

# JURNAL

## PENELITIAN TANAMAN INDUSTRI

(INDUSTRIAL CROPS RESEARCH JOURNAL)

Terakreditasi : Nomor 458/AU2/P2MI-LIPI/08/2012, Tanggal 7 Agustus 2012

Volume 19 No. 1, Maret 2013

Patogenisitas Beberapa Isolat Cendawan Terbawa Benih Kakao Hibrida  
**Baharudin, A. Purwantara, S. Ilyas, dan M.R. Suhartanto**

Patogenisitas Dua Isolat Lokal Jamur *Nomuraea rileyi*  
Farlow (Samson) terhadap *Helicoverpa armigera*  
Hubner (*Lepidoptera: Noctuidae*)  
**IGAA. Indrayani, Heri Prabowo, dan Sri Mulyaningsih**

Pemanfaatan Kompos Tanaman Air Sebagai Bahan Pembawa Inokulan  
Mikoriza Untuk Budidaya Lada Perdu di Lahan Bekas Tambang Timah  
**Yulius Ferry, Juniati Towaha, dan Rr. K. D. Sasmita**

Analisis Keragaman Genetik *Phytophthora capsici* Leonian Asal Lada  
(*Piper nigrum* L.) Menggunakan Penanda Molekuler  
**Chaerani, Sri Koerniati, dan Dyah Manohara**

Pemupukan Nitrogen, Fosfor dan Kalium pada Tanaman Akar Wangi  
**Rosihan Rosman, Octivia Trisilawati, dan Setiawan**

Fraksinasi Kering Minyak Kelapa Menggunakan Kristalisator Skala 120 Kg  
Untuk Menghasilkan Fraksi Minyak Kaya Triasilgliserol Rantai Menengah  
**Mursalin, Purwiyatno Hariyadi, Eko Hari Purnomo,  
Nuri Andarwulan, dan Dedi Fardiaz**

Jurnal Littri	Vol. 19	No. 1	Hal. 1 - 50	Bogor, Maret 2013	ISSN 0853-8212
---------------	---------	-------	-------------	----------------------	----------------



Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian  
*Agency for Agricultural Research and Development*  
**PUSAT PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN PERKEBUNAN**  
*Indonesian Center for Estate Crops Research and Development*  
BOGOR - INDONESIA

## FRAKSINASI KERING MINYAK KELAPA MENGGUNAKAN KRISTALISATOR SKALA 120 KG UNTUK MENGHASILKAN FRAKSI MINYAK KAYA TRIASILGLISEROL RANTAI MENENGAH

*Dry fractionation of coconut oil using 120 kg-scale crystallizer to produce  
concentrated medium chain triglycerides*

MURSALIN<sup>1,2)</sup>, PURWIYATNO HARIYADI<sup>2,3)</sup>, EKO HARI PURNOMO<sup>2,3)</sup>, NURI ANDARWULAN<sup>2,3)</sup>, dan DEDI FARDIAZ<sup>2,3)</sup>

<sup>1)</sup> Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Jambi

Jalan Raya Jambi-Muara Bulian Km.15 Mendalo Darat Jambi 36122

<sup>2)</sup> Departemen Ilmu dan Teknologi Pangan, Fakultas Teknologi Pertanian

Institut Pertanian Bogor, Kampus IPB Darmaga PO.Box 220 Bogor

<sup>3)</sup> SEAFast CENTER, Institut Pertanian Bogor

Jalan Puspa No.1 Kampus IPB Darmaga Bogor 16680

email : mursalin\_murod@yahoo.com

(Diterima Tgl. 8-3-2013 - Disetujui Tgl. 24-4-2013)

### ABSTRAK

Minyak kelapa merupakan sumber *medium chain triglycerides* (MCT) utama. Melalui proses fraksinasi dapat dihasilkan fraksi minyak dengan kandungan MCT tinggi. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh berbagai faktor perlakuan dingin terhadap kristalisasi dan fraksinasi minyak kelapa, serta untuk menetapkan prosedur pendinginan yang efektif dalam menghasilkan fraksi minyak dengan kandungan MCT tinggi. Penelitian dilaksanakan di Laboratorium SEAFast CENTER IPB dari bulan Maret 2012 sampai bulan Februari 2013. Fraksinasi dilakukan dengan memanaskan minyak pada suhu 70°C lalu didinginkan pada berbagai laju pendinginan untuk mencapai beberapa variasi suhu kristalisasi, diaduk dengan kecepatan 15 rpm, dibiarkan mengkristal pada lama waktu yang berbeda (hingga 900 menit), serta difraksinasi dengan penyaringan vakum menggunakan kertas Whatman 40. Tiga tahap pendinginan yang merupakan faktor kunci keberhasilan proses kristalisasi minyak kelapa yaitu tahap pendinginan awal dari suhu 70 hingga 29°C; tahap pendinginan kritis 29°C hingga suhu kristalisasi; dan tahap kristalisasi itu sendiri. Pada tahap pertama minyak kelapa didinginkan secepat mungkin untuk menurunkan waktu proses, tetapi pada tahap kedua harus dilaksanakan dengan laju pendinginan lambat (kurang dari 0,176°C/menit) untuk menghasilkan kristal yang berukuran besar dan tidak mudah meleleh. Minyak dengan kandungan triasilgliserol tinggi dapat diperoleh dari fraksi olein minyak kelapa. Pada perlakuan suhu kristalisasi 21,30-21,73°C untuk laju pendinginan kritis antara 0,013 hingga 0,176°C/menit, semakin rendah laju pendinginan kritis dan semakin lama proses kristalisasi maka kandungan MCT fraksi olein yang dihasilkan akan semakin tinggi.

Kata kunci: minyak kelapa, laju pendinginan, kristalisasi, fraksinasi, MCT

### ABSTRACT

Coconut oil is the main source of medium chain triglycerides (MCT). Fractionation produce oil fraction containing MCT concentrate. This research aims to study the influence of various factors of cooling treatment on the crystallization and fractionation of coconut oil, and to establish effective cooling procedure to produce oil fraction with high MCT content. The research was conducted in Laboratorium of SEAFast CENTER IPB from March 2012 to February 2013. Coconut oil was heated at 70°C then cooled at different cooling rate to reach various

crystallization temperatures. The oil was then stirred at 15 rpm and allow to crystallized at different period of time (up to 900 min), and finally fractionated by vacuum filtration using Whatman #40 paper. Fractionation temperatures was the same as crystallization temperature. The results showed that there were three distinct cooling regimes critical to crystallization process, i.e temperature range from 70 to 29°C; 29°C to crystallization temperature; and crystallization temperature. In the first regime, melted coconut oil might be cooled quickly to save time, but in the second regime need be done with a cooling rate of less than 0.176°C/min to produce physically stable crystal. Oil with high triacylglycerol content could be obtained from olein fraction of coconut oil. At the crystallization temperature 21.30-21.73°C for the critical cooling rate between 0.013 to 0.176°C/min, the higher MCT content of olein fraction were produced by the lower critical cooling rate and the longer crystallization process

Keywords: fractionation, crystallization, MCT, coconut oil, cooling rate.

### PENDAHULUAN

Minyak kelapa selama ini dianggap sebagai minyak yang tidak baik untuk kesehatan karena kandungan asam lemak jenuhnya yang tinggi. Pendapat yang keliru ini telah menurunkan produksi, distribusi dan tingkat penerimaan konsumen terhadap minyak kelapa. Tetapi saat ini, dari bukti penelitian yang panjang, diketahui bahwa lemak dalam minyak kelapa mempunyai sifat khas yang baik bagi kesehatan dan berbeda dari hampir semua lemak pada minyak-minyak lain. Menurut ST-ONGE (2005), minyak kelapa dengan kandungan trigliserida rantai menengahnya tidak memiliki pengaruh negatif terhadap kolesterol, dan bahkan memberi efek perlindungan terhadap penyakit *atherosclerosis* dan jantung. Trigliserida rantai menengah atau *medium chain triglycerides* (MCT) kurang bersifat *fattening* dibandingkan dengan trigliserida jenis lain dan tidak pernah disimpan dalam bentuk cadangan energi pada proses metabolisme lipid. MCT dicerna lebih cepat

dibandingkan dengan asam-asam lemak jenis lain; dan menguntungkan secara khusus dalam hal menyediakan energi bagi jaringan limpa, hati dan sel-sel lemak. Konsumsi MCT dapat menstimulasi fungsi tiroid dan mendorong untuk terjadinya penurunan berat badan.

Kristalisasi fraksional, yang umumnya dikenal dengan istilah fraksinasi, adalah proses modifikasi minyak/lemak tertua dan telah mendasari pengembangan industri produk olahan lemak dan minyak makan modern. Pengolahan minyak yang secara komposisional bersifat heterogen menjadi fraksi yang lebih homogen dengan nilai tambah yang tinggi selalu menjadi tantangan dalam teknologi fraksinasi. Ada banyak metode fraksinasi yang dapat diterapkan dalam penyiapan bahan baku produk olahan berbasis minyak, tetapi yang paling sederhana dan banyak dipakai adalah fraksinasi kering.

Melalui fraksinasi, minyak dapat dipisahkan sebagai fraksi cair (olein) dan fraksi padat (stearin) jika dikenakan perlakuan dingin yang terkendali (ZALIHA *et al.*, 2004; TIMMS, 2005). Fraksi olein dan stearin masing-masing mempunyai karakteristik fisikokimia yang berbeda dan memiliki aplikasi khusus yang berbeda pula (SARMIDI *et al.*, 2009). Stearin minyak kelapa banyak dimanfaatkan sebagai bahan baku industri oleokimia, margarin dan *confectionary*, dan *cocoa butter substitutes*. Sedangkan olein banyak dimanfaatkan sebagai minyak salad, minyak goreng dengan stabilitas oksidatif yang tinggi dan minyak sumber MCT (MATULKA *et al.*, 2006; SHAMSUDIN *et al.*, 2006; PRAKOSO *et al.*, 2006).

Minyak kelapa memiliki titik beku pada suhu di sekitar 70 °F atau 21,1 °C (O'BRIEN, 2004). Minyak kelapa jika didinginkan pada kisaran suhu titik beku akan mengkristal, berubah wujud menjadi padat dengan sifat-sifat kristal yang sangat ditentukan oleh laju pendinginan yang diterapkan (HUEY *et al.*, 2009; TIMMS, 2005; CALLIAUW *et al.*, 2010) dan lamanya proses pendinginan tersebut berlangsung (O'BRIEN, 2004; TIMMS, 2005; MATULKA *et al.*, 2006). Perubahan fase minyak karena pendinginan inilah yang menjadi dasar fraksinasi kering minyak kelapa.

Fraksinasi kering merupakan salah satu metode modifikasi lemak secara fisik dengan memanfaatkan sifat-sifat kristalisasi dari trigliserida atau *triacyl glycerol* (TAG) penyusun lemak tersebut (SARMIDI *et al.*, 2009). Sifat-sifat kristalisasi yang dimaksud, diantaranya adalah perbedaan titik leleh (HUEY *et al.*, 2009), karakteristik polimorfik, dan komposisi campuran TAG (CALLIAUW *et al.*, 2010). Ketiga sifat TAG ini oleh TIMMS (2005) dan CALLIAUW *et al.* (2010) disebut sebagai karakter fase dari TAG.

TAG minyak yang paling awal mengalami perubahan wujud menjadi padat saat didinginkan adalah yang memiliki rantai atom paling panjang, sementara MCT masih berwujud cair (TIMMS, 2005). MCT memerlukan perlakuan pendinginan yang lebih intens dengan waktu yang lebih lama untuk dapat terkristalisasi (MATULKA *et al.*, 2006; PRAKOSO *et al.*, 2006). Oleh karena itu, pendinginan minyak kelapa dengan prosedur tertentu (fraksinasi kering) dapat digunakan untuk menghasilkan fraksi minyak dengan kandungan MCT tinggi.

MCT yang berasal dari minyak kelapa cocok digunakan untuk bahan baku pembuatan *cocoa butter substitutes* (CBS) karena mengandung asam laurat yang dominan (MATULKA *et al.*, 2006; PRAKOSO *et al.*, 2006). MCT jenis ini dapat diperoleh baik dari fraksi olein maupun stearin minyak kelapa pada perlakuan suhu dingin dan lama proses kristalisasi yang tertentu. Karakterisasi seluruh produk fraksinasi perlu dilakukan untuk memastikannya.

Studi terhadap perilaku fraksinasi lemak merupakan hal yang sangat penting untuk dilakukan. Pengetahuan yang benar mengenai kinetika fraksinasi lemak diperlukan untuk mengatur kegiatan operasional industri agar dapat menghasilkan produk akhir dengan karakteristik yang diinginkan. Pengaruh suhu kristalisasi, laju pendinginan dan lama proses terhadap perilaku kristalisasi dan fraksinasi minyak (khususnya minyak kelapa) sejauh ini belum sepenuhnya diketahui. Begitu pula dengan fenomena-fenomena yang terjadi yang diakibatkan oleh perbedaan penerapan faktor-faktor tersebut, belum dapat dijelaskan dengan tuntas dan baru sedikit sekali data tentang kinetika kuantitatif yang saat ini tersedia (TIMMS, 2005; CHALEEPA *et al.*, 2010).

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh berbagai variasi perlakuan dingin terhadap kristalisasi dan fraksinasi minyak kelapa dan untuk menetapkan prosedur pendinginan yang efektif untuk menghasilkan fraksi minyak kelapa dengan kandungan MCT tinggi.

## METODE PENELITIAN

### Bahan yang digunakan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah *refined bleached deodorized coconut oil* dari PT. BARCO, Jakarta dan standar TAG untuk analisis komposisi TAG.

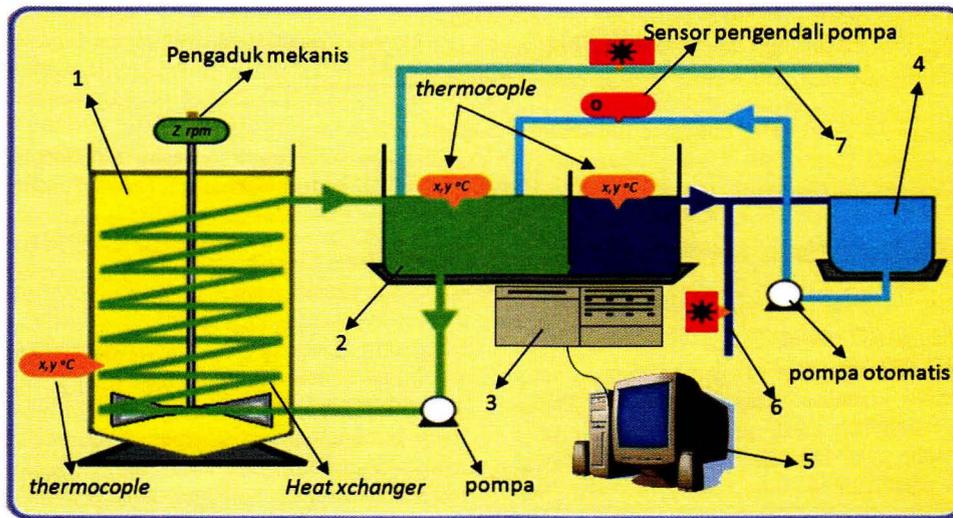
### Metode Fraksinasi

Fraksinasi kering yang diterapkan merupakan modifikasi cara yang dilakukan oleh ZALIHA *et al.* (2004) dan CHALEEPA *et al.* (2010). Minyak kelapa sebanyak 112 kg dipanaskan pada suhu 70°C selama 10 menit kemudian didinginkan secara perlahan dengan berbagai variasi laju pendinginan (0,1-0,8°C/menit) hingga dicapai suhu kristalisasi yang diinginkan, bervariasi dari 18,0-22,5°C. Setelah suhu kristalisasi tercapai, suhu minyak dijaga tetap konstan hingga akhir proses. Pengamatan dilakukan secara periodik sebanyak enam kali dimulai setelah beberapa saat minyak mencapai suhu kristalisasi. Selama proses pendinginan, minyak diaduk dengan kecepatan 15 rpm. Fraksinasi dilakukan dengan penyaringan vakuum menggunakan kertas Whatman #40 pada suhu yang sama dengan suhu kristalisasi sehingga dihasilkan fraksi padat (stearin) dan fraksi cair (olein).

Kristalisator yang digunakan terdiri dari tujuh rangkaian peralatan utama yaitu: (1) tangki kristalisator

minyak dengan sistem *double jacket* berkapasitas 120 kg dilengkapi dengan pengaduk mekanis yang bisa diatur kecepatannya, *thermocople* dan *heat exchanger* di bagian tengah tangki. (2) *Chamber* penyuplay air dingin yang terhubung dengan *heat exchanger* dalam tangki minyak dilengkapi dengan *thermocople* dan pompa. (3) Sirkuit elektronik untuk mengatur suhu air di *chamber* dilengkapi dengan pompa otomatis untuk mengalirkan air dingin dari *chiller* berdasarkan program pendinginan yang ditetapkan. (4)

*Chiller* yang digunakan untuk mensuplay air dingin ke *chamber* pendingin. (5) Komputer untuk mengatur sistem sequensi perlakuan pendinginan dan untuk merekam perubahan suhu minyak dan air pendingin selama pendinginan dan kristalisasi. (6) *outlet* air dari *chamber* pendingin jika tidak ingin disirkulasikan ke *chiller*. (7) *Inlet* air dari kran ke *chamber* pendingin jika tidak ingin digunakan air dingin dari *chiller*. Skema alat kristalisator yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Skema kristalisator yang digunakan, 1=tangki kristalisator; 2=*chamber* berisi air pendingin; 3=sirkuit elektronik pengatur sistem pendinginan; 4=*chiller* sebagai penyedia air dingin; 5=komputer untuk input program dan pencatat perubahan suhu minyak dan air pendingin; 6=*outlet* air dari *chamber* pendingin; 7=*inlet* air dari kran sebagai sumber air dingin alternatif

Figure 1. The Scheme of crystallizer equipment used: 1 = tank crystallizer, 2 = chamber filled with water cooling; 3 = controller electronic circuit cooling system, 4 = chiller as a provider of cold water; 5 = computer program to input and recording changes in the oil and cooling water temperature, 6 = outlet water from the cooling chamber; 7 = inlet water from the faucet as an alternative source of cooling water

### Sampling dan Analisis

Sampling dilakukan dengan cara mengambil minyak beku sebanyak 125-250 ml yang berasal dari berbagai posisi pada tangki kristalisator lalu dipisahkan sebagian untuk analisis morfologi kristal, selanjutnya difraksinasi untuk memperoleh masing-masing fraksi stearin dan olein. Sampling dilakukan enam kali pada saat minyak berada pada fase kristalisasi, yaitu fase setelah tahap pendinginan kritis dimana suhu minyak dipertahankan konstan.

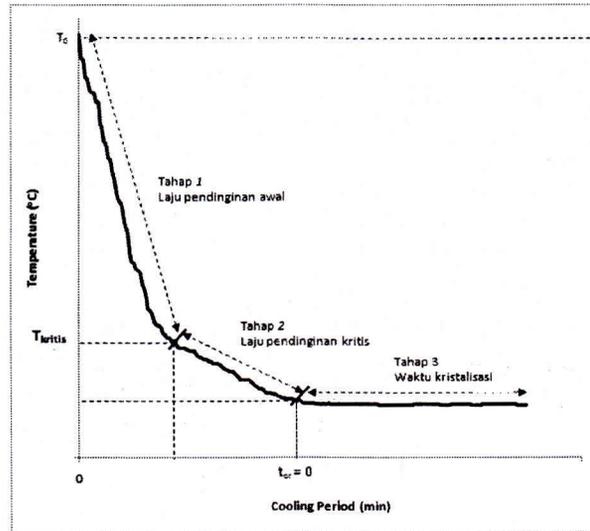
Analisis yang dilakukan meliputi morfologi dan stabilitas kristal, laju pembentukan stearin, kandungan MCT dan titik leleh (SMP) masing-masing fraksi. Morfologi kristal diamati dengan mikroskop cahaya terpolarisasi (Olympus C-35AD-4). Stabilitas kristal diukur berdasarkan lamanya kristal berada pada fase padat saat diambil beberapa tetes dan diletakkan pada permukaan gelas preparat, diratakan dan ditutup dengan *glass cover*.

Analisis komposisi TAG dilakukan dengan metode *AOCS Official Methods Ce 5c* (2005) menggunakan HPLC dan detektor Indeks Refraksi (*Refractive index/RI*). Analisis *Slip melting point* (SMP) dilakukan dengan *AOCS Official Methods Cc 3-25* (2005) secara triplo.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### Kurva Pendinginan dan Pembagian Zona Kristalisasi Minyak Kelapa

Dari penelitian ini diperoleh berbagai bentuk kurva pendinginan, yaitu kurva perubahan suhu minyak kelapa selama kristalisasi. Dari pengamatan pada berbagai kurva pendinginan yang diperoleh tersebut, secara umum tipikal kurva perubahan suhu minyak kelapa selama kristalisasi dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Tipikal kurva perubahan suhu minyak kelapa selama proses kristalisasi  
 Figure 2. Typical curve of coconut oil temperature changing during crystallization process

Kurva pendinginan minyak kelapa selama kristalisasi (Gambar 2) mengindikasikan tiga tahap pendinginan yang mempengaruhi proses kristalisasi dan fraksinasinya. Tahap pertama adalah pendinginan awal, yaitu pendinginan yang berlangsung dari suhu awal minyak ( $T_0$ ) hingga suhu awal kristalisasi. Pada penelitian ini suhu awal kristalisasi pada minyak kelapa (suhu dimana inti kristal pertama mulai terbentuk) diperkirakan terjadi pada suhu  $29^\circ\text{C}$ . Hal ini didukung oleh hasil analisis NMR yang menunjukkan bahwa pada suhu  $29^\circ\text{C}$  minyak kelapa mulai mengkristal dengan *solid fat content* (SFC) berkisar antara 1,0-2,0% (data tidak ditampilkan). Tahap kedua adalah pendinginan yang berlangsung dari suhu awal kristalisasi sampai suhu kristalisasi ( $T_{cr}$ ) yang ditetapkan. Diduga pada tahap pendinginan kedua ini terjadi peningkatan intensitas pembentukan inti kristal (propagasi) yang terjadi setelah inti pertama terbentuk hingga tercapainya suhu kristalisasi ( $T_{cr}$ ). Dalam paper ini akan ditunjukkan bahwa laju pendinginan pada pendinginan tahap kedua ini sangat berpengaruh pada stabilitas dan ukuran kristal minyak kelapa yang dihasilkan. Karena itu laju pendinginan tahap kedua ini disebut sebagai laju pendinginan kritis ( $v_c$ ). Tahap ketiga adalah pendinginan untuk mempertahankan suhu kristalisasi konstan sesuai dengan yang ditetapkan. Diduga pada pendinginan tahap ketiga ini terjadi penggabungan inti kristal membentuk kristal yang lebih besar (pertumbuhan kristal).

**Stabilitas dan Diameter Kristal Minyak Kelapa**

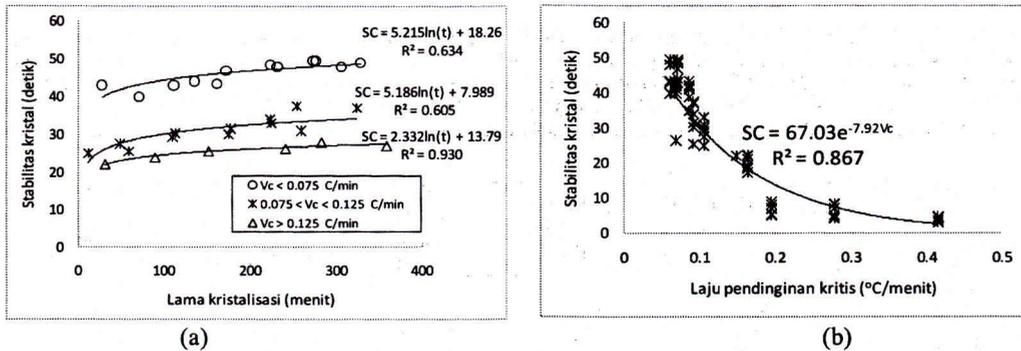
**Stabilitas Kristal Minyak Kelapa**

Stabilitas kristal minyak kelapa tidak dipengaruhi oleh suhu awal pendinginan ( $T_0$ ), suhu kristalisasi ( $T_{cr}$ ) dan laju pendinginan awal ( $v_i$ ), tetapi dipengaruhi oleh lama kristalisasi dan laju pendinginan kritis ( $v_c, ^\circ\text{C}/\text{menit}$ ).

Semakin lama proses kristalisasi akan meningkatkan stabilitas kristal minyak kelapa (SC, detik) yang dihasilkan (Gambar 3a). Pada Gambar 3a juga menunjukkan bahwa laju pendinginan kritis berbanding terbalik dengan stabilitas kristal. Perubahan stabilitas kristal selama proses kristalisasi pada berbagai laju pendinginan kritis yang dipelajari adalah sebagai berikut:  $SC=5,215\ln(t)+18,26$  untuk  $v_c < 0,075^\circ\text{C}/\text{menit}$ ;  $SC=5,186\ln(t)+7,989$  untuk  $0,075 < v_c < 0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$ ; dan  $SC=2,332\ln(t)+13,79$  untuk  $v_c > 0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$ .

Analisis lebih lanjut menunjukkan bahwa peningkatan laju pendinginan kritis akan menyebabkan penurunan stabilitas kristal minyak kelapa secara eksponensial (Gambar 3b). Dari kisaran laju pendinginan yang dipelajari, hubungan antara laju pendinginan kritis dengan stabilitas kristal minyak kelapa yang diperoleh pada berbagai waktu kristalisasi, dapat dijelaskan dengan persamaan  $SC=67,03e^{-7,92v_c}$ . Stabilitas kristal minyak kelapa yang baik diperoleh dengan laju pendinginan kritis pada kisaran  $0,013$  hingga  $0,176^\circ\text{C}/\text{menit}$ .

Stabilitas kristal minyak meningkat dari bentuk polimorfis  $\alpha$  ke  $\beta'$  ke  $\beta$ , laju pembentukan polimorfis kristal minyak bentuk  $\alpha$  lebih tinggi daripada bentuk  $\beta'$  maupun  $\beta$  (TIMMS, 2005; KELLENS *et al.*, 2007). Perbedaan penerapan kondisi termal tertentu (laju pendinginan, suhu kristalisasi dan *supercooling*) akan menginduksi terjadinya pembentukan kristal minyak dengan bentuk polimorfis yang tertentu pula. Laju pendinginan yang cepat memicu untuk terjadinya pembentukan kristal  $\alpha$  yang menghasilkan massa padat dengan ukuran kristal yang sangat kecil. Kristal bentuk  $\beta'$  dapat terjadi pada laju pendinginan yang rendah. Kristal bentuk  $\beta$ , sebaliknya, susah untuk diperoleh dan hanya terjadi pada berbagai kondisi pengecualian saja, seperti pada lemak cokelat atau *cocoa butter* (KELLENS *et al.*, 2007).



Gambar 3. Hubungan antara lama kristalisasi dan stabilitas kristal minyak kelapa pada tiga macam laju pendinginan kritis (a); Pengaruh laju pendinginan kritis terhadap stabilitas kristal minyak kelapa (b);  $v_c$  = laju pendinginan kritis; SC = stabilitas kristal; t = lama kristalisasi

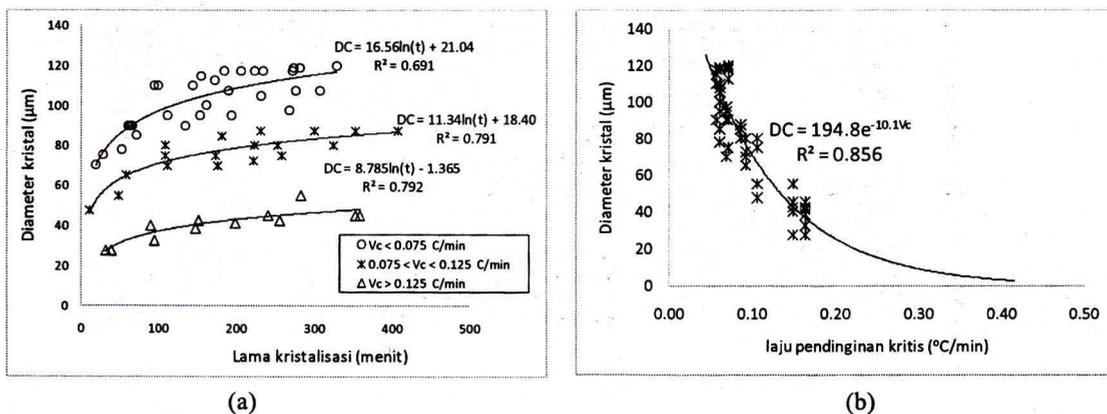
Figure 3. The coconut oil crystal stability as a function of crystallization period in three kinds of critical cooling rate (a); The effect of critical cooling rate on the coconut oil crystal stability (b);  $v_c$  for critical cooling rate; SC for crystal stability; t for crystallization period

### Diameter Kristal Minyak Kelapa

Diameter kristal minyak kelapa yang dihasilkan selama proses kristalisasi tidak dipengaruhi oleh laju penurunan suhu minyak di tahap pertama pendinginan ( $v_1$ ) tetapi sangat ditentukan oleh laju penurunan suhu minyak di tahap kedua atau laju pendinginan kritis ( $v_c$ ,  $^{\circ}$ C/menit). Laju pendinginan kritis kurang dari 0,176 $^{\circ}$ C/menit menghasilkan kristal yang stabil sehingga morfologinya dapat direkam dalam film foto analog yang ada di bagian atas mikroskop cahaya terpolarisasi dan dapat diukur diameternya. Semakin lama proses kristalisasi (pendinginan di tahap ketiga) maka diameter kristal (DC,  $\mu$ m) yang dihasilkan akan semakin besar (Gambar 4a). Pada Gambar 4a juga terlihat bahwa diameter kristal minyak kelapa yang dihasilkan selama kristalisasi berbanding terbalik dengan laju pendinginan kritis.

Perubahan diameter kristal minyak kelapa selama proses kristalisasi pada berbagai laju pendinginan kritis yang dipelajari adalah sebagai berikut:  $DC = 16,56 \ln(t) + 21,04$  untuk  $v_c < 0,075$   $^{\circ}$ C/menit;  $DC = 11,34 \ln(t) + 18,40$  untuk  $0,075 < v_c < 0,125$   $^{\circ}$ C/menit; dan  $DC = 8,785 \ln(t) - 1,365$  untuk  $v_c > 0,125$   $^{\circ}$ C/menit.

Peningkatan laju pendinginan kritis akan menyebabkan penurunan diameter kristal minyak kelapa secara eksponensial (Gambar 4b). Dari kisaran laju pendinginan yang dipelajari, hubungan antara laju pendinginan kritis dengan diameter kristal minyak kelapa yang diperoleh pada berbagai waktu kristalisasi, dapat dijelaskan dengan persamaan  $DC = 194.8e^{-10.1v_c}$ . Sama halnya dengan stabilitas kristal, diameter kristal minyak kelapa yang baik diperoleh dengan laju pendinginan kritis pada kisaran 0,013 hingga 0,176  $^{\circ}$ C/menit.



Gambar 4. Hubungan antara lama kristalisasi dan diameter kristal minyak kelapa pada tiga macam laju pendinginan kritis (a); Pengaruh laju pendinginan kritis terhadap ukuran kristal minyak kelapa (b);  $v_c$  = laju pendinginan kritis; DC = diameter kristal; t = lama kristalisasi

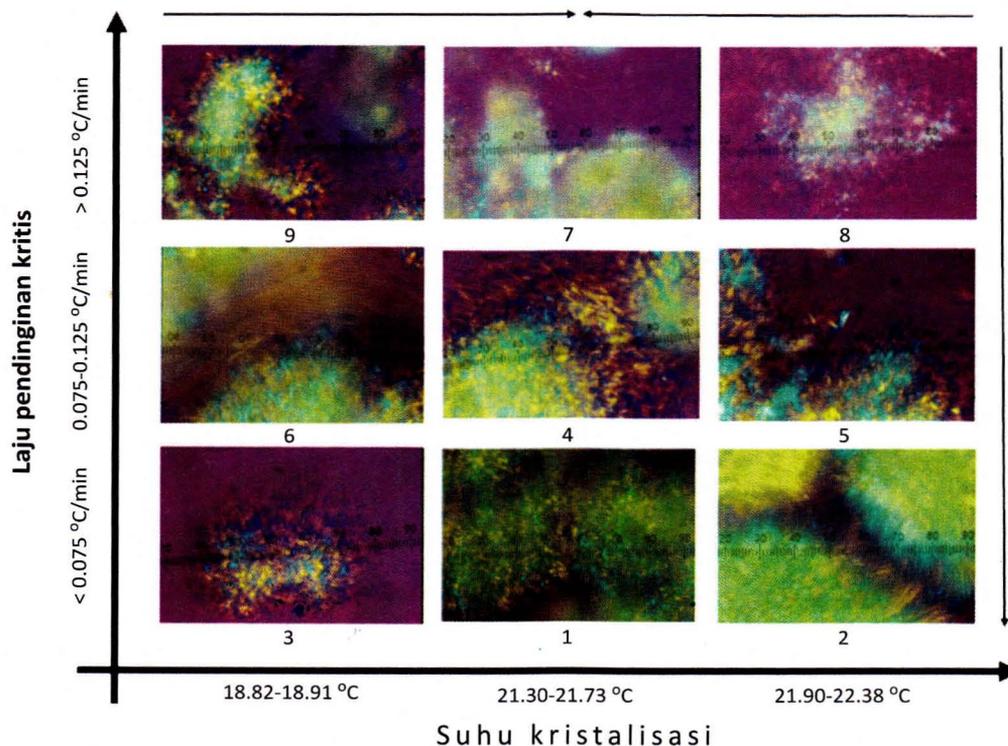
Figure 4. The coconut oil crystal diameter as a function of crystallization period in three kinds of critical cooling rate (a); The effect of critical cooling rate on the coconut oil crystal diameter (b);  $v_c$  for critical cooling rate; DC for diameter crystal size; t for crystallization period

Dari tiga tahap kristalisasi minyak kelapa, tahap kedua dan ketiga adalah yang sangat menentukan besar kecilnya diameter kristal minyak yang dapat dihasilkan. Hasil penelitian ini sejalan dengan yang diungkapkan oleh ARNAUD *et al.* (2007), bahwa laju pendinginan adalah faktor penentu dalam proses operasional fraksinasi kering minyak atau lemak, khususnya selama fase pembentukan inti kristal (*nucleation phase*), fase pembentukan inti kristal yang semakin meningkat (*propagation phase*), dan fase pertumbuhan dan penggabungan inti kristal (*crystal growth phase*). Laju pendinginan pada fase-fase ini akan berpengaruh langsung terhadap laju pembentukan inti kristal dan perkembangan kristal tersebut selanjutnya, sehingga akan mempengaruhi kemudahan penyaringan juga kualitas fraksi yang akan dihasilkan.

Pada fraksinasi kering minyak kelapa, untuk menghasilkan kristal yang stabil dengan ukuran yang besar dan mudah difraksinasi, perlu diatur perlakuan dingin yang akan diterapkan sesuai dengan 3 tahap pendinginan yang dipelajari pada penelitian ini. Pendinginan cepat cocok hanya untuk di awal proses hingga terbentuknya inti kristal pertama (tahap pertama). Setelah itu, saat memasuki tahap kedua, sangat perlu untuk diatur laju pendinginan yang

lambat dalam rangka membatasi jumlah inti kristal yang terbentuk dan memberikan kesempatan pertumbuhan kristal. Tetapi, laju pendinginan yang terlalu lambat pada tahap ini tidak dianjurkan karena selain tidak menghasilkan kristal dengan morfologi yang lebih baik juga akan menyebabkan pemborosan waktu dan energi. Pada tahap selanjutnya, yaitu tahap kristalisasi (tahap ketiga), besarnya suhu kristalisasi perlu diatur dan dijaga agar tetap konstan selama beberapa jam untuk memodifikasi hasil proses dan menghasilkan fraksi dengan kualitas tertentu, sesuai kebutuhan dan kegunaannya.

Suhu kristalisasi ternyata juga berpengaruh terhadap diameter kristal minyak kelapa. Ukuran diameter kristal minyak kelapa yang terbesar hingga terkecil masing-masing diperoleh dari perlakuan suhu kristalisasi pada interval 21,30-21,73°C; 21,90-22,38°C; dan 18,82-18,91°C. Berbeda halnya dengan suhu kristalisasi, laju pendinginan kritis mempengaruhi diameter kristal minyak kelapa dengan berbanding terbalik, semakin besar laju pendinginan kritis maka diameter kristal minyak kelapa akan semakin kecil. Morfologi dan ukuran kristal minyak kelapa berdasarkan suhu kristalisasi dan laju pendinginan kritis dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Pengaruh laju pendinginan kritis dan suhu kristalisasi terhadap ukuran kristal minyak kelapa; angka di bawah gambar menunjukkan urutan (ranking) dari ukuran diameter kristal yang terbesar hingga terkecil

Figure 5. Effect of the critical cooling rate and crystallization temperature on the crystal size of coconut oil; the number below the image shows the order (ranking) of the crystal diameter sizes

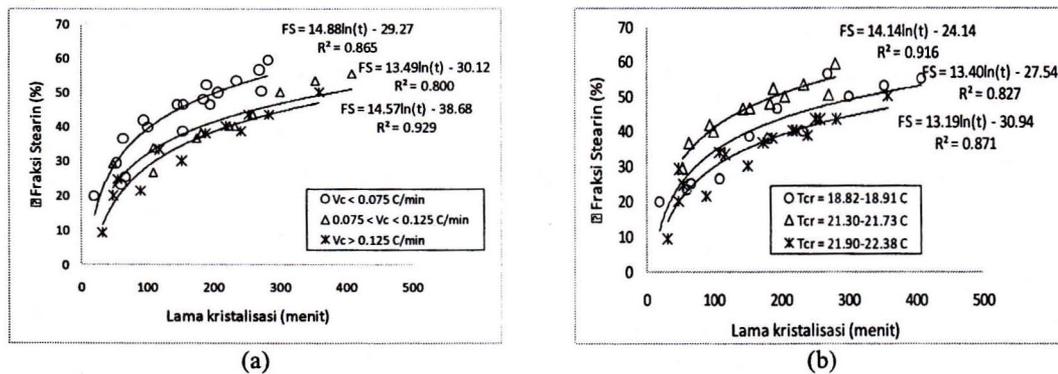
**Pola Pembentukan Stearin Minyak Kelapa selama Kristalisasi**

Jumlah fraksi stearin yang dapat dihasilkan dari fraksinasi kering minyak kelapa sangat ditentukan oleh laju pendinginan, suhu kristalisasi dan lama kristalisasi yang diterapkan. Pada pendinginan tahap pertama, perbedaan laju pendinginan awal tidak menghasilkan jumlah fraksi stearin yang berbeda. Pada semua laju pendinginan awal ( $v_c$ , °C/menit), peningkatan jumlah fraksi stearin selama proses kristalisasi akan sebanding dengan nilai logaritma lama kristalisasi.

Laju pendinginan kritis berpengaruh terhadap pembentukan stearin minyak kelapa selama proses kristalisasi, perbedaan laju pendinginan kritis ( $v_c$ , °C/menit) menghasilkan jumlah fraksi stearin yang juga berbeda. Semakin lama proses kristalisasi (pendinginan di tahap ketiga) maka jumlah fraksi stearin (FS, %) yang dihasilkan akan semakin besar (Gambar 6a). Gambar 6a juga menunjukkan bahwa jumlah fraksi stearin minyak kelapa yang dihasilkan selama kristalisasi berbanding terbalik dengan laju pendinginan kritis. Perubahan jumlah fraksi stearin minyak kelapa selama proses kristalisasi

pada berbagai laju pendinginan kritis yang dipelajari adalah sebagai berikut:  $FS=14,88\ln(t)-29,27$  untuk  $v_c < 0,075^\circ\text{C}/\text{menit}$ ;  $FS=13,49\ln(t)-30,12$  untuk  $0,075 < v_c < 0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$ ; dan  $FS=14,57\ln(t)-38,68$  untuk  $v_c > 0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$ .

Peningkatan jumlah fraksi stearin minyak kelapa selama waktu kristalisasi (tahap ketiga) ternyata juga sangat dipengaruhi oleh suhu kristalisasi ( $T_{cr}$ , °C). Pengaruh bersama antara suhu kristalisasi dan laju pendinginan kritis terhadap pola perubahan fraksi stearin minyak kelapa selama kristalisasi, khususnya untuk laju pendinginan kritis yang kurang dari  $0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$  dapat dilihat pada Gambar 6b. Pada Gambar 6b terlihat bahwa interval suhu kristalisasi antara  $21,30-21,73^\circ\text{C}$  menghasilkan jumlah stearin yang lebih tinggi daripada interval suhu di bawah atau di atasnya. Perubahan jumlah fraksi stearin minyak kelapa selama proses kristalisasi pada laju pendinginan kritis kurang dari  $0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$  di berbagai interval suhu kristalisasi yang dipelajari adalah sebagai berikut:  $FS=14,14\ln(t)-24,14$  untuk  $21,30 < T_{cr} < 21,73^\circ\text{C}$ ;  $FS=13,40\ln(t)-27,54$  untuk  $18,82 < T_{cr} < 18,91^\circ\text{C}$ ; dan  $FS=13,19\ln(t)-30,94$  untuk  $21,90 < T_{cr} < 22,38^\circ\text{C}$ .



Gambar 6. Hubungan antara lama kristalisasi dan pembentukan stearin minyak kelapa di 3 kelompok laju pendinginan kritis (a); dan pada laju pendinginan kritis kurang dari  $0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$  di 3 kelompok suhu kristalisasi (b).  $v_c$  = laju pendinginan kritis;  $T_{cr}$  = suhu kristalisasi; FS = fraksi stearin; t = lama kristalisasi

Figure 6. The formation of coconut oil stearin as a function of crystallization period in three kinds of critical cooling rate (a); in critical cooling rate less than  $0,125^\circ\text{C}/\text{min}$  at three kinds of crystallization temperature (b);  $v_c$  for critical cooling rate;  $T_{cr}$  for crystallization temperature; FS for stearin fraction; t for crystallization period

Perlakuan pengaturan suhu kristalisasi minyak erat kaitannya dengan pengaturan "supercooling" pada proses kristalisasi. Supercooling adalah penurunan suhu pendinginan suatu larutan di bawah suhu padat larutan tersebut untuk mengkristalkan larutan superjenuh yang ada dalam sistem. Laju pembentukan kristal berbanding lurus dengan derajat supercooling yang diterapkan (TIMMS, 2005). Minyak kelapa yang mempunyai titik padat di suhu  $21,1^\circ\text{C}$  (O'BRIEN, 2004), kristalisasi di suhu  $18,82^\circ\text{C}$  berarti telah menerapkan supercooling sebesar  $2,28^\circ\text{C}$ . Menurut TIMMS (2005), supercooling  $0,36-3,60^\circ\text{C}$  termasuk dalam derajat supercooling yang sedang; hanya meningkatkan kelarutan minyak 1,1-2,1 kalinya dan dapat

menghasilkan kristal dengan ukuran radius minimum ( $0,1-10\ \mu\text{m}$ ).

Untuk menghasilkan kristal yang kasar dengan ukuran yang relatif besar bisa dicapai dengan menerapkan derajat supercooling yang sedang. Pada derajat supercooling yang tinggi (lebih dari  $3,6^\circ\text{C}$ ), molekul-molekul tidak sempat untuk terbawa pada kondisi pembesaran yang baik untuk terjadinya discolation dalam lattice kristal atau untuk pembentukan ko-kristal (TIMMS, 2005). Penerapan derajat supercooling yang terlalu tinggi berarti memaksa kristalisasi terjadi lebih intens, akibatnya viskositas minyak akan meningkat secara cepat sehingga laju difusi dan pembesaran kristal menjadi terganggu (KELLENS et al., 2007).

Suhu kristalisasi yang sedang, pada interval 21,90-22,38 °C, ternyata menghasilkan jumlah fraksi stearin yang lebih tinggi daripada interval suhu yang lebih rendah maupun yang lebih tinggi (Gambar 6b). Hal ini dapat dimengerti karena pada suhu kristalisasi yang rendah ukuran kristal yang terbentuk relatif lebih kecil sehingga sebagiannya akan terikut ke dalam fraksi olein saat dilakukan fraksinasi. Sedangkan pada suhu kristalisasi yang tinggi, diduga proses kristalisasi tidak terjadi secara intensif sehingga fraksi stearin yang terbentuk akan lebih sedikit.

**Pola Perubahan Kandungan MCT Produk Fraksinasi Minyak Kelapa selama Kristalisasi**

Wujud padat dan cair dari minyak kelapa sangat ditentukan oleh akumulasi sifat berat molekul dan titik cair dari masing-masing TAG penyusunnya. Komposisi TAG yang berbeda akan menghasilkan titik cair minyak yang berbeda pula (HUEY *et al.*, 2009; O'BRIEN, 2004). Salah satu golongan TAG utama yang bernilai ekonomis tinggi yang terdapat di minyak kelapa adalah MCT, yaitu TAG dengan jumlah rantai karbon 8-12.

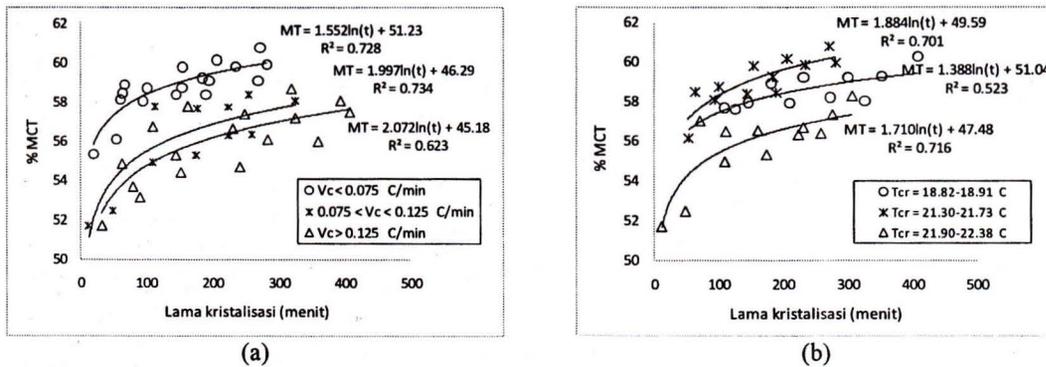
Di semua perlakuan pendinginan, kandungan MCT fraksi stearin minyak kelapa yang dihasilkan akan menurun sedangkan kandungan MCT fraksi olein akan meningkat sebanding dengan semakin lamanya proses kristalisasi diterapkan. Laju peningkatan atau laju penurunan jumlah MCT pada fraksi olein atau stearin selama proses kristalisasi sangat dipengaruhi oleh faktor-faktor pendinginan yang diterapkan di tiga tahap kristalisasi. Pola perubahan kandungan MCT fraksi olein selama kristalisasi kurang dipengaruhi oleh laju pendinginan awal di tahap pertama tetapi dipengaruhi secara kuat oleh laju pendinginan kritis dan lama proses kristalisasi walaupun perbedaan suhu kristalisasi juga tidak menunjukkan adanya pengaruh yang signifikan.

Laju pendinginan kritis berbandingan terbalik dengan jumlah kandungan MCT (MT, %) yang dapat dihasilkan

selama proses kristalisasi. Pada kisaran laju pendinginan kritis yang dipelajari, semakin rendah laju pendinginan kritis akan menghasilkan jumlah kandungan MCT yang semakin banyak, begitu pula sebaliknya (Gambar 7a). Perubahan jumlah kandungan MCT minyak kelapa selama proses kristalisasi pada berbagai laju pendinginan kritis yang dipelajari adalah sebagai berikut:  $MT=1,552\ln(t)+51,23$  untuk  $v_c < 0,075^\circ\text{C}/\text{menit}$ ;  $MT=1,997\ln(t)+46,29$  untuk  $0,075 < v_c < 0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$ ; dan  $MT=2,072\ln(t)+45,18$  untuk  $v_c > 0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$ .

Peningkatan jumlah kandungan MCT minyak kelapa selama waktu kristalisasi ternyata dipengaruhi juga oleh suhu kristalisasi ( $T_{cr}$ , °C). Pengaruh bersama suhu kristalisasi dan laju pendinginan kritis terhadap pola perubahan kandungan MCT minyak kelapa selama kristalisasi, khususnya untuk laju pendinginan kritis yang kurang dari  $0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$ , dapat dilihat pada Gambar 7b. Pada Gambar 7b terlihat bahwa interval suhu kristalisasi antara  $21,30-21,73^\circ\text{C}$  menghasilkan jumlah kandungan MCT yang lebih tinggi daripada interval suhu di bawah atau di atasnya. Perubahan jumlah kandungan MCT minyak kelapa selama proses kristalisasi pada laju pendinginan kritis kurang dari  $0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$  di berbagai interval suhu kristalisasi yang dipelajari adalah sebagai berikut:  $MT=1,884\ln(t)+49,59$  untuk  $21,30 < T_{cr} < 21,73^\circ\text{C}$ ;  $MT=1,388\ln(t)+51,04$  untuk  $18,82 < T_{cr} < 18,91^\circ\text{C}$ ; dan  $MT=1,710\ln(t)+47,48$  untuk  $21,90 < T_{cr} < 22,38^\circ\text{C}$ .

Suhu kristalisasi pada interval  $21,90-22,38^\circ\text{C}$  ternyata menghasilkan persen MCT yang lebih tinggi daripada interval suhu yang lebih rendah maupun yang lebih tinggi (Gambar 7b). Hal ini dapat dimengerti karena pada suhu kristalisasi yang rendah ukuran kristal yang terbentuk relatif lebih kecil sehingga fraksi olein banyak mengandung fraksi stearin (tercampur), sedangkan MCT banyak berada pada fraksi olein. Untuk suhu kristalisasi yang tinggi, diduga proses kristalisasi tidak terjadi secara intensif sehingga masih banyak bagian minyak kelapa yang tidak terkristalkan dan terhitung sebagai fraksi olein, akibatnya kadar MCT yang terukur akan lebih rendah.



Gambar 7. Hubungan antara lama kristalisasi dan pola perubahan MCT fraksi olein minyak kelapa di 3 kelompok laju pendinginan kritis (a); dan pada laju pendinginan kritis kurang dari  $0,125^\circ\text{C}/\text{menit}$  di 3 kelompok suhu kristalisasi (b).  $v_c$  = laju pendinginan kritis;  $T_{cr}$  = suhu kristalisasi; MT = kandungan MCT; t = lama kristalisasi

Figure 7. MCT changes pattern of coconut oil olein fraction as a function of crystallization period in three kinds of critical cooling rate (a); in critical cooling rate less than  $0.125^\circ\text{C}/\text{min}$  at three kinds of crystallization temperature (b);  $v_c$  for critical cooling rate;  $T_{cr}$  for crystallization temperature; MT for MCT content; t for crystallization period

Kandungan MCT rata-rata produk fraksinasi minyak kelapa tertinggi (59,15%) diperoleh dari fraksi olein pada suhu kristalisasi sedang (21,46 °C), laju pendinginan awal yang rendah (0,404 °C/menit) dan laju pendinginan kritis yang juga rendah (0,057 °C/menit).

### KESIMPULAN

Tiga tahap pendinginan yang krusial pada fraksinasi kering minyak kelapa adalah waktu pendinginan dari suhu 70 hingga 29°C; waktu pendinginan dari suhu 29°C hingga suhu kristalisasi; dan waktu pendinginan saat suhu kristalisasi konstan. Pada tahap pertama dapat dilakukan dengan laju pendinginan yang cepat (untuk menghemat waktu dan energi) tetapi pada tahap kedua harus dilaksanakan dengan laju pendinginan yang kurang dari 0,176°C/menit.

Minyak dengan kandungan triasilgliserol tinggi dapat diperoleh dari fraksi olein minyak kelapa yang dihasilkan dengan cara fraksinasi kering. Pada perlakuan suhu kristalisasi 21,30-21,73°C untuk laju pendinginan kritis antara 0,013 hingga 0,176°C/menit, semakin rendah laju pendinginan kritis dan semakin lama proses kristalisasi maka kandungan MCT fraksi olein yang dihasilkan akan semakin tinggi.

Penelitian ini mampu menghasilkan fraksi olein dengan kandungan MCT 60% yang diperoleh dengan cara mengatur laju pendinginan kritis kurang dari 0,125°C/menit pada suhu kristalisasi 21,30-21,73°C dengan lama kristalisasi 250 menit. Berdasarkan hasil penelitian ini, olein dengan kandungan MCT lebih tinggi dapat diperoleh dengan cara menambah lama proses kristalisasi.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada DP2M DIKTI atas bantuan dana penelitian program Hibah Doktor tahun 2012 dan SEAFASST CENTER IPB yang telah memberikan fasilitas penelitian.

### DAFTAR PUSTAKA

- [AOCS] American Oil Chemists' Society. 2005. Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society. Illinois: Am. Oil Chem. Soc. Press, Champaign.
- ARNAUD, E., M. PINA, and A. COLLIGNAN. 2007. Suitable cooling program for chicken fat dry fractionation. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 109: 127-133. DOI: 10.1002/ejlt.200600176.
- BRAIPSON-DANTHINEA, S. and V. GIBON. 2007. Comparative analysis of triacylglycerol composition, melting properties and polymorphic behavior of palm oil and fractions. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 109: 359-372. DOI: 10.1002/ejlt.200600289.
- CALLIAUW, G., E. FREDRICK, V. GIBON, W. De GREYT, J. WOUTERS, I. FOUBERT and K. DEWETTINCK. 2010. On the fractional crystallization of palm olein: solid solutions and eutectic solidification. *Food Research International* 43: 972-981. DOI: 10.1016/j.foodres.2010.01.002.
- CHALEEPA, K., A. SZEPEK and J. ULRICH. 2010. Effect of additives on isothermal crystallization kinetics and physical characteristics of coconut oil. *Chemistry and Physics of Lipids* 163, 390-396. DOI:10.1016/j.chemphyslip.2010.03.005.
- HUEY, S.M., C.C. HOCK and S.W. LIN. 2009. Characterization of low saturation palm oil products after continuous enzymatic interesterification and dry fractionation. *J. Food Sci.* 74: E177-E183. DOI:10.1111/j.1750-3841.2009.01122.x.
- KELLENS, M., V. GIBON, M. HENDRIX and W. De GREYT. 2007. Palm oil fractionation. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 109: 336-349. DOI: 10.1002/ejlt.200600309.
- MATULKA, R.A., O. NOGUCHI, and N. NOSAKA. 2006. Safety evaluation of a medium- and long-chain triacylglycerol oil produced from medium-chain triacylglycerols and edible vegetable oil. *Food and Chemical Toxicology* 44: 1530-1538. DOI:10.1016/j.fct.2006.04.004.
- O'BRIEN, R.D. 2004. *Fats and oils; formulating and processing for applications.* CRC Press LLC. Washington, D.C.
- PRAKOSO, T., S.C. HAPSARI, P. LEMBONO dan T.H. SOERAWIDJAJA. 2006. Sintesis trigliserida rantai menengah melalui transesterifikasi gliserol dan asam-asam lemaknya. *J. Teknik Kimia Indonesia* 5: 620-629.
- SARMIDI, M.R., H.A. EI ENSHASY and M.A. HAMID. 2009. Oil palm: the rich mine for pharma, food and fuel industries. *Am-Euras J. Agric. & Environ. Sci.* 5: 767-776.
- SHAMSUDIN, R., I.O. MOHAMED, and T.S. NOOI. 2006. Rheological properties of cocoa butter substitute (CBS): effects of temperature and characteristics of fatty acids on viscosity. *Journal of Food Lipids* 13: 402-410. DOI:10.1111/j.1745-4522.2006.00062.x.
- ST-ONGE, M.P. 2005. Dietary fats, teas, dairy, and nuts: potential functional foods for weight control? *Am. J. Clin. Nutr.* 2005;81:7-15.
- TIMMS, R.E. 2005. Fractional crystallisation - the fat modification process for 21<sup>st</sup> century. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 107: 48-57. DOI: 10.1002/ejlt.200401075.
- ZALIHA, O., C.L. CHONG, C.S. CHEOW, A.R. NORIZZAH, and M.J. KELLENS. 2004. Crystallization properties of palm oil by dry fractionation. *J. Food Chem.* 86: 245-250. DOI: 10.1016/j.foodchem.2003.09.032.