

NETRALISASI MINYAK HATI IKAN CUCUT PISANG (*Charcarinus falciformis*) MENGGUNAKAN NaOH

NEUTRALIZATION OF SILKY SHARK OIL (*Charcarinus falciformis*) WITH NaOH

Nabila Ukhty¹, Anhar Rozi²

¹Jurusan Perikanan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Teuku Umar, Meulaboh.

²Sekolah Pascasarjana, Institut Pertanian Bogor, Bogor

Korespondensi: nabilaukhty@utu.ac.id

Abstract

The shark has a yield by-product from its liver up to 20% of its body weight, 50% of the total fish oil found on the liver. The aimed of this study was to determine heavy metal content, fatty acid profile, and parameter of oxidation after neutralization. The method of heavy metal test for silky shark oil stated on the SNI and fatty acid analysis referred to AOAC. Neutralization used NaOH 18°Be temperature (40, 50, 60, 70, and 80°C). The result of oil neutralization with NaOH had heavy metal content meet to IFOS (0.1 ppm), fatty acid of SFA was 19.58% , MUFA was 19.26 % , and PUFA was 41.58 % . The oxidation result of silky shark liver oil neutralization indicated the best treatment at 50°C with peroxide value (PV), p-Anisidine value (p-AV), percentage of free fatty acid (% FFA), acid value (AV), and total oxidation (TOTOX) were 72,49±0,27 mEq/kg, 8,57±0,46 mEq/kg, 0,28±0,00%, 0,56±0,00 mg KOH/kg, 13,57±1,01 mEq/kg respectively.

Keywords: fatty acid, neutralization, quality of oil, silky shark

I. Pendahuluan

Industri perikanan merupakan bidang usaha yang sangat luas dengan multi proses, yang memiliki permasalahan produk samping (*by-product*). *By-product* ini memiliki potensi untuk diolah menjadi suatu produk yang memiliki manfaat. Industri perikanan yang salah satunya memiliki hasil samping adalah industri pengasinan ikan cucut, dimana pengolahan ini memiliki hasil samping berupa hati. Hati Ikan cucut memiliki rendemen mencapai 20% dari berat tubuhnya (Navarro *et al.* 2000), 50% dari jumlah minyak ikan cucut terdapat pada bagian hati (Kjerstad *et al.* 2003). Asam lemak yang terkandung dalam hati ikan cucut meliputi asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh. Asam lemak tak jenuh meliputi asam oleat 25,20%, asam linoleat 2,30%, asam linolenat 0,40%, asam stearidonat 1,40%, asam gondorat 9,20%, asam arachidonat 3,10%, EPA 9,20%, asam erukat 6,60%, DPA 3,40% dan DHA 7,30% (Edward 1976).

Carcharinus falciformis atau *Silky Shark* hidup di daerah pantai kedalaman 18 m sampai laut dalam (200 m). Spesies cucut ini merupakan jenis tangkapan target di dalam industri perikanan hiu di daerah tropis maupun sub tropis dan merupakan hasil tangkapan sampingan yang besar dari kapal *longline* tuna dan *purseine* (Bonfil *et al.* 2009). *Carcharinus falciformis* atau *Silky Shark* bukan merupakan jenis ikan hiu yang dilindungi karena jenis ini masih sangat banyak di perairan.

Produksi minyak ikan meliputi proses ekstraksi dan pemurnian. Ekstraksi yang banyak digunakan adalah ekstraksi basah (*wet-rendering*) yang meliputi pemasakan ikan dengan uap air panas (*steam*) untuk merusak struktur sel dan pengepresan terhadap minyak yang telah dipanaskan (Suseno dan Saraswati 2015). Damongilala (2008) mengekstraksi minyak hati cucut botol dengan sistem pemanasan. Produksi minyak ikan dari hasil samping industri ikan sudah banyak dilakukan, yakni pada ikan tuna (Suseno 2015), sardin dan sidat (Suseno *et al.* 2014).

Netralisasi merupakan proses pemisahan asam lemak bebas dari minyak kasar. Pemisahan tersebut dilakukan dengan mereaksikan asam lemak bebas dengan basa sehingga membentuk sabun (Hernandez dan Rathbone 2002). Basa yang biasa digunakan ialah kaustik soda, karena harganya murah dan lebih efisien. Perbedaan konsentrasi basa berpengaruh terhadap kandungan asam lemak bebas. Semakin banyak jumlah basa yang ditambahkan, semakin besar jumlah asam lemak bebas yang tersabunkan (Abdillah 2008). Konsentrasi larutan basa untuk netralisasi dinyatakan dengan derajat *Baume* ($^{\circ}\text{Be}$). Minyak dengan asam lemak bebas kecil biasanya menggunakan larutan basa yang lebih rendah ($8\text{-}12^{\circ}\text{Be}$), sedangkan minyak dengan asam lemak bebas lebih tinggi digunakan larutan basa hingga 20°Be . Larutan basa diatas 20°Be biasanya digunakan untuk minyak dengan asam lemak bebas lebih dari 6% (Bernardini 1983).

Penelitian sebelumnya melaporkan bahwa *by-product* pengolahan ikan cucut berpotensi sebagai sumber minyak ikan yang kaya akan omega-3 dan squalen (Undjung 2005; Damongilala 2008). Setiono (2002) melakukan netralisasi menggunakan NaOH terhadap minyak cucut botol dengan konsentrasi NaOH terbaik pada 18°Be menghasilkan asam lemak bebas sebesar 0,37%. Feryana *et al.* (2014) melakukan netralisasi terhadap minyak ikan makarel dengan konsentrasi NaOH terbaik pada 24°Be menghasilkan nilai FFA (2,16%), PV (5,60 mEq/kg), anisidin (14,31 mEq/kg), AV (4,30 mg KOH/kg), dan TOTOX (25,53 mEq/kg). Penelitian ini bertujuan menentukan kandungan logam berat, profil asam lemak hati cucut pisang, dan parameter oksidasinya setelah dinetralisasi menggunakan NaOH.

II. Metode Penelitian

2.1. Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi hati cucut pisang, etanol 96%, indikator phenolphthalein (indikator PP), KOH (Merck) 0,1 N, kloroform (Merck), asam asetat glasial (Merck), larutan KI jenuh, akuades, pati 1%, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (Merck) 0.01 N, isooktan (Merck), reagen anisidin (Aldrich chemistry), n-heksana (Merck), NaOH (Merck), dan asam lemak standar dari SupelcoTM 37 Componen FAME Mix (Bellefonte, USA).

Alat-alat yang digunakan untuk penentuan sifat, ekstraksi dan analisis kualitas minyak adalah *aluminium foil*, *stop watch*, timbangan digital (Veritas dengan berat maksimal 250 g), buret (Iwaki pyrex), alat-alat gelas (Iwaki pyrex), kompor listrik 600W (Maspion), perangkat kromatografi gas (SHIMADZU GC 2010 plus AFA PC

dengan jenis kolom berupa *cyanopropyl methyl sil/capillary column*), sentrifugasi (PLC series), *heating drying oven* (model DHG-9053A), *stirrer* (CORNING PC-4200), *waterbath* (Julabo U3), spektrofotometer UV-Vis 2500 (LaboMed), dan pipet mikro (Gilson).

2.2. Analisis logam berat Cd, Pb, Hg, Ni dan As (BSN 2009)

Analisis dilakukan menggunakan 1 gram contoh, kemudian dimasukkan ke dalam labu destruksi 100 mL, ditambah 15 mL HNO₃ pekat dan 5 mL HClO₄, kemudian didiamkan 24 jam. Sampel didestruksi hingga jernih, didinginkan, ditambah 10-20 mL air bebas ion, dipanaskan ±10 menit, diangkat, dan dinginkan. Larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu takar 100 mL (labu destruksi dibilas dengan air bebas ion dan dimasukkan ke dalam labu takar). Larutan ditambah air sampai batas tanda tera, kemudian dikocok dan disaring dengan kertas saring Whatman no.4. Sampel dipreparasi dan dianalisis sesuai dengan pengujian logam berat (Cd, Pb, Hg, Ni, As) pada analisis air (APHA 3110 untuk logam Cd, Pb, dan Ni; metode 3114 untuk As; dan metode 3112 untuk Hg). Filtrat dianalisis menggunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS). Analisis kandungan logam dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$\text{Kadar logam (ppm)} = \frac{\text{Konsentrasi logam dari kurva rendah } (\mu\text{g/mL}) \times V \text{ pelarutan}}{\text{Bobot sampel}}$$

2.3. Analisis profil asam lemak menggunakan *Gas Chromatography* (AOAC 2005 No. metode 969.33)

Metode analisis yang digunakan menggunakan prinsip mengubah asam lemak menjadi turunannya, yaitu metil ester sehingga dapat terdeteksi oleh alat kromatografi. Hasil analisis akan ditunjukkan melalui beberapa puncak pada waktu retensi tertentu sesuai dengan karakter masing-masing asam lemak dan dibandingkan dengan standar. Lemak diekstraksi dari bahan terlebih dahulu sebelum melakukan injeksi metil ester lalu metilasi dilakukan sehingga terbentuk metil ester dari masing-masing asam lemak yang didapat.

2.4. Pembentukan metil ester

Asam-asam lemak diubah menjadi ester-ester metil atau alkil yang lainnya sebelum disuntikkan ke dalam kromatografi gas. Metilasi dilakukan dengan merefluks lemak di atas penangas air dengan pereaksi berturut-turut NaOH-metanol 0,5 N, BF₃ dan n-heksana. Sebanyak 0,02 g minyak dari sampel dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan ditambah 5 mL NaOH-metanol 0,5 N lalu dipanaskan dalam penangas air selama 20 menit pada suhu 80°C kemudian didinginkan. BF₃ sebanyak 5 mL ditambah ke dalam tabung lalu dipanaskan kembali menggunakan *waterbath* dengan suhu 80°C selama 20 menit dan didinginkan. NaCl jenuh ditambah 2 mL dan dikocok, selanjutnya ditambah 5 mL heksana, kemudian dikocok. Larutan heksana di bagian atas dipindahkan dengan bantuan pipet tetes ke dalam tabung reaksi. 1 µL sampel lemak

diinjeksikan ke dalam *gas chromatography*. Asam lemak akan diidentifikasi oleh *flame ionization detector* (FID) atau detektor ionisasi nyala, respon yang ada akan tercatat melalui kromatogram (*peak*).

2.5. Identifikasi asam lemak

Identifikasi asam lemak dilakukan dengan menginjeksikan metil ester pada alat kromatografi gas Shimadzu GC 2010 Plus. Gas yang digunakan sebagai fase gerak adalah gas nitrogen dengan laju alir 30 mL/menit dan sebagai gas pembakar adalah hidrogen dan oksigen, kolom yang digunakan adalah *capillary column* merk Quadrex dengan diameter dalam 0,25 mm.

- a) Kolom : Cyanopropil methyl sil (*capillary column*)
- b) Dimensi kolom : P = 60 m, Ø dalam = 0,25 mm, 0,25 µm *film Thickness*
- c) Laju alir N₂ : 30 mL/menit
- d) Laju alir H₂ : 40 mL/menit
- e) Laju alir udara : 400 mL/menit
- f) Suhu injektor : 220°C
- g) Suhu detektor : 240°C
- h) *Inject volume* : 1 µL

2.6. Analisis asam lemak bebas/*free fatty acid* (FFA) (AOCS 1998 No. Metode Ca 5a-40)

Minyak 10 g ditambah 25 mL alkohol 95% netral (Erlenmeyer 200 mL), dipanaskan dalam penangas air selama 10 menit, ditambah indikator PP sebanyak 2 mL. Campuran minyak tersebut dititrasi dengan KOH 0,1 N hingga timbul warna merah muda yang tidak hilang dalam 10 detik. Persentase FFA dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$\%FFA = \frac{A \times N \times M}{10G}$$

Keterangan:

- A : Jumlah titrasi KOH (mL)
- N : Normalitas KOH
- G : Gram sampel
- M : Bobot molekul asam lemak dominan (asam oleat : 282,5)

2.7. Analisis Nilai Peroksida (PV) (AOCS 1998)

Nilai peroksida dianalisis dengan metode AOCS Cd-8b-90 yaitu menentukan bilangan peroksida menggunakan prinsip titrasi iodin yang dilepaskan dari senyawa potassium iodida oleh peroksida menggunakan standar larutan tiosulfat sebagai titran dan larutan pati sebagai indikator. Metode ini mendeteksi semua zat yang mengoksidasi potassium iodida dalam kondisi asam. Sampel ditimbang sebanyak 5 g dimasukkan dalam labu erlenmeyer ukuran 250 mL, ditambah 30 mL larutan asam asetat dan kloroform dengan perbandingan 3:2, kemudian ditambah 0,5 mL larutan potassium

iodide (KI), larutan kemudian dikocok dengan hati-hati agar tercampur, kemudian ditambah 30 mL akuades. Tahap selanjutnya larutan dititrasi dengan 0,01 N sodium tiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) hingga larutan berubah warna menjadi kuning, setelah itu ditambah 0,5 mL larutan indikator kanji 1% yang akan mengubah warna larutan menjadi biru, titrasi dilanjutkan bersamaan dengan terus mengocok larutan hingga berubah warna menjadi biru muda yang menandakan pelepasan iodine dari lapisan kloroform, titrasi dilanjutkan dengan hati-hati hingga warna biru pada larutan hilang. Perhitungan nilai peroksida dilakukan dengan persamaan berikut:

$$\text{Nilai peroksida} = \frac{S \times M \times 1000}{\text{Berat sampel (g)}}$$

Keterangan:

S : Jumlah sodium tiosulfate (mL)

M : Konsentrasi sodium tiosulfate (0,01 N)

2.8. Analisis nilai anisidin/*anisidine value* (p-AV) (Watson 1994)

Larutan uji 1 dibuat dengan cara 1 gram sampel dilarutkan ke dalam 25 mL *trimethylpentane*. Larutan uji 2 dibuat dengan cara 1 mL larutan *anisidin* (2,5 g/L) ditambah ke dalam 5 mL larutan uji 1, dikocok dan dihindarkan dari cahaya. Larutan referensi dibuat dengan cara 1 mL larutan *anisidin* (2,5 g/L) ditambah ke dalam 5 mL larutan *trimethylpentane*, dikocok dan dihindarkan dari cahaya. Nilai absorbansi larutan uji 1 diukur pada panjang gelombang 350 nm, larutan uji 2 diukur pada panjang gelombang 350 nm tepat 10 menit setelah menyiapkan larutan dengan menggunakan larutan referensi sebagai kompensasi. Nilai anisidin dihitung dengan persamaan berikut:

$$\text{Nilai anisidin} = \frac{25 \times (1,2 A_2 - A_1)}{m}$$

Keterangan:

A1 : Absorbansi larutan uji 1

A2 : Absorbansi larutan uji 2

m : Gram sampel yang digunakan pada larutan uji 1

2.9. Analisis nilai total oksidasi (TOTOX) (Perrin 1996)

Nilai total oksidasi didapat dengan menjumlahkan nilai 2PV dengan p-AV. *Peroxide value* (PV) adalah nilai peroksida dan *anisidin value* (p-AV) adalah nilai anisidin.

$$\text{Total oksidasi} = 2PV + \text{p-AV}$$

2.10. Analisis Bilangan Asam (AV) (AOCS 1998)

Nilai keasaman dianalisis berdasarkan metode AOCS Ca 5a-40. Penentuan derajat keasaman dilakukan dengan cara titrasi KOH terhadap sampel, yang menggunakan prinsip jumlah KOH yang diperlukan (mg) untuk menetralkan 1 g lemak. Persamaan untuk mendapatkan derajat kejernihan (mg KOH/mL lemak) adalah:

$$\text{Derajat keasaman} = \frac{V \times N \times K}{10G}$$

Keterangan:

- N : Konsentrasi KOH (mg/mL)
V : Volume KOH untuk titrasi (mL)
K : Berat molekul KOH (56,1)
G : Berat sampel (g)

2.11. Pengukuran viskositas (O'Brien 2009)

Viskositas diukur menggunakan alat *brookfield viscometer*. Sampel sebanyak 100 mL ditempatkan ke dalam gelas piala 100 mL. *Spindle 2* dan *speed 30 rpm* digunakan untuk melakukan pengukuran viskositas. Pengukuran dilakukan selama 2 menit hingga memperoleh pembacaan jarum pada posisi yang stabil. Rotor berputar dan jarum akan bergerak sampai memperoleh viskositas sampel. Pembacaan nilai viskositas dilakukan setelah jarum stabil. Skala yang terbaca menunjukkan kekentalan sampel yang diperiksa dengan satuan cP (centiPoise).

Brookfield viscometer merupakan salah satu viskometer yang menggunakan gasing atau kumparan yang dicelupkan ke dalam zat uji. Kumparan (*spindle*) tersedia untuk rentang kekentalan tertentu dan dilengkapi dengan kecepatan rotasi yang berbeda. Prinsip kerja dari viskometer ini adalah semakin kuat putaran semakin tinggi viskositasnya sehingga hambatan semakin besar. Gaya gesek antara permukaan *spindle* dengan cairan akan menentukan tingkat viskositas cairan.

2.12. Analisis Data (Walpole dan Ronald 1995)

Analisis statistik yang digunakan yaitu RAL (Rancangan acak lengkap) pada evaluasi kualitas minyak hati cucut. Analisis data dilakukan dengan *Analysis of Variant* (ANOVA) pada selang kepercayaan 95% ($\alpha = 0,05$). Perlakuan yang berpengaruh terhadap respon, selanjutnya diuji lanjut *Duncan*, dengan rumus sebagai berikut :

$$Y_{ij} = \mu + \alpha_i + \Sigma_{ij}$$

Keterangan:

- μ = Rataan umum
 Y_{ij} = Respon pengaruh perlakuan pada taraf i ulangan ke-j
 Σ_{ij} = Galat ke-i, ulangan ke-j
 α_i = Pengaruh perlakuan pada taraf ke-i

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Residu Logam Berat

Residu logam berat yang terdapat pada minyak hati ikan cucut pisang yang sudah dinetralisasi dengan menggunakan NaOH masih dalam ambang batas yang ditetapkan IFOS (2011). Logam berat merupakan bahan yang berbahaya yakni apabila terkonsumsi melebihi ambang batasnya karena dapat merusak atau menurunkan fungsi sistem syaraf

pusat, merusak komposisi darah, paru-paru, ginjal dan organ vital lainnya (Rochyatum dan Rozak 2007). Residu logam berat pada hati ikan cucut pisang ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1 Residu logam berat minyak hati cucut pisang (*Charcharinus falciformis*)

Logam berat	ppm	IFOS
Timbal (Pb)	< 0,005	
Kadmium (Cd)	0,08	
Merkuri (Hg)	< 0,005	≤ 0,1
Arsen (As)	< 0,005	
Nikel (Ni)	< 0,005	

3.2. Profil Asam Lemak

Uji asam lemak minyak yang telah dinetralkan menggunakan NaOH menghasilkan 27 asam lemak, minyak ikan tersebut tergolong dalam asam lemak jenuh/*Saturated Fatty Acid* (SFA) sebanyak 11 jenis dan memperoleh 19,58% dari total asam lemak yang teridentifikasi, asam palmitat mendominasi dari SFA tersebut. Asam lemak tak jenuh tunggal/*Mono Unsaturated Fatty Acid* (MUFA) yang teridentifikasi berjumlah 6 jenis dan asam oleat mendominasi MUFA dan memperoleh 19,26% dari total asam lemak yang teridentifikasi. Asam lemak tak jenuh jamak/*Poly Unsaturated Fatty Acid* (PUFA) sebanyak 10 jenis dan DHA mendominasi PUFA. Total PUFA yang teridentifikasi berjumlah 41,58%.

Huli *et al* (2014) melakukan penelitian mengenai komposisi asam lemak minyak ikan swangi, metode Bligh & Dyer menghasilkan asam lemak sebesar 68,08%, metode sokhlet sebesar 61,63%, dan metode *wet rendering* sebesar 62,64%. Pratama *et al.* (2011) menyatakan bahwa asam lemak akan berbeda antar spesies ikan dan ketersediaan makanan juga mempengaruhi. Hasil penelitian menunjukkan persentase total asam lemak ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2 Persentase profil asam lemak minyak hati cucut pisang (*Charcharinus falciformis*)

Nama asam lemak	Struktur	Persentase
Asam laurat	C12:0	0.06
Asam tridekanoat	C13:0	-
Asam miristat	C14:0	1.23
Asam pentadekanoat	C15:0	0.17
Asam palmitat	C16:0	14.81
Asam heptadekanoat	C17:0	0.43
Asam stearat	C18:0	1.89
Asam arakidat	C20:0	0.87
Asam heneikosanat	C21:0	0.02

Asam behenat	C22:0	0.04
Asam tricosanoat	C23:0	0.02
Asam lignoserat	C24:0	0.03
Total SFA		19.58
Asam miristoleat	C14:1	0.04
Asam palmitat	C16:1	0.22
Asam cis-10-heptadecanoat	C17:1	-
Asam Elaidat	C18:1n-9t	0.09
Asam oleat	C18:1n-9c	18.21
Asam cis-11-eicosenoat	C20:1	0.64
Asam erukat	C22:1n-9	-
Asam Nervonat	C24:1	0.03
Total MUFA		19.26
Asam linoleat	C18:2n6c	8.36
Asam cis-11, 14-eicosedienoat	C20:2	0.50
Asam cis-13, 16-docosadienoat	C22:2	0.03
Asam γ -linolenat	C18:3n-6	0.19
Asam linolenat	C18:3n-3	7.65
Asam cis-8, 11, 14-eicosetrienoat	C20:3n-6	0.48
Asam cis-11,14,17-eicosetrienoat	C20:3n-3	0.54
Asam arachidonat	C20:4n-6	1.05
Asam eicosapentaenoat (EPA)	C20:5n-3	4.81
Asam docosaheptaenoat (DHA)	C22:6n-3	17.97
Total PUFA		41.58
Total asam lemak teridentifikasi		80.24
Tidak teridentifikasi		19.58

3.3. Netralisasi Minyak dengan NaOH

Netralisasi minyak menggunakan NaOH 18°Be antara suhu 40°C dan 50°C tidak berbeda nyata, kedua suhu ekstraksi menghasilkan kualitas minyak yang sudah memenuhi standar IFOS. Setiono (2002) melakukan netralisasi terhadap minyak ikan cucut botol menggunakan NaOH dengan konsentrasi terbaik pada 18°Be menghasilkan asam lemak bebas sebesar 0,37%. Feryana *et al.* (2014) melakukan netralisasi terhadap minyak ikan makarel dengan konsentrasi NaOH pada 24°Be menghasilkan minyak ikan

dengan nilai FFA sebesar 2,16%, PV sebesar 5,60 mEq/kg, anisidin sebesar 14,31 mEq/kg, AV sebesar 4,30 mg KOH/kg, dan TOTOX sebesar 25,53 mEq/kg.

Konsentrasi larutan basa untuk netralisasi dinyatakan dengan derajat *Baume* ($^{\circ}\text{Be}$). Minyak dengan asam lemak bebas kecil biasanya menggunakan larutan basa yang lebih rendah (8-12 $^{\circ}\text{Be}$), sedangkan minyak dengan asam lemak bebas lebih tinggi digunakan larutan basa hingga 20 $^{\circ}\text{Be}$. Larutan basa diatas 20 $^{\circ}\text{Be}$ biasanya digunakan untuk minyak dengan asam lemak bebas lebih dari 6% (Bernardini 1983). Minyak yang telah di netralkan menggunakan NaOH ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1 Minyak hasil netralisasi dengan menggunakan NaOH

3.4. Parameter Oksidasi

3.4.1. Nilai Peroksida (PV), Nilai p-Anisidin (p-AV), dan Nilai TOTOX

Nilai peroksida terendah didapatkan pada suhu 50 $^{\circ}\text{C}$ sedangkan nilai tertinggi pada suhu 80 $^{\circ}\text{C}$. Nilai p-anisidin terendah didapatkan pada suhu 40 $^{\circ}\text{C}$, sedangkan nilai tertinggi pada suhu 80 $^{\circ}\text{C}$. Nilai total oksidasi terbaik yang didapatkan pada penelitian ini pada suhu 50 $^{\circ}\text{C}$ dan merupakan nilai terendah dibandingkan dengan perlakuan suhu lain, sedangkan nilai terbesar didapatkan pada suhu 80 $^{\circ}\text{C}$.

Kerusakan minyak ikan disebabkan oleh cahaya, panas, peroksida lemak, logam berat, hemoglobin, mioglobin, klorofil dan enzim lipooksidase (Ketaren 2008). Nilai oksidasi sangat penting sebagai indikator mutu dari minyak tersebut, semakin rendah nilai oksidasi maka kualitas minyak akan semakin baik. *International Fish Oil Standard* (IFOS) menetapkan nilai bilangan peroksida < 3,75 meq/kg sebagai standar minyak kategori layak konsumsi.

Analisis nilai peroksida terhadap minyak netral dilakukan untuk menentukan jumlah hidroperoksida pada minyak yang merupakan hasil proses oksidasi primer (Aidos *et al.* 2002). Aidos *et al.* (2001) menyatakan bahwa nilai peroksida sangat tergantung pada suhu, semakin rendah suhu pada saat ekstraksi minyak maka semakin baik kualitas minyak ikan. Nilai peroksida ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3 Analisis nilai peroksida minyak hati cucut pisang (*Charcharinus falciformis*)

Perlakuan Suhu	Nilai peroksida (mEq/kg)	Nilai p-Anisidin (mEq/kg)	Nilai TOTOX (mEq/Kg)
40°C	2,66 ±0,00 ^a	8,31±0,42 ^a	13,64±0,04 ^a
50°C	2,49 ±0,27 ^a	8,57±0,46 ^a	13,57±1,01 ^a
60°C	4,27±0,05 ^b	11,33±0,83 ^b	19,87±0,95 ^b
70°C	4,98±0,44 ^c	13,23±0,29 ^c	23,20±1,18 ^c
80°C	8,49±0,25 ^d	16,48±0,05 ^d	33,46±0,55 ^d

Keterangan : Huruf *superscript* yang berbeda pada kolom yang sama menunjukkan adanya perbedaan nyata ($p < 0,05$)

Analisis p-anisidin dilakukan untuk mengetahui oksidasi sekunder yang terjadi pada minyak yang dicirikan oleh degradasi lemak yang diinisiasi oleh hidroperoksida, sehingga menghasilkan produk samping karbonil yang bersifat *non-volatile* (Aidos *et al.* 2002). Aldehid didalam minyak dan reagen p-anisidine bereaksi dalam kondisi asam dan ekspresi warna pada minyak sangat tergantung kepada jumlah aldehid dan strukturnya (O'Brien 2009). Minyak dengan kualitas baik harus memiliki nilai p-anisidin ≤ 15 mEq/kg (BPOM-RI dan IFOS). Nilai p-anisidin ditunjukkan pada Tabel 3.

Total oksidasi merupakan penjumlahan x 2 nilai peroksida dan p-anisidin (Perrin 1996). Nilai TOTOX untuk minyak layak konsumsi berkisar antara 10-60 mEq/kg (Bimbo 1998). IFOS menyatakan minyak layak konsumsi harus memiliki nilai TOTOX dibawah 20 mEq/kg. Nilai total oksidasi ditunjukkan pada Tabel 3.

3.4.2 Persentase Asam Lemak Bebas (%FFA)

Persentase asam lemak bebas dimana perlakuan suhu 40°C dan 50°C memberikan nilai terbaik, sedangkan nilai tertinggi didapatkan pada suhu 80°C. FFA merupakan produk dari reaksi hidrolisis triasilgliserida yang berkaitan erat dengan proses penyimpanan. Sathivel *et al.* (2003) menyatakan nilai FFA sangat berkaitan dengan jumlah alkali yang akan digunakan pada proses pemurnian.

Minyak yang memiliki persentase asam lemak bebas yang tinggi akan memiliki aroma dan rasa yang kurang baik (Sathivel *et al.* 2003). Parameter oksidasi primer dan sekunder berhubungan erat dengan warna, bau, rasa dan pengotor lain dalam minyak ikan (Suseno *et al.* 2012). Nilai persentase asam lemak bebas ditunjukkan pada Tabel 4.

3.4.3 Bilangan Asam (AV)

Nilai bilangan asam terendah pada suhu 40°C dan 50°C, sedangkan nilai tertinggi didapatkan pada suhu 80°C. Nilai bilangan asam berkaitan erat dengan jumlah KOH yang digunakan untuk menetralkan 1 g minyak. Bilangan asam sangat mempunyai hubungan dengan nilai asam lemak bebas (FFA). Bilangan asam didapatkan dengan perkalian konstanta 1,99 dengan nilai asam lemak bebas (FFA). Meningkatnya ketengikan minyak adalah karena perubahan triasilgliserida (TAG) menjadi asam lemak bebas dan gliserol. Nilai bilangan asam ditunjukkan pada Tabel 4.

Tabel 4 Persentase asam lemak bebas (FFA) dan bilangan asam (AV) minyak hati cucut pisang (*Charcharinus falciformis*)

Perlakuan suhu	Asam lemak bebas (%FFA)	Bilangan asam (mg KOH/Kg)
40°C	0,28±0,00 ^a	0,56±0,00 ^a
50°C	0,28±0,00 ^a	0,56±0,00 ^a
60°C	0,48±0,06 ^b	0,96±0,12 ^b
70°C	0,67±0,00 ^c	1,34±0,01 ^c
80°C	0,70±0,00 ^c	1,40±0,00 ^c

Keterangan : Huruf *superscript* yang berbeda pada kolom yang sama menunjukkan adanya perbedaan nyata ($p < 0,05$).

Kualitas asam lemak bebas, kadar air, warna, nilai p-anisidin, dan nilai peroksida minyak ikan sangat menentukan harga minyak ikan tersebut di pasaran (European Comission 2006). Bilangan asam merupakan parameter yang penting untuk menentukan keberadaan nilai FFA dan komponen asam non-lemak lainnya. Bilangan asam sangat tergantung pada komposisi minyak, metode ekstraksi, dan kesegaran bahan mentah (Aidos *et al.* 2002).

IV. Kesimpulan

Residu logam berat berada dalam ambang batas yang ditetapkan oleh IFOS. Profil asam lemak meliputi SFA sebesar 19,58% %, MUFA sebesar 19,26%, dan PUFA sebesar 41,58%. Perlakuan suhu 50°C merupakan perlakuan terbaik berdasarkan uji parameter oksidasi. Perlakuan suhu 50°C menghasilkan nilai peroksida (PV) sebesar 2,49±0,27 mEq/kg; nilai p-Anisidin (p-AV) sebesar 8,57±0,46 mEq/kg; nilai total oksidasi (TOTOX) sebesar 13,57±1,01 mEq/kg; persentase asam lemak bebas (%FFA) sebesar 0,28±0,00% dan bilangan asam (AV) sebesar 0,56±0,00 mg KOH/kg.

Daftar pustaka

- Abdillah, M. H. 2008. Pemurnian minyak dari limbah pengolahan ikan. [skripsi]. Bogor (ID): Institut Pertanian Bogor.
- Aidos I., van-der-Padt A., Boom R. M & Luten J. B. 2002. Seasonal changes in crude and lipid composition of herring fillets, by-products and respective produced oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 50: 4589-4599.
- [AOAC] Association of Official Analytical Chemist. 2005. *Official Method of Analysis of the Association of Official Analytical of Chemist*. Arlington: The Association of Analytical Chemist, Inc.
- [AOCS] American Oil Chemists Society. 1998. *Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society*. Champaign: AOCS Press.
- Bernardini E. 1983. *Vegetable Oils an Fats Processing*. Italy (IT): Intertamps House.
- Bimbo A. P. 1998. Guidelines for characterizing food-grade fish oil. *Inform*, 9: 473-483.

- Bonfil R., Amorim A., Anderson C., Arauz R., Baum J., Clarke S. C., Graham R. T., Gonzalez M., Jolón M., Kyne P. M., Mancini P., Márquez F., Ruíz C. & Smith W. 2009. *Carcharhinus falciformis*. The IUCN Red List of Threatened Species.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. 2009. *Tentang Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Pangan*. SNI 7387:2009. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- Damongilala L. J. 2008. Kandungan asam lemak tak jenuh minyak hati ikan cucut botol (*Centrophorus* sp.) yang diekstraksi dengan cara pemanasan. *Jurnal Ilmiah Sains*. 2(8): 249-253.
- [EC] European Commission. 2006. Commission regulation (EC) No 1199/2006 amending regulation (EC) No 466/2001 setting maximum levels for certain contaminants in food stuffs as regards dioxins and dioxin-like PCBs. Off. J. EU, L32/34.
- Edward H. G. Jr. 1976. *Fatty Acid Composition*. Di dalam Stansby ME. *Fish Oils, Their Chemistry, Technology, Stability, Nutritional, Properties, and Uses*. Westport Connecticut (US): The AVI Publishing Company, Inc.
- Feryana I. W. K., Suseno S. H. & Nurjanah. 2014. Pemurnian minyak ikan makarel hasil samping penepungan dengan netralisasi alkali. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. 17: 207-214.
- Hernandez E. & Rathbone S. 2002. Refining of glyceride oils by treatment with silicate solutions and filtration. US Patent 6: 448-453.
- Huli L. O., Suseno S. H. & Santoso J. 2014. Kualitas minyak ikan dari kulit ikan swangi. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. 17 (3): 233-242.
- [IFOS] International Fish Oils Standard. 2011. *Fish Oil Purity Standards*. <http://www.omegavia.com/best-fish-oil-supplement-3/> [26 Maret 2016].
- Ketaren S. 2008. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Bogor (ID): Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi, Institut Pertanian Bogor.
- Kjerstad M., Fosse I. & Willemsen H. 2003. Utilization of deep-sea sharks at Hatton Bank in the North Atlantic. *Journal of Northwest Atlantic Fisheries Science*. (31): 333-338.
- Navarro G., Pacheco R., Vallejo B., Ramirez J. & Bolaños A. 2000. Lipid composition of the liver oil of shark species from the Caribbean and Gulf of California waters. *Journal of Food Composition and Analysis*. 13: 791-798.
- O'Brien R. D. 2009. *Fats and oils: Formulating and processing for application*, 3rd edition, London (UK): CRC press.
- Perrin J. L. 1996. *Determination of Alteration*. In: Karleskind A, Wolff JP. (Eds.) *Oils and Fats, Manual vol. 2*. France (FR): Lavoisier Publishing.
- Pratama R. I., Awaludin M. Y. & Ishmayan S. 2011. Komposisi asam lemak ikan tongkol, layur, dan tenggiri dari Pameungpeuk, Garut. *Jurnal Akuatika*. 2(2): 107-115.

- Rochyatun E. & Rozak A. 2007. Pemantauan kadar logam berat dalam sedimen di perairan teluk Jakarta. *Jurnal Makara, Sains*. 11: 28-36.
- Sathivel S., Prinyawiatkul W., King J. M., Grimm C. C. & Lloyd S. 2003. Oil production from catfish viscera. *Journal of American Oil Chemistry Society*. 80(4): 277–382.
- Setiono E. H. 2002. Pemurnian minyak kasar hati ikan cucut (*crude shark liver oil*) dengan metode netralisasi dan pemucatan [skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Suseno S.H. & Saraswati. 2015. *Teknologi Industri Minyak Ikan*. Bogor (ID) : IPB Press.
- Suseno S.H., Syari C., Zakiyah E.R., Jacob A. M., Izaki A.Y., Saraswati & Hayati S. 2014. Low temperature extraction and quality of oil from spotted sardinella (*Amblygaster srim*) and goldstrip sardinella (*Sardinella gibbosa*). *World Journal of Fish and Marine Sciences*. 6(5): 435-440.
- Suseno S. H. 2014. Fatty acid profiles of tropical eel (*Anguila* sp.) by-products. *Advance Journal of Food Science and Technology*. 6(6): 802-806.
- Suseno S. H. 2015. Proximate, fatty acid, amino acid and mineral composition of tuna (*Thunnus* sp.) by-product from West Sumatra Povice, Indonesia. *Pakistan Journal of Nutrition*. 14(1): 62-66.
- Undjung D. 2005. Continous production of pure squalene by using column chromatography. *Indo. J. Chem*. 5(3): 251-254.
- Walpole & Ronald E. 1995. *Pengantar Statistika*. Edisi ke-3. Bandung (ID): Institut Teknologi Bandung.
- Watson CA. 1994. *Official and standardized methods of analysis (Third Ed.)*. Cambridge (UK): The Royal Society of Chemistry.

Available online at:
<http://utu.ac.id/index.php/jurnal.html>

Jurnal **Perikanan Tropis**
Volume 3, Nomor 2, 2016
ISSN: 2355-5572
