

OPTIMASI SINTESIS ASAM AZELAT DARI ASAM OLEAT DAN HIDROGEN PEROKSIDA MENGGUNAKAN KATALIS ASAM TUNGSTAT

SYNTHESIS OPTIMATION OF AZELAIC ACID THROUGH OLEIC ACID AND HYDROGEN PEROXIDE WITH TUNGSTIC ACID CATALYST

Zuhrina Masyithah, Maria Paula Sihombing, Lawrena Valentine Br. Tohang
Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sumatera Utara
Jalan Almamater Kampus USU Medan, 20155, Indonesia
Email : paula_m95@yahoo.com

Abstrak

Asam azelat merupakan produk turunan oleokimia yang dihasilkan melalui proses pemecahan oksidatif asam oleat dan diaplikasikan didalam industri polimer seperti industri nilon, plastik, perekat, pengisi pada karpet serta film poliester. Tujuan penelitian ini adalah mendapatkan perbandingan model dan analisis variansi terhadap dua metode sintesis asam azelat yang digunakan yaitu satu tahap dan dua tahap. Asam azelat yang dihasilkan dikaji dengan metode Response Surface Methodology menggunakan Minitab 17 trial version dengan variabel proses meliputi persen massa katalis, rasio molar substrat dan suhu reaksi. Berdasarkan hasil analisis statistik didapatkan persen konversi (Y) prediksi model untuk analisis satu tahap $Y: 97,99 + 3,907X_1 + 3,651X_2 - 4,556X_3 - 1,467X_1^2 - 4,299X_2^2 - 4,453X_3^2 + 0,57X_1X_2 + 0,63X_1X_3 + 1,37X_2X_3$ dan untuk metode dua tahap didapatkan $Y: 98,505 + 6,164X_2 + 2,164X_3 - 7,83X_2^2 - 5,18X_3^2$. Model yang diperoleh mempunyai $R^2 = 92,80\%$ dan $89,95\%$, masing masing untuk sintesis satu tahap dan dua tahap.

Kata kunci : asam azelat, asam tungstat, hidrogen peroksida, prediksi model

Abstract

Azealic acid is an oleochemical product which is an output from oleic acid with oxidation cleavage process and commonly its application in polymer industry such as nylon production, plastic industry, glue industry and also as fiber in polyester industry. The purpose of this research is to obtain comparison design and analysis of variance in two method of synthesis azelaic acid namely one step and two steps oxidation. The result design reviewed by Response Surface Methodology using Minitab 17 trial version program with percent mass of the catalyst variable, molar ratio of the substrate variable and temperature variable. Based on the statistic analysis the percentage conversion (Y) in one step $Y: 97,99 + 3,907X_1 + 3,651X_2 - 4,556X_3 - 1,467X_1^2 - 4,299X_2^2 - 4,453X_3^2 + 0,57X_1X_2 + 0,63X_1X_3 + 1,37X_2X_3$ and for two steps $Y: 98,505 + 6,164X_2 + 2,164X_3 - 7,83X_2^2 - 5,18X_3^2$. The design has $R^2 = 92,80\%$ for one step and $89,95\%$ in two steps.

Keywords : azelaic acid, tungstic acid, hydrogen peroxide, design prediction

Pendahuluan

Asam azelat ($C_9H_{16}O_4$) adalah produk turunan oleokimia banyak diaplikasikan di dalam perindustrian terutama di bidang polimer yakni industri nilon, plastik serta perekat dan selain itu dapat juga dimanfaatkan dalam pembuatan pelumas *biodegradable* dan inhibitor korosi [5]. Asam azelat merupakan komposisi penting dalam modifikasi serat poliester yang digunakan pada baju, karpet, plastik mesin, film poliester dan elastomer uretan. Dalam bidang kesehatan dimanfaatkan sebagai perangsang pertumbuhan rambut dan agen anti jerawat untuk kosmetik [14].

Asam azelat dihasilkan dari proses oksidasi asam lemak tak jenuh yaitu asam oleat. Sintesis asam azelat dari asam oleat beberapa diantaranya

adalah proses epoksidasi, hidrosilasi dan pemecahan oksidatif. Proses yang paling menarik adalah dengan proses pemecahan oksidatif [5]. Agen pengoksidasi atau oksidator yang dapat digunakan diantaranya adalah ozon, natrium hipoklorit, asam parasetat, hidrogen peroksida dan oksigen. Selain itu dapat juga menggunakan katalis logam transisi seperti ruthenium, osmium, palladium, mangan tungstat dan rhenium [2].

Asam tungstat (H_2WO_4) adalah katalis dari agen pengoksidasi hidrogen peroksida yang sangat kuat dan membutuhkan penyangga untuk menjaga formasi berikutnya [15]. Asam tungstat lebih ramah lingkungan dibandingkan dengan asam tungstatphospor [23]. Asam tungstat dipilih sebagai katalis yang akan digunakan pada kajian

ini. Penggunaan katalis bertujuan mempercepat berlangsungnya proses pemecahan oksidatif [4].

Oksidasi satu tahap atau oksidasi langsung adalah proses pemecahan oksidatif dengan satu jenis agen pengoksidasi sedangkan oksidasi dua tahap adalah oksidasi dengan menggunakan 2 jenis agen pengoksidasi. Pemecahan oksidatif satu tahap memerlukan waktu 8 jam dan upaya untuk mempersingkat waktu reaksi adalah dengan memberikan agen oksidator tambahan dimana pada penelitian ini dipilih agen pengoksidasi natrium hipoklorit.

Penelitian ini menggunakan metodologi permukaan respon (RSM) untuk dapat menyimpulkan suhu reaksi, rasio katalis dan rasio substrat terbaik dari pemecahan oksidatif satu tahap dan dua tahap. Tujuan dari penggunaan RSM adalah untuk meningkatkan dan mengoptimalkan proses. RSM menentukan pengaruh variabel independen pada proses dan menghasilkan model matematika yang secara akurat menggambarkan proses [8]. Metodologi permukaan respon adalah teknik matematika dan statistik empiris yang digunakan untuk membangun hubungan yang signifikan antara serangkaian faktor eksperimental yang dikontrol dengan satu atau lebih variabel tergantung dengan melakukan sejumlah eksperimen [6].

Teori

Asam lemak dalam minyak nabati merupakan asam karboksilat dengan rantai panjang, yang terdiri atas *saturated* dan *unsaturated fatty acids*. *Saturated fatty acids* (SFA) adalah asam lemak jenuh, yang hanya mengandung ikatan tunggal antar atom karbonnya. Kebanyakan asam lemak jenuh merupakan rantai hidrokarbon yang lurus dengan jumlah 12 hingga 22 atom karbon. Contoh *saturated fatty acids* adalah asam palmitat, asam stearat dan asam butirat. *Unsaturated fatty acids* adalah asam lemak yang mengandung ikatan ganda antar atom karbonnya. *Unsaturated fatty acids* digolongkan menjadi 2 jenis yaitu *monounsaturated fatty acids* (MUFA) dan *polyunsaturated fatty acids* (PUFA) [9]. MUFA hanya mengandung satu ikatan rangkap, akan tetapi ikatan rangkap tersebut dapat berada di posisi yang berbeda. Biasanya asam lemak jenuh tunggal memiliki panjang rantai 16-22 misalnya asam oleat, sedangkan PUFA mengandung lebih dari satu ikatan ganda, contohnya asam linoleat (asam lemak omega 6) yakni memiliki ikatan rangkap pertama antara atom karbon keenam dan ketujuh dan asam linolenat (asam lemak omega 3) yakni memiliki ikatan rangkap pertama diantara atom karbon ketiga dan atom karbon keempat [3].

Asam oleat merupakan monoenoic atau asam karboksilat tak jenuh yang memiliki satu ikatan rangkap yang terdapat dari hewan ataupun tumbuhan serta terdapat pada mikroorganisme [3]. Contoh minyak nabati yang mengandung asam oleat diantaranya adalah minyak bunga matahari, minyak kelapa sawit, minyak raps, minyak biji anggur, dan minyak zaitun [13], Contoh lemak hewan yang mengandung asam oleat adalah lemak ayam [9].

Hasil pemecahan oksidatif asam oleat adalah asam azelat dimana kegunaan dari asam azelat telah banyak dipatenkan dan secara komersil sudah diaplikasikan ke dalam tiga area yakni :

- Pada pembuatan senyawa diester dan poliester yang dipakai sebagai pelastis dari polivinil klorida.
- Senyawa diester sebagai pelumas mesin teknik.
- Senyawa intermediet dari polimer dalam pembuatan poliamida, poliester dan lapisan poliuretan, fiber, bahan perekat dan resin [17].

Salah satu agen pengoksidasi yang ramah lingkungan adalah hidrogen peroksida. Hidrogen peroksida memiliki kemampuan sebagai pengoksidasi yang baik dan lebih aman dari pada reaktan gas. Hidrogen peroksida dapat juga dipasangkan dengan katalis lain seperti RuO_2 , Na_3PO_4 , H_2WO_4 , dan juga Re_2O_7 [3]. Hidrogen peroksida merupakan oksidan yang memiliki jumlah oksigen aktif tinggi (47%) dan menghasilkan produk samping berupa H_2O . Hidrogen peroksida adalah oksidan yang kuat, namun dalam aplikasinya memerlukan aktivasi terlebih dahulu. Aktivator yang sering digunakan adalah katalis dan juga garam logam atau kompleks logam. Beberapa logam yang bertindak sebagai katalis adalah titanium, rhenium, ruthenium, mangan dan besi [11].

Natrium hipoklorit adalah agen pengoksidasi yang kuat dan banyak digunakan untuk berbagai macam keperluan. Keuntungan menggunakan natrium hipoklorit pada reaksi oksidasi adalah harganya yang murah dan dapat digunakan sebagai larutan pemutih. Pada umumnya reaksi yang menggunakan natrium hipoklorit dapat memberikan konversi reaksi yang baik melalui pengontrolan pH reaksi [18].

Natrium hipoklorit adalah agen pengoksidasi asam lemak menjadi sabun dan juga gliserol. Asam hipoklorus pada larutan natrium hipoklorit berperan sebagai pelarut organik dan pendonor klorin dimana klorin merupakan oksidator yang kuat [19].

Salah satu modifikasi ikatan rangkap asam lemak tak jenuh adalah reaksi pemecahan oksidatif. Ikatan rangkap dapat dipecahkan oleh

sejumlah agen pengoksidasi yakni karbon pada asam lemak menjadi asam karboksilat, aldehida, atau alkohol [7]. Pemecahan oksidatif pada suatu alkeana adalah pemecahan rantai ganda yakni C=C menjadi 2 buah aldehida atau hasil dari oksidasi dapat juga berupa asam karboksilat sebagai produk. Aldehida dan asam karboksilat dihasilkan dari pemecahan oksidatif dari asam lemak tak jenuh yang nanti nya dapat menjadi bahan baku dari industri kimia contoh nya adalah pemecahan oksidatif dari asam oleat dengan menghasilkan asam azelat dan asam pelargonat sebagai produknya [21].

Metodologi permukaan respon (RSM) adalah teknik matematika dan statistik empiris yang digunakan untuk membangun hubungan yang signifikan antara serangkaian faktor eksperimental yang dikontrol dengan satu atau lebih variabel dengan melakukan sejumlah eksperimen. Dari berbagai variasi metodologi dari RSM, *Central Composite Design* (CCD) adalah yang paling umum digunakan untuk optimasi. Pada metode CCD, nomor pada run didefinisikan sebagai

$$N = 2^k + 2k + n_c \dots\dots\dots(4)$$

dimana N adalah nomor dari eksperimen, k adalah faktor dari nomor dan c adalah nilai tengah. Dengan menggunakan metode ini, maka memungkinkan untuk membuat formula untuk beberapa respon dari parameter kontrol [6].

Metodologi Penelitian

Bahan Baku Penelitian

Sintesis asam azelat pada penelitian ini menggunakan asam oleat (C₁₈H₃₄O₂) murni (Merck), asam tungstat (H₂WO₄), etil asetat (C₄H₈O₂), hidrogen peroksida (H₂O₂), natrium hipoklorit (Na₂SO₄) dan natrium sulfat (Na₂SO₄). Produk yang dihasilkan akan dititrasi iodometri dimana bahan yang digunakan adalah kloroform (CHCl₃), larutan kalium iodida (KI 15%), reagen Wijs, natrium tiosulfat (Na₂S₂O₃) dan indikator amilum.

Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian satu tahap adalah yang diadopsi dari Benessere, dkk. [23] yaitu yaitu di masukkan sejumlah asam tungstat (H₂WO₄) ke dalam labu leher tiga kemudian di larutkan larutan hidrogen peroksida (H₂O₂), diaduk dengan stirrer pada suhu 70 °C selama 8 jam, Setelah 8 jam, campuran didinginkan sampai temperatur ruang dan ditambahkan sebanyak 50 ml air dingin. Setelah itu campuran larutan di

ekstraksi dengan etil asetat panas (4 x 100 ml) kemudian dikeringkan dengan menambahkan natrium sulfat anhidrat dan dievaporasi pada tekanan vakum. Prosedur pemecahan oksidatif dengan penambahan natrium hipoklorit (dua tahap) yang dilakukan diadopsi dari Benessere, dkk. [23] yaitu di masukkan sejumlah asam tungstat (H₂WO₄) ke dalam labu leher tiga kemudian di larutkan larutan hidrogen peroksida (H₂O₂), diaduk dengan stirrer pada suhu 70 °C dan selanjutnya dimasukkan asam oleat dan diaduk selama waktu yang ditetapkan. Setelah itu didinginkan pada suhu kamar lalu ditambahkan natrium hipoklorit, kemudian pengadukan dilanjutkan selama waktu yang ditetapkan dan pada suhu kamar. Pemisahan dilakukan dengan menggekstraksi campuran dengan etil asetat, ditambahkan natrium sulfat hingga jenuh, kemudian sampel di uapkan dalam evaporator setelah itu dilakukan analisa bilangan iod.

Hasil

Analisis Asam Azelat

Bilangan iod menunjukkan banyak nya ikatan rangkap yang terdapat pada minyak nabati [22] dan bilangan ion digunakan untuk menentukan keberhasilan dari pemecahan oksidatif yang dilakukan.

Bilangan iod asam oleat adalah sebesar 89,85 [12]. Untuk mendapatkan nilai bilangan iod pada sampel digunakan persamaan berikut

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{(B-S) \times N \times 12,69}{G} \dots\dots(2)$$

Penurunan bilangan iod merupakan indikator yang menunjukkan keberhasilan pemecahan oksidasi yang dilakukan melalui berkurangnya jumlah ikatan rangkap yang terdapat pada asam azelat [22].

Prediksi Model

Rancangan pada penelitian ini menggunakan metode CCD. Langkah awal optimasi adalah menentukan faktor proses dan level dari faktor tersebut, kemudian menentukan nilai α dan nilai tengah. Setelah itu di susun persamaan model dan ANOVA, dan diakhiri dengan analisa hasil yang didapatkan [1]. Terdapat 3 faktor yang harus di uji yaitu faktorial percobaan (2^k), titik aksial (2k) dan titik nilai tengah yang nilainya sama dengan titik aksial (2k). K merupakan jumlah variabel bebas yang diteliti. Pada CCD terdapat 3 level titik yang harus diuji yaitu pada titik minimum (-1), titik tengah (0) dan titik maksimum (1). Selain itu untuk memastikan perbedaan jarak dari setiap sisi design ke titik pusat adalah konstan maka ditetapkan persamaan menurut Dutka,dkk. [16] yaitu,

$$\alpha = (2^k)^{0,25} \dots\dots\dots(5)$$

sehingga jumlah level titik menjadi lima yaitu $-\alpha$, -1 , 0 , 1 dan α . Penelitian ini menggunakan tiga variabel percobaan maka α adalah $2^{k/4} = 2^{3/4} = 1,682$. Total run percobaan dirancang dengan persamaan adalah 20 run. Variabel respon pada sintesis asam azelat ini adalah persen konversi asam azelat dan variabel prediktor adalah persen massa katalis, rasio molar dan suhu reaksi. Hubungan antara variabel-variabel tersebut dapat didefinisikan dengan sebuah persamaan yang taksir menggunakan analisis ANOVA [20].

Asam oleat terkonversi diperoleh dari persen bilangan iodnya. Dimana bilangan iod menyatakan banyaknya ikatan rangkap yang terdapat dari suatu sampel.

Level kode rancangan percobaan yang dipilih pada reaksi satu tahap (Tabel 1) dan reaksi dua tahap (Tabel 2)

Tabel 1. Level Rancangan Percobaan Satu Tahap

| Variabel | Level terkode variabel | | | | |
|---|------------------------|--------|--------|--------|-------|
| | -1,682 | -1 | 0 | 1 | 1,682 |
| Rasio Substrat (OA/H ₂ O ₂) | 1:6.3 | 1:7 | 1:8 | 1:9 | 1:9.7 |
| Persen Katalis (OA/H ₂ WO ₄) | 100:1 | 100 :2 | 100 :3 | 100: 4 | 100:5 |
| Temperatur reaksi (°C) | 53 | 60 | 70 | 80 | 87 |

Tabel 2. Level Rancangan Percobaan Dua Tahap

| Variabel | Level dan Range | | | | |
|--|-----------------|-------|-------|-------|---------|
| | -1,682 | -1 | 0 | 1 | 1,682 |
| Persen katalis (OA/H ₂ WO ₄) % | 0,65 | 1 % | 1,5 % | 2 % | 2,34 |
| Rasio massa substrat (OA/H ₂ O ₂) | 1 : 2,3 | 1 : 3 | 1 : 4 | 1 : 5 | 1 : 5,7 |
| Suhu (°C) | 53,18 | 60 | 70 | 80 | 86,82 |

Analisa Variansi (ANOVA)

Tahap berikutnya setelah menyusun model percobaan dengan metode RSM adalah memprediksi model regresi dan dilanjutkan dengan analisis variansi (ANOVA) untuk menguji penerimaan dan uji verifikasi model. Model regresi yang dibuat bertujuan untuk mengetahui hubungan antara Asam oleat yang terkonversi (Y) dengan persen massa katalis (X₁), rasio molar substrat (X₂) dan suhu reaksi (X₃). Prediksi model dapat dilakukan dengan membandingkan nilai koefisien determinasi atau kuadrat total (R²) dan juga kuadrat karena perlakuan (R-Sq (adj)). nilai koefisien

determinasi (R²) adalah perbandingan regresi terhadap model yang telah disusun. Nilai R² berkisar 0 hingga 1, dimana jika nilai R² semakin mendekati 1 berarti model yang dibuat sudah lebih akurat Nilai R² yang didapatkan dan diprediksi bernilai tinggi maka dapat menggambarkan model tersebut sudah cukup sesuai dengan variabel yang ditetapkan dalam model [16].

Pada Tabel 3 berikut dicantumkan hasil prediksi koefisien regresi untuk menyusun model permukaan sambutan sintesis asam azelat untuk metode satu tahap.

Tabel 3. Hasil Prediksi Koefisien Regresi Asam Oleat Terkonversi (%) Dua Tahap

| Term | Coef | SE Coef | T | P |
|--------------------------------------|--------------|---------|---------------------|-------|
| Constant | 97,99 | 1,25 | 78,59 | 0,000 |
| Rasio Mol Substrat (X ₁) | 3,907 | 0,827 | 4,72 | 0,001 |
| Persen Katalis (X ₂) | 3,651 | 0,827 | 4,41 | 0,001 |
| Temperatur Reaksi (X ₃) | - | 0,827 | -5,51 | 0,000 |
| X ₁ *X ₁ | - | 0,805 | -1,82 | 0,099 |
| X ₂ *X ₂ | - | 0,805 | -5,34 | 0,000 |
| X ₃ *X ₃ | - | 0,805 | -5,53 | 0,000 |
| X ₁ *X ₂ | 0,57 | 1,08 | 0,53 | 0,607 |
| X ₁ *X ₃ | 0,63 | 1,08 | 0,58 | 0,574 |
| X ₂ *X ₃ | 1,37 | 1,08 | 1,27 | 0,232 |
| S = 3,057 | R-Sq = 92,80 | | R-Sq (adj) = 86,31% | |

Berdasarkan Tabel 3 model persamaan yang dapat menunjukkan hubungan % konversi dengan ketiga variabel sebagai berikut :

$$\% \text{ Konversi} = 97,99 + 3,907X_1 + 3,651X_2 - 4,556X_3 - 1,467X_1^2 - 4,299X_2^2 - 4,453X_3^2 + 0,57X_1X_2 + 0,63X_1X_3 + 1,37X_2X_3$$

Untuk metode dua tahap prediksi koefisien regresi untuk menyusun model permukaan sambutan ditunjukkan pada Tabel 4.

Nilai koefisien determinasi (R²) pada satu tahap pada satu tahap adalah sebesar 92,80 %. Hal ini menunjukkan bahwa variabel bebas pada percobaan berkontribusi terhadap perolehan persen konversi penurunan bilangan iod pada sintesis asam azelat sebesar 92,80 %, pada dua tahap dari hasil analisis sebesar 89,95% dan 10,05 diwakili oleh variabel lain. Pada model pemecahan oksidatif dua tahap Persen katalis tidak memberikan pengaruh yang besar terhadap variabel respon karena nilai pada range yang diberikan tidak tepat sehingga menyebabkan

nilai R² tidak tinggi dan dapat juga disebabkan oleh terdapatnya beberapa variabel yang sangat berpengaruh pada model tetapi tidak dijadikan sebagai variabel. Variabel yang berpengaruh tetapi tidak dijadikan menjadi variabel pada model adalah penambahan agen pengoksidasi tambahan (natrium hipoklorit) karena dengan adanya penambahan natrium hipoklorit mempengaruhi waktu reaksi dan konversi asam azelat yang dihasilkan. Maka dapat disimpulkan penambahan natrium hipoklorit mempengaruhi nilai variabel respon (konversi).

Tabel 4. Hasil Prediksi Koefisien Regresi Asam Oleat Terkonversi (%) Dua Tahap

| Term | Coef | SE Coef | T-Value | P-Value |
|----------------------------------|----------------|---------|----------------------|---------|
| Constant | 98,505 | 0,841 | 117,09 | 0,000 |
| Persen Katalis (X ₁) | -0,582 | 0,939 | -0,62 | 0,549 |
| Rasio Substrat (X ₂) | 6,164 | 0,939 | 7,00 | 0,000 |
| Suhu Reaksi (X ₃) | 2,164 | 0,939 | 2,31 | 0,044 |
| X ₁ *X ₁ | -1,16 | 1,54 | -0,75 | 0,468 |
| X ₂ *X ₂ | -7,83 | 1,54 | -5,09 | 0,000 |
| X ₃ *X ₃ | -5,18 | 1,54 | -3,37 | 0,007 |
| X ₁ *X ₂ | -0,74 | 2,06 | -0,36 | 0,729 |
| X ₁ *X ₃ | -0,94 | 2,06 | -0,46 | 0,658 |
| X ₂ *X ₃ | 0,95 | 2,06 | 0,46 | 0,656 |
| S= 2,063 | R-Sq = 89,95 % | | R-Sq (adj) = 80,91 % | |

Berdasarkan Tabel 4 model persamaan yang dapat menunjukkan hubungan % konversi dengan ketiga variabel sebagai berikut :
 $\% \text{ Konversi} = 98,505 - 0,582 X_1 + 6,164 X_2 + 2,164 X_3 - 1,16 X_1^2 - 7,83 X_2^2 - 5,18 X_3^2 - 0,74 X_1 X_2 - 0,94 X_1 X_3 + 0,95 X_2 X_3$

Dari tabel juga diperoleh nilai P dimana nilai P digunakan untuk menguji apakah variabel percobaan memberikan pengaruh atau interaksi. Nilai P harus bernilai lebih kecil dari α (taraf nyata) sehingga variabel dikatakan signifikan atau hipotesis nol (Ho) ditolak. Hipotesis nol adalah asumsi dimana variabel bebas tidak berpengaruh terhadap variabel terikat [1].

Analisis variansi (ANOVA) digunakan untuk memeriksa signifikansi model regresi yang diperoleh. Tabel 5. menunjukkan hasil analisis variansi model regresi untuk sintesis asam azelat satu tahap dan Tabel 6. Menunjukkan hasil analisis variansi model regresi untuk sintesis asam azelat dua tahap.

Pada tabel Analisis variansi (ANOVA) diperoleh nilai F dimana nilai F hitung

didapatkan dari perbandingan *Mean Square* (MS) regresi dengan *Mean Square* (MS) residual [3].

Tabel 5. Hasil Analisis Variansi (ANOVA) Satu Tahap

| Sumber Variasi | Df | SS (Sum of Squares) | MS (Mean Square) | F _{hitung} | F _{tabel} |
|----------------|----|---------------------|------------------|---------------------|--------------------|
| Regresi | 9 | 133,759 | 133,759 | 14,31 | 3,59 |
| Residual Error | 10 | 93,46 | 9,346 | | |
| Total | 19 | 1297,29 | | | |

Tabel 6. Hasil Analisis Variansi (ANOVA) Dua Tahap

| Sumber Variasi | Df (Degrees of Freedom) | SS (Sum of Squares) | MS (Mean Square) | F _{hitung} | F _{tabel} |
|----------------|-------------------------|---------------------|------------------|---------------------|--------------------|
| Regresi | 9 | 380,916 | 42,324 | 9,95 | 3,59 |
| Residual Error | 10 | 42,552 | 4,255 | | |
| Total | 19 | 423,468 | | | |

Uji nilai F dilakukan dengan membandingkan nilai F hitung terhadap F tabel. Apabila F hitung lebih besar daripada F tabel maka dapat dinyatakan hubungan tersebut telah signifikan dan model regresi dapat diterima.

Kesimpulan

Prediksi model dan interaksi yang mewakili setiap variabel reaksi ialah pada reaksi satu tahap adalah % Konversi = $97,99 + 3,907 X_1 + 3,651 X_2 - 4,556 X_3 - 1,467 X_1^2 - 4,299 X_2^2 - 4,453 X_3^2 + 0,57 X_1 X_2 + 0,63 X_1 X_3 + 1,37 X_2 X_3$ dengan nilai R² sebesar 92,80% menunjukkan besarnya kontribusi setiap variabel independen (X) terhadap variabel dependen (Y) dimana Kondisi optimum diperoleh pada run XVI dengan rasio mol substrat 1:8, katalis 3% pada temperatur 70°C dengan perolehan % konversi tertinggi yaitu 99,12%.; sedangkan pada reaksi dua tahap diperoleh % Konversi = $98,505 - 0,582X_1 + 6,164X_2 + 2,164 X_3 - 1,16 X_1^2 - 7,83 X_2^2 - 5,18 X_3^2 - 0,74 X_1 X_2 - 0,94X_1 X_3 + 0,95X_2 X_3$ dimana nilai koefisien determinasi (R²) dari hasil analisis percobaan sebesar 89,95% dan 10,05 diwakili oleh variabel lain serta kondisi optimum diperoleh pada run XIX dengan rasio mol substrat 1:4, katalis 1,5 % pada temperatur 70°C dengan perolehan % konversi penurunan bilangan iod tertinggi yaitu 99,12%.

Daftar Pustaka

- [1] A. Asghar, A.A.A. Raman and W.M.A.W. Daud, A Comparison of Central Composite Design and Taguchi Method for Optimizing Fenton Process, *The Scientific World Journal*, 2014.
- [2] A. Behr, N. Tenhumberg and A. Wintzer, Efficient Ruthenium-Catalysed Oxidative Cleavage of Methyl Oleate With Hydrogen Peroxide As Oxidant, *RSC Advances*, 3, (2013) 172.
- [3] A.C. Rustan and C.A. Drevon, Fatty Acid, Structures and Properties, *Encyclopedia Of Life Sciences*, Norway, John Wiley and Sons, Ltd, 2005.
- [4] A.E. Kerenkan, F. Beland and T. Do, Chemically Catalyzed Oxidative Cleavage of Unsaturated Fatty Acid and Their Derivatives into Valuable Products for Industrial Applications, *Royal Society of Chemistry*, 6, (2016) 971.
- [5] A.Godard, P.D. Caro, S. Thiebaud-Roux, E. Vedrenne and Z. Mouloungui, New Environmentally Friendly Oxidative Scission Of Oleic Acid into Azelaic Acid and Pelargonic Acid, *J Am Oil Chem Soc*, 90, (2013) 133-140.
- [6] B.S. Heidari, E. Oliaei, H.S.S.M. Davachi, I. Hejazi, J. Seyfi, M. Bahrami and H. Rashedi, Simulation of Mechanical Behavior and Optimization of Simulated Injection Molding Process for PLA based Antibacterial Composite and Nanocomposite Bone Screws Using Central Composite Design, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2016.
- [7] C. Scrimgeour, *Chemistry of Fatty Acid*, 6th Edition, *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*, Scotland, John Wiley and Sons, Inc, 2005.
- [8] C. Wang, H. Wang, Y. Liu and L. Huang, Optimization of Surface Treatment for Flotation Separation of Polyvinyl Chloride and Polyethylene Terephthalate Waste Plastics Using Response surface Methodology, *Journal of Cleaner Production*, 2016.
- [9] D.A. Setyawardhani, A.W. Anggraeni dan I.Wulandari, Peningkatan Konsentrasi Asam Lemak Tak Jenuh dalam Minyak Kedelai dengan Metode Fraksinasi Kompleksasi Urea, ISSN:1412-961, 2016.
- [10] Desnelli dan Z.Fanani, Kinetika Reaksi Oksidasi Asam Miristat, Stearat, dan Oleat dalam Medium Minyak Kelapa, Minyak Kelapa Sawit, serta Tanpa Medium, *Jurnal Penelitian Sains*, 12, (2009) 1-6.
- [11] D.Rohmawati, Seminar Nasional Kimia, Epoksidasi dan Peroksida, *Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*, 2013.
- [12] D.T.Nugraheni, Skripsi, Analisis Penurunan Bilangan Iod Terhadap Pengulangan Penggorengan Minyak Kelapa dengan Metode Titration Iodometri, *Universitas Islam Negri Sultan Syarif Kasim Riau, Pekanbaru*, 2010.
- [13] E. Mora, Emrizal dan N. Selpas, Isolasi dan Karakterisasi Asam Oleat dari Kulit Buah Kelapa Sawit (*Elaia guinensis Jacq.*), *Jurnal Penelitian Farmasi Indonesia*, 1 (2013) 47-51.
- [14] M.A.A. Rani, N. Asim, N.A.Lazim, M. Badiei and M.A. Yarmo, Ozonolysis of Oleic Acid Over A Nano Vanadium Pentoxide (V_2O_5) Catalyst, *European Journal of Scientific Research*, 24, (2008) 428-432.
- [15] M. Chandler, *Hydrogen Peroxide-Tungstic Acid*, Glaxo Research and Development, United Kingdom, 2001.
- [16] M. Dutka, M. Ditaranto and T. Lovais, Application of A Central Composite Design for the Study of NO_x Emission Performance of A Low NO_x Burner, *Energies*, 8, (2015) 3606-3627.
- [17] M. Manihuruk, Tesis, Aminasi Asam Azelat Via Reduksi dengan Hidrogen Hidrogen Memakai Katalis Nikel, *Program Studi Ilmu Kimia, Universitas Sumatera Utara*, 2009.
- [18] M.Palucki, *Sodium Hypochlorite*, Merck Research Laboratories, United State America, 2006.
- [19] M.R. Jain, *Sodium Hypochlorite And Its Properties*, *International Journal Of Pharmacy and Technology*, 8, (2016) 4076-4086.
- [20] M.Yolmeh, M.B.H. Najafi and R. Farhoosh, Optimisation of Untrasound-Assisted Extraction of Natural Pigmen from Annatto Seeds by Response Surface Methodology (RSM), *Food Chemistry Elsevier*, 155 (2014) 319-324.
- [21] P. Spannring, Thesis, Fe-Catalyzed Oxidative Cleavage of Saturated Fatty, *Utrecht University*, ISBN : 978-94-6108-558-0.
- [22] S. Bismo, D. Ikramina, R.E. Sulilarini, H. I. Nisa, Seminar Nasional Intergrasi Proses, Ozonasi Campuran Minyak Zaitun dan Minyak Kedelai untuk Sintesis Bahan Anti-Dermatitis, ISSN 2088-6756, 2014.
- [23] V. Benessere, M.E. Cucciolo, A. De Santis, M.D. Serio, R. Esposito, F. Ruffo

and R.Turco, Sustainable Process for Production of Azelaic Acid Through Oxidative Cleavage of Oleic Acid, J Am Chem Soc, 92, (2015) 1701-1707.

