = H_0$, tidak ada perbedaan nyata antara semua kelompok (Saefudin, Asep, dkk., 2013)

Uji F ini dilakukan untuk mengetahui hubungan antara Reference Standard Method AOCs Ca 5a-40 dan IK-SWT.Lab-04/KIU-01 sebagai variable terikat, sedangkan data dari hasil pengujian pada masing-masing method yang dipergunakan dianggap sebagai variable-variable bebas dengan nilai probabilitas $\alpha = 10\%$

Dari hasil pengujian didapatkan F hitung < F tabel (4.2895 < 4.7472), hal ini menunjukkan hasil hipotesa awal benar karena $H_1 = H_0$.

Hasil pengujian menggunakan Reference Method AOCs Ca 51-40 terhadap IK-SWT.Lab-04/KIU-01 tidak berbeda nyata.

b. Hasil Uji Akurasi

Uji akurasi merupakan suatu uji yang digunakan untuk membandingkan hasil pengujian yang dilakukan menggunakan Reference Standard Method AOCs Ca 5a-40 terhadap Instruksi Kerja (Work Instruction) IK-SWT.Lab-04/KIU-01 untuk mengetahui kedekatan nilai hasil analisis.

Ketepatan metode analisis ini dapat dihitung dari hasil Uji Recovery/ Uji perolehan kembali dengan cara membandingkan hasil rata-rata masing-masing dari metode yang diujikan.

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{Mean Hasil Uji WI}}{\text{Mean Hasil Uji Standard Method}} \times 100\%$$

Dari hasil uji ini diperoleh hasil Uji Recovery 101.2422%, hasil uji ini masih masuk dalam range recovery 102 – 98 %.

Hal ini menunjukkan bahwa metode FFA yang divalidasi ini hasilnya akurat.

c. Hasil Uji Presisi (Repeatability)

Uji Presisi (Repeatability) merupakan pengukuran kedekatan antar serangkaian hasil analisis yang diperoleh dari pengukuran beberapa sample homogen yang sama. Keterulangan merupakan presisi pada kondisi percobaan yang sama (berulang) baik itu *analyst*, peralatan, tempat maupun waktu.

Uji Presisi ini dipergunakan untuk mengetahui bahwa hasil pengujian yang dilakukan dengan menggunakan Reference Method dan Work Instruction setelah dilakukan pengujian memiliki hasil dengan kedekatan nilai yang sama

Dari Tabel 1, dapat terlihat bahwa hasil analisis menggunakan Reference Method dan Work Instruction memiliki hasil/ kedekatan nilai yang hampir sama.

Dilakukan perhitungan dengan menggunakan RSD/ Standard Deviasi Relatif dari hasil analisis ini adalah 0.0065924, %RSD adalah 0.65924 %, masuk ke dalam range

data presisi 0 – 2.0% (Swart M.E. & Krull I.S., 1997). Hal ini menunjukkan bahwa hasil analisis menggunakan method yang divalidasi ini presisi.

Kesimpulan

Dari hasil pengujian ini, dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil Validasi Method Instruksi Kerja (*Work Instruction*) IK-SWT.Lab-04/KIU-01 dengan Reference Standard Method AOCs (*American Oil Chemist Society*) Ca 5a-40 untuk analisis FFA (*Free Fatty Acid*) ini tidak berbeda.
2. Akurasi dari method baru ini adalah akurat.
3. Uji Presisi (*Repeatability*) dari method yang divalidasi adalah presisi.
4. Metode Analisis Instruksi Kerja (*Work Instruction*) IK-SWT.Lab-04/KIU-01 sudah tervalidasi dan dapat dipergunakan untuk analisis harian di Laboratorium KIU-Mill.

Ucapan Terimakasih

Dalam penulisan bulletin ini, Penulis mengucapkan terima kasih kepada anggota 1 team di Laboratorium KIU-Mill, Mill Manager & DGM KIU-Mill yang telah banyak memberikan masukan dan dukungan baik itu secara langsung maupun tidak langsung dan yang terakhir kepada keluarga penulis yang terus menerus mendukung dan percaya terhadap apa yang penulis lakukan maupun kerjakan.

Referensi

1. American Oil Chemist Society, 6th Edition, Reference Method 5a Ca-40, (508, South Sixth Street, Champaign, Illinois, 61820).
2. Heryani, Hesty dan Nugroho, Agung, CCP dan CP pada Proses Pengolahan CPO dan CPKO, DeePublish, Yogyakarta, 2017.
3. Instruksi Kerja Laboratorium KIU, Analisa Asam Lemak Bebas (ALB)/ *Free Fatty Acid (FFA)* (IK-SWT.Lab-04/KIU-01)
4. Ketaren, S, Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan, UI-Press, Jakarta, 1986.
5. *Malaysian Palm Oil Board, Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Ministry of Primary Industries, Malaysia.*
6. Pahan, Iyung, Panduan Lengkap Kelapa Sawit Manajemen Agribisnis dari Hulu hingga, Hilir, Penebar Swadaya, Jakarta, 2006.
7. Saefudin, Asep, dkk, Statistika Dasar, Kompas Grasindo, Jakarta, 2013.
8. Standard Nasional Indonesia, Minyak Kelapa Sawit Mentah (*Crude Palm Oil*) (SNI 01-2901-2006).
9. Swart, M.E. and Krull, I.S., *Analytical Method Development and Validation*, Marcell Dekker, USA, 1997.